

Ministerieel besluit houdende de goedkeuring van het compendium bemonsterings- en analysemethodes in het kader van het Mestdecreet (BAM)

Rechtsgronden

Dit besluit is gebaseerd op:

- het Mestdecreet van 22 december 2006, artikel 4, §4, toegevoegd bij het decreet van 6 mei 2011 en gewijzigd bij de decreten van 12 juni 2015 en 25 mei 2018, en artikel 61, §8, ingevoegd bij het decreet van 12 juni 2015;
- het VLAREL van 19 november 2010, artikel 45, §1, vervangen bij het besluit van de Vlaamse Regering van 1 maart 2013 en gewijzigd bij het besluit van de Vlaamse Regering van 3 mei 2019, 53/1, ingevoegd bij het besluit van de Vlaamse Regering van 1 maart 2013 en gewijzigd bij de besluiten van de Vlaamse Regering van 11 december 2015 en 3 mei 2019, 58/4, ingevoegd bij het besluit van de Vlaamse Regering van 3 mei 2019, 58/5, ingevoegd bij het besluit van de Vlaamse Regering van 3 mei 2019.

Vormvereisten

De volgende vormvereisten zijn vervuld:

- De Vlaamse toezichtcommissie voor de verwerking van persoonsgegevens heeft advies nr. 2020/26 gegeven op 28 juli 2020;
- De Raad van State heeft advies XXXX/XX gegeven op XXXXX, met toepassing van artikel 84, §1, eerste lid, 2°, van de wetten op de Raad van State, gecoördineerd op 12 januari 1973.

Juridisch kader

Dit besluit sluit aan bij de volgende regelgeving:

- het ministerieel besluit van 7 november 2012 tot vaststelling van de monsternemingen en analyses, uitgevoerd in het kader van het Mestdecreet, waarvoor een aanmelding moet gebeuren via het door de Mestbank beschikbaar gesteld internetloket en tot bepaling van de nadere regels voor de aanmelding en het internetloket;
- het ministerieel besluit van 3 juli 2019 houdende de goedkeuring van het compendium bemonsterings- en analysemethodes in het kader van het Mestdecreet (BAM) en tot opheffing van bijlage 2 bij het besluit van de Vlaamse Regering van 14 januari 2011 betreffende de erkenning van laboratoria in het kader van het Mestdecreet.

DE VLAAMSE MINISTER VAN JUSTITIE EN HANDHAVING, OMGEVING, ENERGIE
EN TOERISME BESLUIT:

Artikel 1. Het compendium bemonsterings- en analysemethodes in het kader van het Mestdecreet (BAM), en de bijbehorende inhoudstabel, die opgenomen zijn in de bijlage die bij dit besluit is gevoegd, worden goedgekeurd.

Art. 2. Het ministerieel besluit van 7 november 2012 tot vaststelling van de monsternemingen en analyses, uitgevoerd in het kader van het Mestdecreet, waarvoor een aanmelding moet gebeuren via het door de Mestbank beschikbaar gesteld internetloket en tot bepaling van de nadere regels voor de aanmelding en het internetloket en het ministerieel besluit van 3 juli 2019 houdende de goedkeuring van het compendium bemonsterings- en analysemethodes in het kader van het Mestdecreet (BAM) en tot opheffing van bijlage 2 bij het besluit van de Vlaamse Regering van 14 januari 2011 betreffende de erkenning van laboratoria in het kader van het Mestdecreet, worden opgeheven.

Art. 3. Het compendium, vermeld in artikel 1, treedt in werking op 1 september 2020.

Brussel, ... (datum).

De Vlaamse minister van Justitie en Handhaving, Omgeving, Energie en
Toerisme,

A handwritten signature in black ink, reading 'Zuhar Demir' in a cursive script.

Zuhar DEMIR

Bijlage bij het ministerieel besluit van ... houdende de goedkeuring van het compendium
bemonsterings- en analysesmethodes in het kader van het Mestdecreet (BAM)

Bijlage – Compendium bemonsterings- en analysemethodes voor mest, bodem en
veevoeder (BAM)

INHOUDSTABEL

DEEL 1 - BODEM

Voor de bodemmonsternames en -analyses voorzien in het Mestdecreet van 22 december 2006 en zijn uitvoeringsbesluiten, zijn de bepalingen van Deel 1. – BODEM van bijlage 2 bij het besluit van de Vlaamse Regering van 14 januari 2011 betreffende de erkenning van laboratoria in het kader van het Mestdecreet, zoals het gold op 31 oktober 2019, van overeenkomstige toepassing.

DEEL 2 - VEEVOEDER

Veevoeder – Toepassingsgebied	BAM/deel 2/00	03/2019
Veevoeder – Bemonstering	BAM/deel 2/01	03/2019
Veevoeder – Monstervoorbehandeling	BAM/deel 2/02	03/2019
Veevoeder – Vochtgehalte	BAM/deel 2/03	03/2019
Veevoeder - Totale fosfor	BAM/deel 2/04	03/2019
Veevoeder - Ruw eiwit	BAM/deel 2/05	03/2019
Veevoeder – Rapportering	BAM/deel 2/20	03/2019

DEEL 3 - VLOEIBARE DIERLIJKE MEST

Vloeibare dierlijke mest - Toepassingsgebied	BAM/deel 3/00	03/2019
Vloeibare mest – Bemonstering van mestkelders en bij gesimuleerd mesttransport	BAM/deel 3/01-A	03/2019
Vloeibare mest – Bemonstering bij mesttransport	BAM/deel 3/01-B	03/2019
Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest – Bemonstering van een mestopslag	BAM/deel 3/01-C	03/2019
Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest - Monstervoorbehandeling	BAM/deel 3/02	03/2019
Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest - Droge stof gehalte	BAM/deel 3/03	07/2020
Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest - Totale fosfor	BAM/deel 3/04	03/2019
Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest – Ammoniumstikstof	BAM/deel 3/05	03/2019
Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest - Totale stikstof	BAM/deel 3/06	07/2020
Vloeibare dierlijke mest - Rapportering	BAM/deel 3/20	07/2020

DEEL 4 - VASTE DIERLIJKE MEST

Vaste dierlijke mest - Toepassingsgebied	BAM/deel 4/00	03/2019
Vaste mest - Bemonstering	BAM/deel 4/01-A	03/2019

Vaste behandelde mest – Bemonstering	BAM/deel 4/01-B	03/2019
Vaste mest en vaste behandelde mest - Monstervoorbehandeling	BAM/deel 4/02	03/2019
Vaste mest en vaste behandelde mest - Droge stof gehalte	BAM/deel 4/03	07/2020
Vaste mest en vaste behandelde mest - Totale fosfor	BAM/deel 4/04	03/2019
Vaste mest en vaste behandelde mest - Ammoniumstikstof	BAM/deel 4/05	07/2020
Vaste mest en vaste behandelde mest - Totale stikstof	BAM/deel 4/06	03/2019
Vaste dierlijke mest - Rapportering	BAM/deel 4/20	07/2020

DEEL 7 - VERWERKTE DIERLIJKE MEST

Verwerkte mest - Toepassingsgebied	BAM/deel 7/00	03/2019
Verwerkte mest - Bemonstering	BAM/deel 7/01	03/2019
Verwerkte mest - Monstervoorbehandeling	BAM/deel 7/02	03/2019
Verwerkte mest - Detectie van Escherichia coli	BAM/deel 7/03	03/2019
Verwerkte mest - Detectie van Enterococcaceae	BAM/deel 7/04	03/2019
Verwerkte mest - Detectie van Salmonella spp.	BAM/deel 7/05	03/2019
Verwerkte mest - Detectie van Clostridium perfringens	BAM/deel 7/06	03/2019
Verwerkte mest - Rapportering	BAM/deel 7/20	03/2019

DEEL 8 – VALIDATIE EN RAPPORTERING

Validatie en kwaliteitscontrole van toestellen voor monsternamen van vloeibare mest bij verpompen	BAM/deel 8/01	03/2019
Toegestane afwijking bij multiële metingen van het nitraatresidu en P-Al van landbouwpercelen	BAM/deel 8/02	07/2020
Melden van monsternamen, resultaten en GPS- datalogs via SMIL	BAM/deel 8/03	07/2020
GPS-datalogging	BAM/deel 8/04	07/2020
Voorwaarden voor rapportering van monsternamengegevens en analyseresultaten door een erkend laboratorium	BAM/deel 8/20	03/2019
Verwerking van persoonsgegevens naar aanleiding van bemonsteringen en analyses van mest, bodem of veevoeder in het kader van het Mestdec	BAM/deel 8/21	07/2020

Veevoeder - Toepassingsgebied

De methodes hebben betrekking op de bemonstering en analyse van veevoeder zoals bepaald in het decreet van 22 december 2006 houdende de bescherming van water tegen verontreiniging door nitraten uit agrarische bronnen (hierna het Mestdecreet te noemen) en zijn uitvoeringsbesluiten:

Het uitvoerend laboratorium moet erop toezien dat de bemonstering en analyse steeds volgens de hierna beschreven methodologie gebeurt en draagt daarvoor ook de verantwoordelijkheid.

De methodes zijn enerzijds overgenomen uit de Europese richtlijnen inzake bemonsterings- en analysemethoden voor de officiële controle van diervoeders en anderzijds aangevuld met methodes ontwikkeld binnen CEN/TC 327 en ISO TC 34/SC 10 *Animal feeding stuffs*.

Veevoeder - Bemonstering

INHOUD

1	Principe	3
2	Bemonstering van krachtvoeders	3
3	Bemonstering van ruwvoeders	3
3.1	<i>Materiaal</i>	3
3.2	<i>Praktische uitvoering</i>	4
4	Identificatie van de monsters	4
5	Monsterconservering tijdens het transport	4

1 PRINCIPE

De bemonstering moet op een zodanige manier uitgevoerd worden dat een representatief monster verkregen wordt.

2 BEMONSTERING VAN KRACHTVOEDERS

De bemonstering kan worden uitgevoerd bij de gebruiker of bij de leverancier of producent van het krachtvoeder.

De bemonstering kan eenvoudig worden uitgevoerd door met een schepje of een recipiënt de deelmonsters te verzamelen.

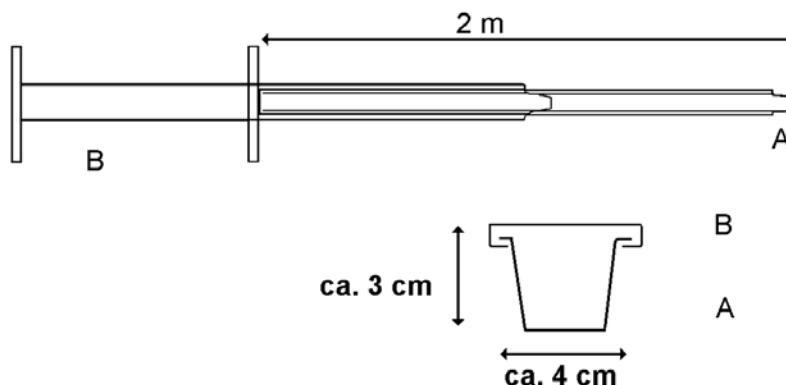
Voor de bemonstering van een partij krachtvoeder worden minimaal 5 deelmonsters genomen gespreid over de volledige partij. Bij verpakte krachtvoerders worden de deelmonsters verzameld uit afzonderlijke verpakkingen.

De deelmonsters bedragen minimaal 500 g en worden gemengd tot een mengmonster. Uit dat mengmonster wordt door middel van kwarteren een laboratoriummonster bereid van minimaal 500 g. Het laboratoriummonster wordt verzameld in een glazen of plastic, goed afsluitbaar recipiënt.

3 BEMONSTERING VAN RUWVOEDERS

3.1 MATERIAAL

De bemonstering van ruwvoeder gebeurt, bij opslag of bij transport, met behulp van een droge en schone steeklans, bestaande uit een monstergoot en een monsterdeksel (Figuur 1) of een ruwvoederboor, bestaande uit een holle buis met snijkop en een binnenstang.



Figuur 1 Steeklans voor de bemonstering van ruwvoeder

3.2 PRAKTISCHE UITVOERING

Met de steeklans of ruwvoederboor worden evenredig verdeeld over de vracht of de stapel opgeslagen ruwvoeder ten minste tien steekmonsters over de volledige diepte genomen.

Een steekmonster met de steeklans wordt genomen door de goot zo diep mogelijk in het ruwvoeder te duwen. Vervolgens wordt het deksel over de goot geschoven en wordt de gehele steeklans uit de vracht ruwvoeder getrokken. De goot wordt geledigd in een droge en schone emmer, bak of kruiwagen.

De met de steeklans genomen steekmonsters worden grondig gemengd. Vervolgens wordt uit dat mengsel een monster genomen van circa 1 liter en overgebracht in een droog en schoon recipiënt (plastic of glas) dat goed kan worden afgesloten.

De bemonstering vindt plaats bij het laden of lossen van een vracht.

4 IDENTIFICATIE VAN DE MONSTERS

De labeling (nummer, barcode ...) van het monster moet eenduidig zijn zodat achteraf geen misverstanden kunnen ontstaan over de herkomst van het monster.

Gegevens over de monstername worden gerapporteerd overeenkomstig BAM/deel 8/20. Onverminderd de bepalingen van BAM/deel 8/20 moeten de volgende gegevens op het monsternameformulier dat het monster begeleidt, aanwezig zijn:

- a. opdrachtgever;
- b. opdrachtgever of derden aanwezig bij de monstername (J/N);
- c. type krachtvoeder (+ leverancier of producent met hun erkenningsnummer of registratienummer door het FAVV toegekend) of type ruwvoeder;
- d. diercategorie waarvoor het voeder bestemd is, indien gekend;
- e. wijze van monstername (bijvoorbeeld schepmonsters) + aantal deelmonsters;
- f. geraamd volume van het opgeslagen krachtvoeder/ruwvoeder;
- g. naam van de monsternemer. Als het laboratorium specifieke identificatienummers hanteert voor zijn monsternemers, wordt dat nummer eveneens vermeld. Als het monster niet genomen is door een monsternemer verbonden aan het laboratorium, moet dat uitdrukkelijk vermeld worden;
- h. plaats en datum van de monstername;
- i. omschrijving van de plaats van de monstername (bijvoorbeeld loods, verpakking, transport ...);
- j. uit te voeren analyses.

Het monsterbeheersysteem van het laboratorium moet toelaten om achteraf iedere informatie over een individueel monster eenduidig te traceren.

5 MONSTERCONSERVERING TIJDENS HET TRANSPORT

Voor vochtrijke voeders (bijvoorbeeld ruwvoerders en brijbakken) wordt het monster gekoeld bewaard in afwachting van en tijdens transport naar het laboratorium.

Veevoeder - Monstervoorbehandeling

INHOUD

1	Bereiding van monsters voor analyse	3
1.1	<i>Doel</i>	3
1.2	<i>Voorzorgsmaatregelen</i>	3
1.3	<i>Werkwijze</i>	3
1.3.1	Voeders die als zodanig gemalen kunnen worden	3
1.3.2	Voeders die gemalen kunnen worden na droging	4
1.3.3	Vloeibare of halfvloeibare voeders	4
1.3.4	Andere diervoeders	4
1.4	<i>Bewaren van monsters</i>	4
2	Kwaliteitscontrole	4

1 BEREIDING VAN MONSTERS VOOR ANALYSE

1.1 DOEL

De hieronder beschreven werkwijzen hebben betrekking op het voor de analyse gereedmaken van de monsters zoals beschreven in Bijlage II van de verordening (EG) nr. 152/2009 van de Commissie van 27 januari 2009 tot vaststelling van de bemonsterings- en analysemethoden voor de officiële controle van diervoeders.

Deze monsters worden zodanig voorbereid dat de voor de uitvoering van de analysemethoden afgewogen hoeveelheden homogeen zijn en representatief voor de eindmonsters.

Er moet worden voorzien in representatieve deelmonsters voor de bepaling van:

- vochtgehalte bij 105°C, ruw eiwit: vers monster;
- totale fosfor: vers monster of monster gedroogd bij 105°C.

Opmerking: Het analysemonster voor de bepaling van het vochtgehalte kan verder gebruikt voor de bepaling van totaal fosfor op een gedroogd monster.

1.2 VOORZORGSMAATREGELEN

Alle noodzakelijke bewerkingen moeten zodanig worden uitgevoerd dat verontreiniging van het monster en veranderingen in de samenstelling zoveel mogelijk worden vermeden. Het malen, mengen en zeven moet zo snel mogelijk gebeuren onder zo gering mogelijke blootstelling van het monster aan lucht en licht. Vermijd het gebruik van maaltoestellen die het monster aanmerkelijk kunnen verwarmen. Voor voeders die bijzonder gevoelig zijn voor warmte, wordt malen met de hand aanbevolen. Ook moet erop gewaakt worden dat het maaltoestel zelf niet de oorzaak van verontreiniging met sporenelementen vormt.

Als de bereiding niet kan plaatsvinden zonder dat er duidelijke veranderingen in het vochtgehalte van het monster optreden, moet het vochtgehalte voor en na de bereiding worden bepaald volgens de methode die is vastgelegd in BAM/deel 2/03.

1.3 WERKWIJZE

Meng het eindmonster grondig, hetzij mechanisch hetzij met de hand. Verdeel het monster in twee gelijke porties (indien mogelijk met de vierdeelmethode). Bewaar de ene portie in een geschikt schoon en droog vat, dat voorzien is van een luchtdichte stop, en bereid de andere portie, of een representatief deel van ten minste 100 g daarvan, als hieronder is aangegeven.

1.3.1 VOEDERS DIE ALS ZODANIG GEMALEN KUNNEN WORDEN

Zeef, tenzij in de analysemethoden anders is aangegeven, het gehele monster door een zeef met openingen van 1 mm (overeenkomstig aanbeveling ISO R.565). Maal zo nodig na. Maal niet te fijn.

Meng het gezeefde monster en verzamel het in een geschikt schoon en droog vat, dat is voorzien van een luchtdichte stop.

1.3.2 VOEDERS DIE GEMALEN KUNNEN WORDEN NA DROGING

Droog het monster, tenzij in de analysemethodes anders is aangegeven, zo ver dat het vochtgehalte tot 8-12 % is teruggebracht, overeenkomstig de voorlopige droogmethode, zie BAM/deel2/03. Ga dan verder te werk als in punt 1.3.1.

1.3.3 VLOEIBARE OF HALFVLOEIBARE VOEDERS

Verzamel het monster in een geschikt schoon en droog vat, dat voorzien is van een luchtdichte stop. Meng het grondig, vlak voor de hoeveelheid voor analyse wordt afgewogen.

1.3.4 ANDERE DIERVOEDERS

Monsters die niet volgens een van de bovenstaande methodes kunnen worden bereid, moeten worden behandeld volgens een andere werkwijze, die zodanig is dat in ieder geval de voor de analyse afgewogen hoeveelheden homogeen zijn en representatief voor de eindmonsters.

1.4 BEWAREN VAN MONSTERS

Bewaar de monsters bij een temperatuur die hun samenstelling niet zal beïnvloeden. Monsters die bestemd zijn voor de analyse van vitaminen of producten die bijzonder gevoelig zijn voor licht, moeten worden bewaard in bruine glazen vaten.

2 KWALITEITSCONTROLE

Als kwaliteitscontrole wordt voor elke parameter per dag of per begonnen reeks van 50 monsters minstens 1 monster in duplo geanalyseerd. Daarvoor worden na de monstervoorbehandeling 2 deelmonsters genomen die het volledige analysetraject doorlopen.

Veevoeder - Vochtgehalte

INHOUD

1	Doel en toepassingsgebied	3
2	Principe	3
3	Materiaal	3
4	Uitvoering	4
4.1	<i>Vorbereitung</i>	4
4.1.1	Veevoerders met uitzondering van de veevoerders, vermeld in punt 4.1.2 en 4.1.3	4
4.1.2	Granen en grutten	4
4.1.3	Vloeibare of brijachtige veevoerders, veevoerders die in hoofdzaak bestaan uit vet	4
4.2	<i>Drogen</i>	5
4.2.1	Veevoerders, met uitzondering van de veevoerders, vermeld in punt 4.2.2 en 4.2.3	5
4.2.2	Graan, meel, grutten en gries	5
4.2.3	Mengvoerders met een gehalte aan suikers, afkomstig van saccharose of van lactose, van meer dan 4%, alsmede de volgende enkelvoudige veevoerders: Johannisbroodschroot, gehydrolyseerde graanproducten, moutkiemen, suikerbietensnijdsels, vissolubles, suiker en mengvoerders die meer dan 25% kristalwaterhoudende minerale zouten bevatten	5
4.3	<i>Voordrogen</i>	6
4.3.1	Veevoerders, met uitzondering van de veevoerders, vermeld in punt 4.3.2	6
4.3.2	Granen	6
5	Berekening van de resultaten	6
5.1	<i>Drogen zonder voordrogen</i>	6
5.2	<i>Drogen met voordrogen</i>	6
6	Opmerking	7

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Het voorschrift beschrijft de methode voor de bepaling van het gehalte aan vocht in veevoerders. Dit voorschrift heeft geen betrekking op de analyse van melkproducten als voedermiddelen, van minerale stoffen en mengsels die overwegend uit mineralen bestaan, van dierlijke en plantaardige vetten en van oliehoudende zaden en vruchten. De bepaling van het gehalte aan vocht in dierlijke en plantaardige vetten en oliën wordt beschreven in Bijlage III, B van de verordening (EG) nr. 152/2009.

2 PRINCIPE

Het monster wordt gedroogd onder bepaalde omstandigheden, die afhankelijk zijn van de aard van het veevoeder. Het gewichtsverlies wordt bepaald door wegen. Bij vaste veevoerders met een hoog gehalte aan vocht is het noodzakelijk eerst voor te drogen.

3 MATERIAAL

3.1 Molen

Molen van een materiaal dat geen vocht absorbeert, die gemakkelijk te reinigen is en waarmee snel en gelijkmatig kan worden gemalen zonder noemenswaardige warmte op te wekken, die zo goed mogelijk kan worden afgesloten van de buitenlucht en voldoet aan de eisen, vermeld in punt 4.1.1 en 4.1.2 (bijvoorbeeld microkruisslagmolens, micromolens met waterkoeling, demonteerbare kogelmolens, langzaam lopende kogelmolens en molens met getande schijven).

3.2 Analytische balans

Analytische balans met een gevoeligheid van ten minste 0,5 mg .

3.3 Vochtdozen

Vochtdozen van roestvast metaal, glas of aluminium met luchtdicht afsluitende deksels en met een zodanig nuttig oppervlak dat het monster kan worden verdeeld naar rata van ongeveer 0,3 g per cm².

3.4 Voordroogrecipiënten

Bijvoorbeeld schaal van aluminium van 20 maal 12 cm met een rand van 0,5 cm of andere geschikte recipiënten.

3.5 Elektrische droogstoof

Elektrische droogstoof met thermostaat ($\pm 5^{\circ}\text{C}$), waarmee de temperatuur snel kan worden geregeld en die goed ventileert.¹

3.6 Elektrische vacuümdroogstoof

Elektrische vacuümdroogstoof met thermostaat en oliepomp, voorzien van een inrichting voor toevoer van gedroogde, warme lucht of voorzien van een droogmiddel (bijvoorbeeld calciumoxide).

3.7 Exsiccator

Exsiccator met dikke, geperforeerde plaat van metaal of porselein en met een effectief droogmiddel.

4 UITVOERING

N.B.: De in dit hoofdstuk beschreven handelingen moeten direct na het openen van de verpakking van de monsters worden uitgevoerd. De analyses moeten ten minste in tweevoud worden uitgevoerd.

4.1 VOORBEREIDING

4.1.1 VEEVOEDERS MET UITZONDERING VAN DE VEEVOEDERS, VERMELD IN PUNT 4.1.2 EN 4.1.3

Neem ten minste 50 g. Maak dat, zo nodig, op passende wijze fijn, zodanig dat veranderingen in het vochtgehalte worden voorkomen.

4.1.2 GRANEN EN GRUTTEN

Neem ten minste 50 g. Maal dat tot deeltjes van zodanige grootte dat ten minste 50% ervan door een zeef gaat van 0,5 mm en dat niet meer dan 10% blijft liggen op een zeef met ronde mazen van 1 mm.

4.1.3 VLOEIBARE OF BRIJACHTIGE VEEVOEDERS, VEEVOEDERS DIE IN HOOFDZAAK BESTAAN UIT VET

Neem ongeveer 25 g, op 10 mg nauwkeurig gewogen, voeg een passende hoeveelheid watervrij zand, op 10 mg nauwkeurig gewogen, toe en meng tot een homogeen product is verkregen.

¹ Voor het drogen van granen en bijproducten van de verwerking van granen moet de droogstoof een zodanige warmtecapaciteit hebben dat, als ze tevoren is ingesteld op een temperatuur van 131°C , die temperatuur weer binnen 45 minuten na het inzetten van het maximum aantal monsters wordt bereikt. De ventilatie moet zodanig zijn dat, wanneer alle monsters van zachte tarwe, die de stoof bevatten kan, gelijktijdig gedurende 2 h gedroogd worden, de verkregen resultaten minder verschillen dan 0,15% van die, verkregen na 4 h drogen.

4.2 DROGEN

4.2.1 VEEVOEDERS, MET UITZONDERING VAN DE VEEVOEDERS, VERMELD IN PUNT 4.2.2 EN 4.2.3

Weeg een vochtdoos met deksel op 0,5 mg nauwkeurig. Breng ongeveer 5 g van het monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in de getarreeerde vochtdoos en spreid gelijkmatig uit. Plaats de vochtdoos zonder deksel in een vooraf op 105°C gebrachte droogstoof. Om te voorkomen dat de temperatuur te veel daalt, moet de vochtdoos zo snel mogelijk in de droogstoof gebracht worden. Laat gedurende 4 uur drogen, gerekend vanaf het tijdstip dat de stoof weer op een temperatuur van 105°C is.

Sluit na het openen van de stoof de vochtdoos met het deksel, neem haar uit de stoof, laat gedurende 30 à 45 minuten afkoelen in de exsiccator en weeg tot op 1 mg nauwkeurig.

Monsters die in hoofdzaak bestaan uit vet, worden nogmaals in de stoof bij 105°C gedroogd gedurende 30 minuten.

Het verschil tussen de resultaten van beide wegingen mag niet meer bedragen dan 0,1% vocht.

4.2.2 GRAAN, MEEL, GRUTTEN EN GRIES

Weeg een vochtdoos met deksel op 0,5 mg nauwkeurig. Breng ongeveer 5 g van het fijngemaakte monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in de getarreeerde vochtdoos en spreid gelijkmatig uit. Plaats de vochtdoos zonder deksel in een vooraf op 130°C gebrachte droogstoof. Om te voorkomen dat de temperatuur te veel daalt, moet de vochtdoos zo snel mogelijk in de droogstoof gebracht worden.

Laat gedurende 2 uur drogen, gerekend vanaf het tijdstip dat de stoof weer op een temperatuur van 130°C is.

Sluit na het openen van de stoof de vochtdoos met het deksel, neem haar uit de stoof, laat gedurende 30 à 45 minuten afkoelen in de exsiccator en weeg tot op 1 mg nauwkeurig.

4.2.3 MENGVOEDERS MET EEN GEHALTE AAN SUIKERS, AFKOMSTIG VAN SACCHAROSE OF VAN LACTOSE, VAN MEER DAN 4%, ALSMEDE DE VOLGENDE ENKELVOUDIGE VEEVOEDERS: JOHANNISBROODSCHROOT, GEHYDROLYSEERDE GRAANPRODUCTEN, MOUTKIEMEN, SUIKERBIETENSNIJDELS, VISSOLUBLES, SUIKER EN MENGVOEDERS DIE MEER DAN 25% KRISTALWATERHOUDENDE MINERALE ZOUTEN BEVATTEN

Weeg een vochtdoos met deksel op 0,5 mg nauwkeurig. Breng ongeveer 5 g van het fijngemaakte monster, tot op 1 mg nauwkeurig gewogen, in de getarreeerde vochtdoos en spreid gelijkmatig uit. Plaats de vochtdoos zonder deksel in de vooraf op 80 à 85°C gebrachte vacuümdroogstoof. Om te voorkomen dat de temperatuur te veel daalt, moet de vochtdoos zo snel mogelijk in de droogstoof gebracht worden. Stel de druk in op 10 cm kwik en droog het monster gedurende 4 uur bij die druk, hetzij onder toevoer van droge, warme lucht, hetzij met behulp van een droogmiddel (ongeveer 300 g voor 20 monsters). In het laatste geval wordt bij het bereiken van de voorgeschreven druk de verbinding met de vacuümpomp verbroken. Reken de droogtijd vanaf het tijdstip dat de droogstoof weer op een temperatuur van 80 à 85°C is. Laat na het beëindigen van de droogtijd de druk in de stoof voorzichtig weer komen op die van de buitenlucht.

Sluit na het openen van de vacuümdroogstoof de vochtdoos met het deksel, neem haar uit de stoof, laat gedurende 30 à 45 minuten afkoelen in de exsiccator en weeg vervolgens op 1 mg nauwkeurig. Droog nog gedurende 30 minuten onder vacuüm in de stoof bij 80 à 85°C en weeg

opnieuw. Het verschil tussen de resultaten van beide wegingen mag niet meer bedragen dan 0,1% vocht.

4.3 VOORDROGEN

4.3.1 VEEVOEDERS, MET UITZONDERING VAN DE VEEVOEDERS, VERMELD IN PUNT 4.3.2

Vaste veevoerders met een hoog gehalte aan vocht, die moeilijk fijn te maken zijn, worden als volgt voorgedroogd.

Breng 50 g van het ongemalen monster (geperste veevoerders of veevoerders in brokken zo nodig grof breken), op 10 mg nauwkeurig gewogen, in een geschikt voordroogrecipiënt. Droog in een stoof bij een temperatuur van 60 à 70°C, totdat het vochtgehalte is teruggebracht tot een waarde tussen 8% en 12%. Neem het recipiënt uit de droogstoof en laat onafgedekt gedurende 1 uur afkoelen in het laboratorium; weeg vervolgens op 10 mg nauwkeurig. Maak het monster onmiddellijk daarna fijn als beschreven onder 4.1.1 en droog, al naargelang de aard van het monster, als beschreven onder 4.2.1 of 4.2.3.

4.3.2 GRANEN

Granen met een vochtgehalte van meer dan 17% moeten als volgt worden voorgedroogd:

Breng 50 g van het ongemalen graan, op 10 mg nauwkeurig gewogen, in een geschikte voordroogrecipiënt. Droog in een stoof gedurende 5 à 7 minuten bij een temperatuur van 130°C.

Neem het recipiënt uit de droogstoof en laat onafgedekt gedurende 2 uur afkoelen in het laboratorium; weeg vervolgens op 10 mg nauwkeurig. Maal onmiddellijk daarna fijn als beschreven onder 4.1.2 en droog als beschreven onder 4.2.2.

5 BEREKENING VAN DE RESULTATEN

Het gehalte aan vocht in percenten van het monster wordt weergegeven door de volgende formules:

5.1 DROGEN ZONDER VOORDROGEN

$$\% \text{ vocht} = \frac{(m - m_0)}{m} \times 100$$

waarbij:

m: oorspronkelijke massa van het monster (in g);

m₀: massa van het gedroogde monster (in g).

5.2 DROGEN MET VOORDROGEN

$$\% \text{ vocht} = \left[\frac{(m_2 - m_0) \times m_1}{m_2} + m - m_1 \right] \times \frac{100}{m} = 100 \times \left(1 - \frac{m_1 \times m_0}{m \times m_2} \right)$$

waarbij:

m : oorspronkelijke massa van het monster (in g)

m_1 : massa van het monster na voordrogen (in g)

m_2 : massa van het monster na fijnmaken (in g)

m_0 : massa van het gedroogde monster (in g)

6 OPMERKING

Als het monster fijngemaakt moet worden en als dat een verandering van het vochtgehalte van het product tot gevolg heeft, dan moeten de analyseresultaten, die betrekking hebben op de bestanddelen van het veevoeder, omgerekend worden op het vochtgehalte van het oorspronkelijke monster.

Veevoeder - Totale fosfor

INHOUD

1	Principe	3
2	Ontsluitingsmethodes	3
3	Rapportering	4
4	Referentie	4

1 PRINCIPE

De analyses worden uitgevoerd op het verfijnde monster (< 1 mm) verkregen na monstervoorbehandeling zoals beschreven in BAM/deel 2/02.

Voor de bepaling van fosfor in veevoeder wordt het monster eerst gedestruueerd. Vervolgens wordt het fosforgehalte in de ontsluitingsoplossing bepaald.

De volgende analysemethodes zijn ontwikkeld binnen CEN/TC 327 en ISO TC 34/SC 10 *Animal feeding stuffs* en kunnen worden toegepast voor de bepaling van fosfor in veevoeder:

- a. ISO 6491:1998 *Animal feeding stuffs - Determination of phosphorus content – Spectrofotometric method*: deze methode beschrijft een ontsluiting, hetzij langs droge weg door verassing bij 550°C en digestie met HCl en HNO₃ op een verwarmplaat (organische veevoerders, vrij van fosfaten), hetzij langs natte weg door digestie met H₂SO₄ en HNO₃ (speciaal bij minerale stoffen en vloeibare veevoerders). De digestie-oplossing wordt behandeld met vanadaat-molybdaatreagens. De extinctie van de gevormde geelgekleurde oplossing wordt gemeten met behulp van een spectrofotometer bij 430 nm;
- b. NBN EN 15510:2008 *Animal feeding stuffs - Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium, potassium, iron, zinc, copper, manganese, cobalt, molybdenum, arsenic, lead and cadmium by ICP-AES* (idem ISO 27085:2009): deze methode beschrijft een ontsluiting, hetzij langs droge weg door verassing bij 450°C en digestie met HCl op een verwarmplaat (organische veevoerders, vrij van fosfaten), hetzij langs natte weg door digestie met HCl op een verwarmplaat (minerale stoffen en organische veevoerders met fosfaten). Het fosforgehalte wordt vervolgens gemeten met ICP-AES;
- c. NBN EN 15621:2012 *Animal feeding stuffs - Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium, potassium, sulphur, iron, zinc, copper, manganese and cobalt after pressure digestion by ICP-AES*: deze methode beschrijft een ontsluiting onder druk met een microgolfoven of met een hogedrukverasser. Als zuurmengsel wordt gebruik gemaakt van HNO₃/H₂O₂ of HNO₃. Het fosforgehalte wordt vervolgens gemeten met ICP-AES.

2 ONTSLUITINGSMETHODES

De ontsluitingsmethodes zoals beschreven in de bovenstaande normmethodes zijn van toepassing. Bijkomend kan de ontsluiting worden uitgevoerd met HNO₃/HCl, waarbij gebruik wordt gemaakt van een verwarmbare destructieblok met destructiebuizen voorzien van een compacte condensor.

Opmerking: Als alternatief kan voor de condensor een horlogeglas of een afsluitdop (vastdraaien en een halve slag terug losdraaien) worden gebruikt.

Weeg ongeveer 1 g vers of gedroogd analysemateriaal tot op 1 mg nauwkeurig in een destructiebuis. Voeg stapsgewijs 4 ml 14M HNO₃ en 12 ml 12M HCl toe.

Plaats de condensor op de destructiebuizen. Laat de destructiebuizen op kamertemperatuur staan om een trage reactie van het organisch materiaal mogelijk te maken. Voer vervolgens het destructieprogramma uit met stapsgewijze opwarming, bijvoorbeeld.:

- a. opwarmen in 20 minuten naar 45°C, 5 minuten bij 45°C;
- b. opwarmen in 10 minuten naar 65°C, 10 minuten bij 65°C;
- c. opwarmen naar 105°C, 120 minuten bij 105°C.

Leng aan met ultra puur water tot 50 ml.

Het fosforgehalte in de ontsluitingsoplossing wordt gemeten met ICP-AES volgens EN 15510 of EN 15621.

3 RAPPORTERING

Het gehalte aan totale fosfor wordt gerapporteerd in %P op vers monster.

4 REFERENTIE

- a. ISO 6491:1998 Animal feeding stuffs - Determination of phosphorus content - Spectrofotometric method.
- b. NBN EN 15510:2008 Animal feeding stuffs - Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium, potassium, iron, zinc, copper, manganese, cobalt, molybdenum, arsenic, lead and cadmium by ICP-AES (idem ISO 27085:2009).
- c. NBN EN 15621:2012 Animal feeding stuffs - Determination of calcium, sodium, phosphorus, magnesium, potassium, sulphur, iron, zinc, copper, manganese and cobalt after pressure digestion by ICP-AES.
- d. C. Vanhoof, F. Beutels, K. Duyssens en K. Tirez , *Evaluatie ontsluitingsmethode voor de bepaling van fosfor in veevoeder*, VITO rapport 2012/MANT/R/104.

Veevoeder - Ruw eiwit

INHOUD

1	Principe	3
2	Reagentia	3
3	Apparatuur	3
4	Werkwijze	4
4.1	<i>Ontsluiting</i>	4
4.2	<i>Destillatie</i>	4
4.3	<i>Titratie</i>	4
4.4	<i>Blancoproef</i>	4
5	Berekening van de resultaten	4
6	Referentie	5

1 PRINCIPE

Het gehalte aan ruw eiwit in diervoeders wordt bepaald op basis van het stikstofgehalte volgens de Kjeldahlmethode.

De analyses worden uitgevoerd op het verfijnde monster (< 1 mm) verkregen na monstervoorbehandeling zoals beschreven in BAM/deel 2/02.

Het monster wordt ontsloten met zwavelzuur in aanwezigheid van een katalysator. De zure oplossing wordt met een oplossing van natriumhydroxide basisch gemaakt. De ammoniak wordt overgedestilleerd en opgevangen in een geschikte absorptievloeistof, afhankelijk van de gekozen bepalingstechniek. De bepaling van het ammoniumgehalte kan uitgevoerd worden:

- door terugtitratie met een standaardoplossing van natriumhydroxide;
- volgens NBN EN ISO 11732:2005 Water quality -- Determination of ammonium nitrogen -- Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection;
- volgens ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method;
- volgens ISO 15923-1:2013 Water quality -- Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection.

Deze procedure beschrijft de titrimetrische methode.

2 REAGENTIA

- kaliumsulfaat, K_2SO_4 ;
- katalysator: koper(II)oxide (CuO) of koper(II)sulfaatpentahydraat ($CuSO_4 \cdot 5H_2O$). Ook andere voor deze bepaling geschikte commercieel beschikbare katalysatoren zijn toegestaan;
- zinkkorrels;
- zwavelzuur $\rho_{20} = 1,84$ g/ml;
- zwavelzuur $c(H_2SO_4) = 0,5$ mol/l;
- zwavelzuur $c(H_2SO_4) = 0,1$ mol/l;
- methylrood-indicator: 300 mg methylrood oplossen in 100 ml ethanol, $\sigma = 95-96\%$ (v/v);
- natriumhydroxide-oplossing (m/v: 40%), technische kwaliteit is voldoende, $\beta = 40$ g/100 ml (m/v: 40%);
- natriumhydroxide-oplossing, $c = 0,25$ mol/l;
- natriumhydroxide-oplossing, $c = 0,1$ mol/l;
- puimsteenkorrels, met zoutzuur gewassen en gegloeid;
- acetanilide (sm.p. = $114^\circ C$; N = 10,36%);
- saccharose (vrij van stikstof).

3 APPARATUUR

Apparatuur die geschikt is voor het uitvoeren van ontsluiting, destillatie en titratie volgens de Kjeldahlmethode.

4 WERKWIJZE

4.1 ONTSLUITING

Weeg van het monster 1 g af, op 0,001 g nauwkeurig en breng dat in het recipiënt van de ontsluitingsapparatuur. Voeg daaraan 15 g kaliumsulfaat toe, een geschikte hoeveelheid katalysator (0,3 tot 0,4 g koper(II)oxide of 0,9 tot 1,2 g koper(II)sulfaatpentahydraat), 25 ml zwavelzuur (ρ_{20}) en een paar puimsteenkorrels; meng het geheel. Verwarm het recipiënt eerst zacht onder af en toe zwenken, indien nodig, totdat de massa is verkoold en het schuim is verdwenen; verhit vervolgens krachtiger totdat de vloeistof regelmatig kookt. De verwarming is voldoende wanneer het kokende zuur tegen de wand van het recipiënt condenseert. Zorg ervoor dat de wand niet oververhit raakt en dat er geen organische stof aan gaat vastzitten. Kook nog twee uur nadat de oplossing helder en lichtgroen geworden is. Laat afkoelen.

4.2 DESTILLATIE

Voeg genoeg water toe om de sulfaten volledig op te lossen. Laat afkoelen, voeg enkele zinkkorrels toe.

Breng in de opvangkolf van de destillatieapparatuur een nauwkeurig afgemeten hoeveelheid van 25 ml zwavelzuur (0,5 mol/l of 0,1 mol/l), afhankelijk van het verwachte stikstofgehalte. Voeg enkele druppels methylrood toe.

Verbind het ontsluitingsrecipiënt met de koeler van het destillatieapparaat en zorg ervoor dat het uiteinde van de koelbuis zich ten minste 1 cm onder het vloeistofoppervlak in de opvangkolf bevindt. Giet langzaam 100 ml natriumhydroxideoplossing (40%) in het ontsluitingsrecipiënt, zonder ammoniakverlies.

Verwarm het recipiënt totdat alle ammoniak overgedestilleerd is.

4.3 TITRATIE

Titreer de overmaat zwavelzuur in de opvangkolf terug met natriumhydroxide-oplossing (0,25 mol/l of 0,1 mol/l) afhankelijk van de concentratie van het gebruikte zwavelzuur, totdat het eindpunt is bereikt.

4.4 BLANCOPROEF

Voer een blancoproef (ontsluiting, destillatie en titratie) uit met bijvoorbeeld 1 g saccharose in plaats van het monster.

5 BEREKENING VAN DE RESULTATEN

Bereken het gehalte aan ruw eiwit in % op vers monster met behulp van de volgende formule:

$$\frac{(V_0 - V_1) \times c \times 0,014 \times 100 \times 6,25}{m}$$

waarbij:

V_0 : volume (in ml) NaOH (0,25 mol/l of 0,1 mol/l) verbruikt in de blancoproef;

V_1 : volume (in ml) NaOH (0,25 mol/l of 0,1 mol/l) verbruikt bij de titratie van het monster;

c: concentratie (mol/l) natriumhydroxide (0,25 mol/l of 0,1 mol/l);

m: massa (in g) van het monster.

6 REFERENTIE

- a. ISO 5983-1 Animal feeding stuffs - Determination of nitrogen content and calculation of crude protein content - Part 1: Kjeldahl method.
- b. NBN EN ISO 11732:2005 Water quality - Determination of ammonium nitrogen - Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection.
- c. ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method.
- d. ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection.
- e. NEN 6604:2007 Water - Bepaling van het gehalte aan ammonium, nitraat, nitriet, chloride, ortho-fosfaat, sulfaat en silicaat met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie.

Veevoeder - Rapportering

1 ALGEMEEN

De rapportering wordt uitgevoerd overeenkomstig BAM/deel 8/20. Het monsternameverslag opgemaakt op basis van de veldregistraties (monsternameformulier) wordt toegevoegd aan het analyseverslag of in het analyseverslag verwerkt.

Onverminderd de bepalingen van BAM/deel 8/20 moeten de volgende gegevens moeten vermeld worden op het analyserapport:

- a. briefpapier van het laboratorium met minimaal vermelding van naam, adres, telefoon, e-mail;
- b. uniek rapportnummer;
- c. uniek nummer monster en, indien van toepassing, nummer monster toegekend door de mestbank (indien van toepassing);
- d. datum van de monstername;
- e. naam van de monsternemer. Als het laboratorium specifieke identificatienummers hanteert voor zijn monsternemers, wordt dat nummer eveneens op het verslag vermeld. Als het monster niet genomen is door een monsternemer verbonden aan het laboratorium, moet dat uitdrukkelijk vermeld worden op het analyserapport;
- f. opdrachtgever aanwezig bij de monstername (J/N);
- g. omschrijving van de plaats van monstername (bijvoorbeeld loods, verpakking, transport ...);
- h. het type krachtvoeder (+ leverancier of producent met hun erkenningsnummer of registratienummer door het FAVV toegekend) of type ruwvoeder;
- i. diercategorie waarvoor het voeder bestemd is, indien gekend;
- j. datum waarop het monster door het laboratorium is ontvangen;
- k. datum waarop het monster voor analyse in bewerking is genomen;
- l. datum waarop het rapport is verzonden;
- m. naam en handtekening van de verantwoordelijke van het laboratorium (mag eventueel digitaal);
- n. naam en adres van degene aan wie het rapport bezorgd wordt.

2 EENHEDEN

Vochtgehalte:	in %
Eiwitgehalte:	in %
Totale fosfor:	in %

Vloeibare dierlijke mest - Toepassingsgebied

De methodes hebben betrekking op de bemonstering en analyse van vloeibare dierlijke mest zoals bepaald in het decreet van 22 december 2006 houdende de bescherming van water tegen verontreiniging door nitraten uit agrarische bronnen (hierna het Mestdecreet te noemen) en zijn uitvoeringsbesluiten.

Onder “dierlijke mest” worden zowel de excrementen van vee (al dan niet vermengd met strooisel) verstaan, als alle tussen- of eindproducten die het resultaat zijn van een fysisch, chemisch of microbiologisch (productie)proces waarin de excrement van vee (al dan niet vermengd met strooisel) betrokken zijn, ongeacht het aandeel ervan.

De ruwe, onbehandelde excrementen van vee (al dan niet vermengd met strooisel) worden hierna “mest” genoemd. Alle eind- en tussenproducten die het resultaat zijn van een fysisch, chemisch of microbiologisch (productie)proces waarin mest een grondstof was, worden hierna “behandelde mest” genoemd.

Onder “vloeibare” dierlijke mest wordt verstaan:

1. vloeibare mest met een drogestofgehalte kleiner dan 30%;
2. vloeibare behandelde mest met een drogestofgehalte kleiner dan 15%.

Voor de bemonstering van vloeibare mest uit mestkelders en bij (simulatie van) mesttransport zijn de methodes zoals beschreven in BAM/deel 3/01- A en BAM/deel 3/01-B van toepassing. Voor de bemonstering van vloeibare behandelde mest en vloeibare mest uit een externe mestopslag (bassins, lagunes, silo's ...) zijn de methodes zoals beschreven in CMA¹ of WAC² van toepassing met inachtnaam van BAM/deel 3/01-C.

Voor de monstervoorbehandeling van vloeibare mest zijn de methodes zoals beschreven in BAM van toepassing. Monsters met een drogestofgehalte tussen 15 en 30% kunnen zowel ingedeeld worden bij de vloeibare mest als bij de vaste mest. Het indelen van het geleverde laboratoriummonster in het betreffende matrixtype en de daarbij horende monstervoorbehandeling kan uitgevoerd worden op basis van het geschatte drogestofgehalte in combinatie met een visuele beoordeling. De fysische toestand op basis van de visuele waarneming is echter determinerend voor het uitvoeren van de monstervoorbehandeling.

Voor de monstervoorbehandeling van vloeibare behandelde mest zijn de methodes zoals beschreven in CMA van toepassing met inachtnaam van BAM/deel 3/02.

Voor de analyse van vloeibare mest zijn de methodes zoals beschreven in BAM van toepassing. Voor de analyse van vloeibare behandelde mest mogen zowel de BAM- als CMA-methodes toegepast worden. Als de CMA-methodes voor analyse toegepast worden, moeten de resultaten omgerekend worden naar de eenheden zoals voorgeschreven in de overeenkomstige BAM-methodes.

In de onderstaande tabel is een overzicht gegeven van de toe te passen methodes voor monstervoorbehandeling en analyse in functie van de matrix:

¹ Compendium voor monsterneming en analyse ter uitvoering van het Materialendecreet en het Bodemdecreet (<https://emis.vito.be/nl/referentielabo-ovam>)

² Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (<https://emis.vito.be/nl/lne-erkenningen-water>)

Parameter	Methodes voor vloeibare mest	Methodes voor vloeibare behandelde mest
Monstervoorbehandeling	BAM/deel 3/02	CMA/5/B.1 en BAM/deel 3/02
Drogestofgehalte	BAM/deel 3/03	BAM/deel 3/03 (of CMA/2/IV/1)
Total fosfor	BAM/deel 3/04	BAM/deel 3/04 (of CMA/2/IV/19)
Ammoniumstikstof	BAM/deel 3/05	BAM/deel 3/05 (of CMA/2/IV/6 §5.8 + CMA/2/IV/7)
Totale stikstof	BAM/deel 3/06	BAM/deel3/06 en CMA/2/IV/4

Het uitvoerend laboratorium moet erop toezien dat de bemonstering of analyse steeds volgens de beschreven methodologie gebeurt en draagt daarvoor ook de verantwoordelijkheid.

Vloeibare mest - Bemonstering van mestkelders en bij gesimuleerd mesttransport

INHOUD

1	Principe en toepassingsgebied	3
2	Hygiënemaatregelen	3
3	Apparatuur en materiaal	3
4	Bemonstering van een mestkelder	4
4.1	<i>Toepassingsgebied</i>	4
4.2	<i>Veiligheid</i>	4
4.3	<i>Verdeling van de bemonsteringspunten</i>	5
4.4	<i>Uitvoering</i>	6
5	Bemonstering bij gesimuleerd mesttransport	7
5.1	<i>Toepassingsgebied</i>	7
5.2	<i>Praktische uitvoering</i>	7
6	Identificatie van de monsters	8
7	Monsterconservering	9

1 PRINCIPE EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft de monsternamen van vloeibare mest uit mestkelders en bij simulatie van een transport via verpompen/verzetten van mest. Het doel er van is het verkrijgen van een representatief laboratoriummonster.

De volgende opmerkingen moeten in acht genomen worden:

- a. een monsternamen van vloeibare varkensmest of mengelingen met vloeibare varkensmest mag enkel uitgevoerd worden bij mesttransport zoals beschreven in BAM/deel 3/01-B. De procedure voor bemonstering bij simulatie van een mesttransport (tapmonster), zoals beschreven in punt 5, mag als alternatief daarvoor toegepast worden. Die procedure mag echter enkel toegepast worden door een VLAREL-erkend laboratorium in de discipline mest voor het pakket M-M1;
- b. monsternamen van vloeibare varkensmest uit de mestkelder (putmonster) overeenkomstig punt 4 wordt enkel toegestaan bij een stockbepaling;
- c. mestmonsters moeten, bij voorkeur op de dag van ontvangst op het laboratorium en ten laatste bij aanvang van de analyse, gemeld worden aan de Vlaamse Landmaatschappij via de SMIL-applicatie¹.

2 HYGIËNEMAATREGELEN

Bij bemonstering moeten de sanitaire voorschriften die gelden op het bedrijf op aangeven van de opdrachtgever worden nageleefd (bijvoorbeeld laarzen door ontsmettend bad, gebruik van overalls ter plaatse, douchen).

Zowel de beschermkledij (overall, schoeisel ...) als al het materiaal voor de monsternamen moeten zuiver zijn bij het betreden van het bedrijf om cross-contaminatie vanuit eerder bezochte bedrijven te voorkomen.

3 APPARATUUR EN MATERIAAL

De apparatuur en benodigdheden moeten zoveel mogelijk bestaan uit materialen die inert zijn ten aanzien van de te analyseren component(en). Ze moeten goed onderhouden en schoon zijn zodat de representativiteit van de monsternamen niet nadelig wordt beïnvloed. De apparatuur en benodigdheden moeten regelmatig mechanisch of chemisch worden gereinigd. Het ontstaan van bijvoorbeeld doffe of verkleurde vlekken kan een signaal zijn dat het hulpmiddel niet meer geschikt is voor monsternamen.

Vereist materiaal:

- a. gps-logger of ander toestel met ingebouwde gps-functie voor het registreren van coördinaten in WGS84-formaat, in decimale graden tot op 5 decimalen;

¹ Staalnamen Melding Internet Loket (<https://www.vlm.be/nl/doelgroepen/laboratoria-en-staalnemers/SMIL>)

- b. lekdicht afsluitbare recipiënten voor het laboratoriummonster, met een volume van minstens:
 - 500 ml in geval van monsternamen overeenkomstig punt 4 (putmonster);
 - 0,8 - 1 liter in geval van monsternamen overeenkomstig punt 5 (tapmonster). Als het monsternametoestel een tapmonster van meer dan 650 ml genereert moet het volume van het recipiënt daaraan aangepast zijn zodanig dat voorzien wordt in ongeveer 20% headspace. Daarvan mag afgeweken worden in geval van automatische monsternametoestellen die met specifieke recipiënten werken. Monsterreductie is niet toegestaan bij het nemen van een tapmonster;
- c. persoonlijke beschermingsmiddelen;
- d. emmers in PE of RVS als verzamelemmer;
- e. pollepel;
- f. koelboxen met voldoende diepgevroren koelelementen of koelinstallatie om gekoeld transport van monsters te garanderen;
- g. specifiek voor de bemonstering van mestkelders zoals beschreven in punt 4: vloeistoflagen-monsternemer met een minimale interne diameter van 2,5 cm en een lengte van minimaal 2 meter;
- h. specifiek voor de bemonstering bij gesimuleerd mesttransport zoals beschreven in punt 5: mobiel zijbuisapparaat of een bemonsteringsapparaat opgenomen op de lijst "Bemonsteringsapparatuur voor monsternamen van vloeibare mest bij mesttransport"². Aftapkranen op de vulleidingen zijn niet toegestaan.

4 BEMONSTERING VAN EEN MESTKELDER

4.1 TOEPASSINGSGEBIED

Deze methode is enkel toegestaan voor het bemonsteren van rundveemest en bij monsternamen in het kader van een stockbepaling van varkensmest.

4.2 VEILIGHEID

Tijdens de opslag van vloeibare dierlijke mest in de mestkelder treedt ontmenging op. Bij rundveemest ontstaat een drijfslaag, terwijl bij varkens- en kippenmest een bezinksellaag wordt gevormd. Om tot een homogene partij vloeibare dierlijke mest te komen, worden soms roer- of menginstallaties gebruikt. In zulk geval moet de duurtijd van het mengen voorafgaand aan de monsternamen genoteerd worden. Zeker tijdens het mengen, maar ook in stallen boven ongemengde mestputten, kunnen gassen vrijkomen die in de mest worden gevormd tijdens de opslag. Die gassen kunnen zich opstapelen in minder geventileerde zones in de stal en sommige daarvan zijn giftig (H_2S , NH_3) of ontvlambaar (CH_4). Er ontstaat dan gevaar voor verstikking of explosie. Een maximale ventilatie is daarom absoluut noodzakelijk. Verblijf tijdens het mengen niet in de nabijheid van het pompgat of slecht verluchte ruimtes in de stal. Ook bij niet-mengen bestaat dit gevaar; hou er ook rekening mee dat sommige gassen zwaarder zijn dan lucht en in hogere concentraties aanwezig zijn op lage hoogte.

² www.vlm.be > Bemonsteringsapparatuur voor monsternamen van vloeibare mest bij mesttransport

4.3 VERDELING VAN DE BEMONSTERINGSPUNTEN

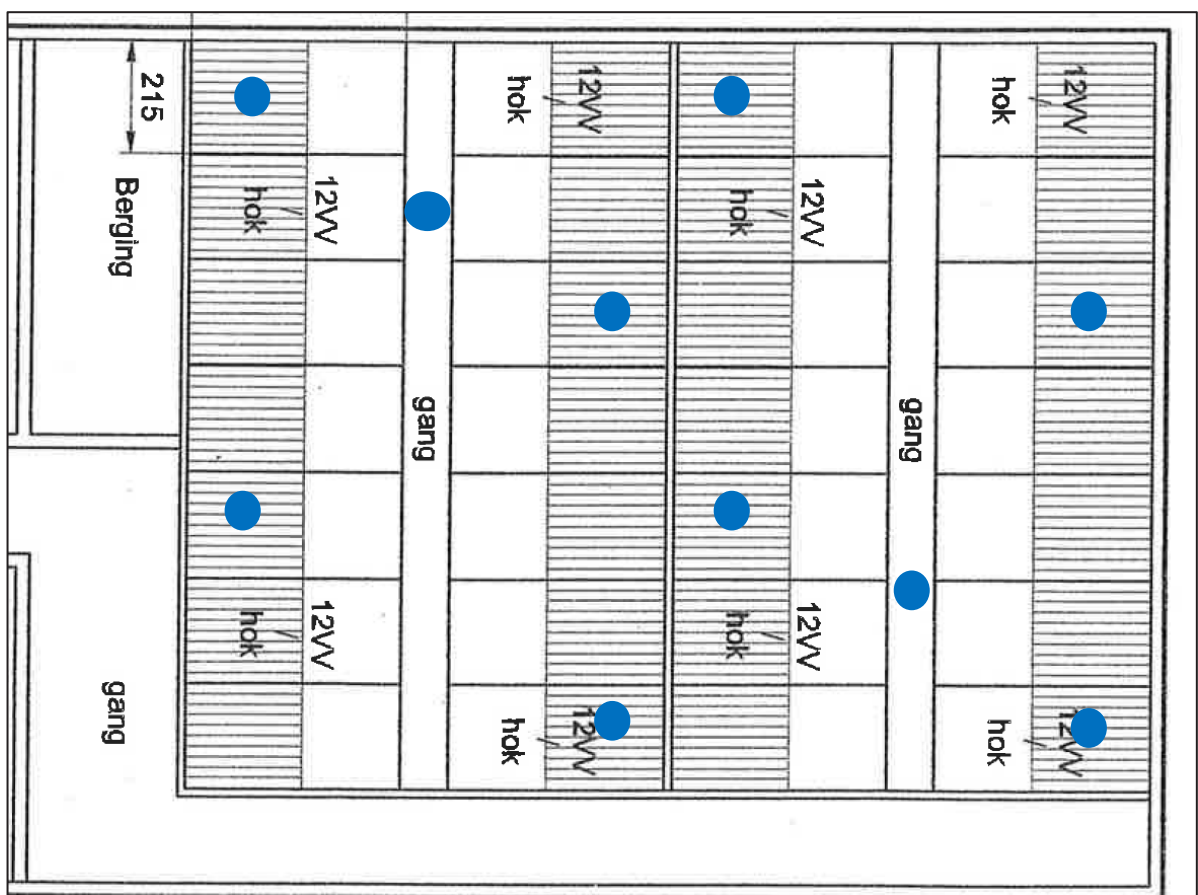
Monsters worden steeds genomen a rato van één laboratoriummonster per kelder. Er mogen bij de monsternamen dus geen mengmonsters genomen of gemaakt worden noch mag binnen één monsternamen meer dan één kelder bemonsterd worden.

Om de heterogeniteit van de partij te ondervangen moeten minstens tien steekmonsters genomen worden verspreid over de volledige kelder. Het is aan te bevelen om de kelder mechanisch te mengen voorafgaand aan de monsternamen.

Bij het kiezen van de plaatsen waar een steekmonster wordt genomen, wordt rekening gehouden met de volgende richtlijnen:

- als in de stal meerdere diersoorten of gewichtsklassen aanwezig zijn, moet het aantal steken zo verdeeld worden dat de relatieve verhouding daarvan gereflecteerd wordt in het monster;
- er moeten twee steekmonsters worden genomen in de dienstgangen tussen de afdelingen of compartimenten als die onderkelderde en bereikbaar zijn;
- er mogen geen steekmonsters genomen worden ter hoogte van drinknippels, schrobputjes, pompgaten, voederbakken of andere plaatsen waar de samenstelling mogelijk niet representatief is als gevolg van insijpelend water, extra beluchting enzoverder.

Een voorbeeld van een correcte verdeling van de bemonsteringspunten wordt gegeven in Figuur 1.



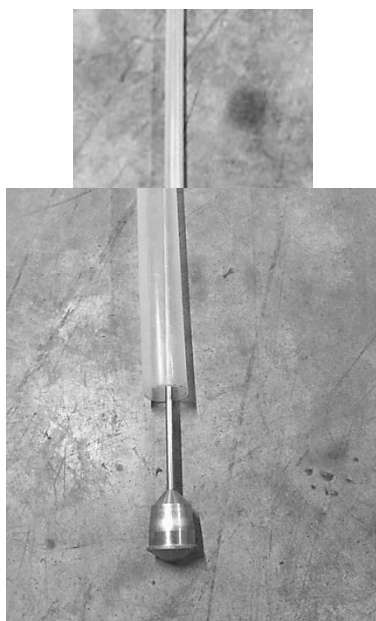
Figuur 1: voorbeeld van een verdeling van bemonsteringspunten over de volledige stal

4.4 UITVOERING

De bemonstering wordt uitgevoerd door de roosters of, als de roosterspleten onvoldoende breed zijn, na het opheffen van de rooster of door speciaal aangebrachte openingen in de rooster. In geen geval mag een stijgbuis met een kleinere diameter gebruikt worden of mogen er monsters genomen worden door het pompgat.

Soms wordt bij het legen van een mestkelder de vastere bezinklaag niet verwijderd. In zulke gevallen mag die niet mee bemonsterd worden. Als die bezinklaag wel verwijderd wordt, moet die ook mee bemonsterd worden. Of de onderste laag al dan niet mee bemonsterd moet worden, moet voorafgaand aan de monsternamen afgesproken worden met de opdrachtgever en vermeld worden op het monsternamenformulier.

Voor de bemonstering van de mest in de mestkelder wordt de niet-afgesloten stijgbuis (zie Figuur 3) tot op de bodem van de put gestoken. Dat moet langzaam gebeuren, zodat alle lagen in de put bemonsterd worden. Haal, als de onderste laag niet bemonsterd moet worden, de buis omhoog tot op de gevraagde hoogte. Sluit de buis af door de stop in de buisopening te trekken. Trek de buis uit de put en ledig ze in een verzamelemmer. In voorkomend geval kan voor de bemonstering in een mestkelder ook gebruik worden gemaakt van een multisampler³.



Figuur 2: stangbediende vloeistoflagenmonsternemer

Indien gewenst mag een monsterreductie uitgevoerd worden tot ongeveer 500 ml. Daarbij moet voldoende aandacht geschonken worden aan het mengen van het veldmonster om uitzakken tijdens het deelbemonsteren te vermijden.

³ Zie CMA/1/A.16 Monsternemingstechnieken vloeistoffen (<https://emis.vito.be/nl/referentielabo-ovam>)

5 BEMONSTERING BIJ GESIMULEERD MESTTRANSPORT

5.1 TOEPASSINGSGEBIED

Het is toegelaten om transport te simuleren door de mest over te pompen of via een aalton te verzetten naar een andere mestopslag zoals bijvoorbeeld een externe tank, een andere mestkelder of een ander compartiment in de stal. Die werkwijze mag enkel toegepast worden met uitdrukkelijke toestemming van de opdrachtgever. De opdrachtgever moet bovendien bepalen naar welke andere mestopslag de mest moet worden overgebracht.

De mest mag gedurende de simulatie in geen geval terug in dezelfde mestopslag gebracht worden als die waaruit hij opgepompt wordt.

Wanneer transport gesimuleerd wordt, moeten minstens 2 tapmonsters genomen worden. Het eerste tapmonster mag pas genomen worden na uitpompen van minimum 20 m³ mest. Tussen 2 tapmonsters in moet er ook minstens 20 m³ mest doorgepompt worden alvorens een tweede tapmonster te nemen. Als de mest rechtstreeks overgepompt wordt naar een andere opslag, moeten de verschillende deelgrepen die één tapmonster vormen, genomen worden over een tijdspanne die overeenkomt met het verpompen van minstens 20 m³ mest. Als het verzet naar de andere opslag gebeurt door middel van een aalton, worden de verschillende deelgrepen die één tapmonster vormen, regelmatig verdeeld over de totale laadtijd die nodig is om minstens 20 m³ te verzetten.

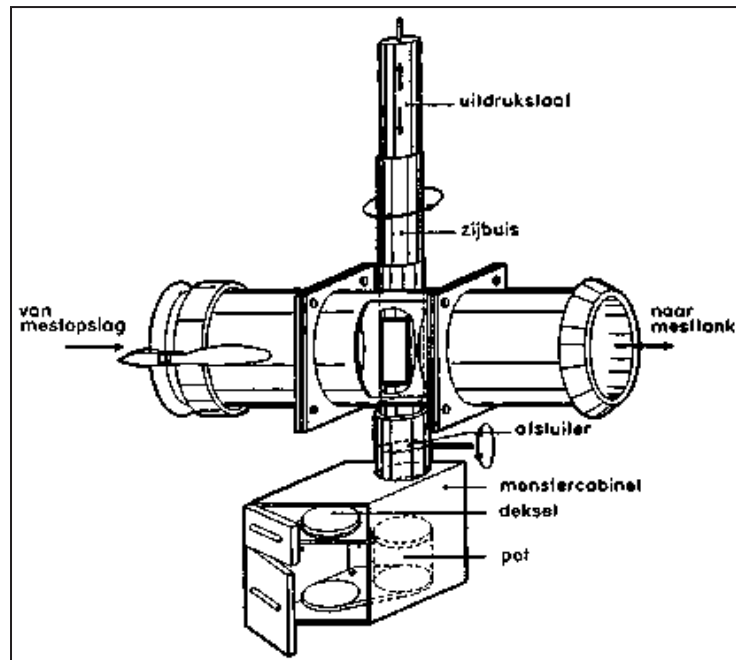
5.2 PRAKTISCHE UITVOERING

De bemonstering gebeurt door het handmatig of geautomatiseerd nemen van een tapmonster met behulp van een bemonsteringsapparaat. Hieronder wordt de monsternamen beschreven met een manueel zijbuisapparaat. Voor andere toestellen wordt verwezen naar de handleiding van de fabrikant.

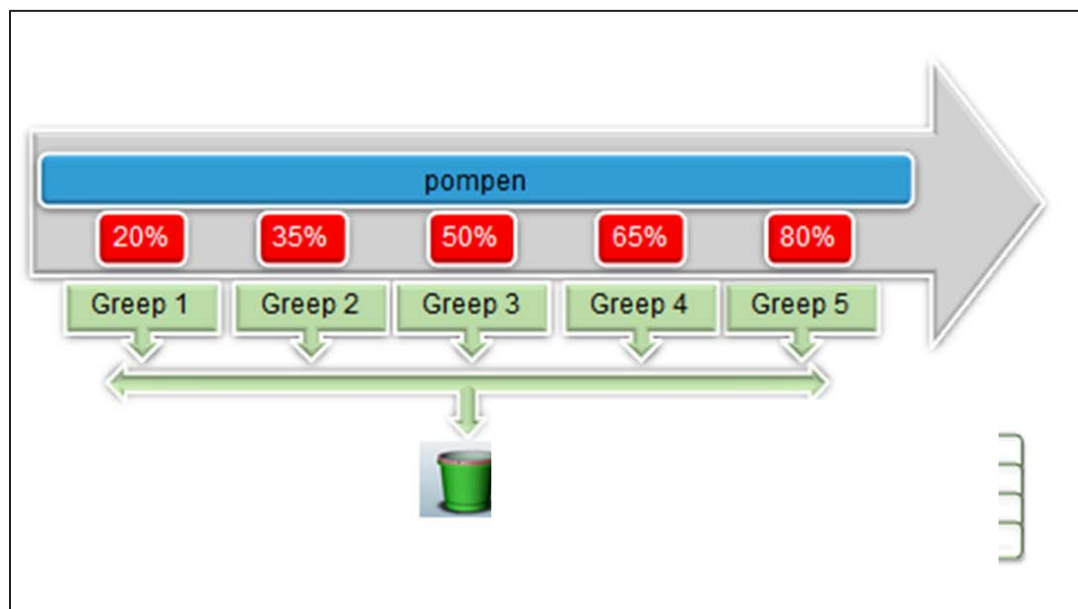
Het zijbuisapparaat (Figuur 3) wordt gevormd door twee nauw in elkaar passende en deels opengewerkte buizen. De monsterkamer wordt aan de bovenzijde begrensd door de uitdrukstaaf en aan de onderzijde door een afsluiter. Door een draaiende beweging neemt de holle, gedeeltelijk opengewerkte buis een portie mest uit de meststroom. Na het openen van de afsluiter onderaan de buis drukt de uitdrukstaaf de mest in het monsternamereciënt.

Bij het handmatig nemen van een monster worden de bedieningshandels in de beginpositie gezet, dat is de uitdrukstaaf opgetrokken, de zijbuis met de opening van de meststroom afgewend en de kogelkraan gesloten. Onder de uitstroomopening wordt een monsternamereciënt geplaatst. De zijbuis wordt een hele slag rondgedraaid tegen de stroomrichting van de mest in. De kogelkraan wordt geopend en de uitdrukstaaf wordt volledig naar beneden bewogen. Vervolgens wordt de uitdrukstaaf opgetrokken en de kogelkraan gesloten.

Het tapmonster wordt genomen door, regelmatig verdeeld over de tijd die nodig is voor het verpompen/verzetten van minstens 20 m³ mest (zie Figuur 4), vijfmaal een hoeveelheid mest af te tappen. Gedurende de bemonstering zijn alle andere in- of uitstroomopeningen noodzakelijkerwijs gesloten. Het tapmonster wordt opgevangen in een droog, schoon, leeg en voldoende groot monsternamereciënt. Het volledige tapmonster geldt als laboratoriummonster. Er mag geen monsterreductie uitgevoerd worden. Het monstervolume bedraagt minimaal 650ml. Indien nodig moet het aantal deelgrepen vergroot worden.



Figuur 3: zijbuisapparaat voor bemonstering van mest bij transport



Figuur 4: monsternamen bij gesimuleerd transport: verdeling van de grepen over de tijd die nodig is voor het verpompen/verzetten van minstens 20 m³ mest

6 IDENTIFICATIE VAN DE MONSTERS

De labeling (nummer, barcode, ...) van het laboratoriummonster moet eenduidig zijn zodat achteraf geen misverstanden kunnen ontstaan over de herkomst van het monster.

Gegevens over de monsternamen worden gerapporteerd overeenkomstig BAM/deel 8/20. Onverminderd de bepalingen van BAM/deel 8/20 moeten de volgende gegevens vermeld worden op het (digitale) monsternamenformulier dat het monster begeleidt:

- a. opdrachtgever, adres, landbouwnummer en exploitatienummer;
- b. opdrachtgever of derden aanwezig bij de monsternamen;
- c. naam van de monsternemer. Als het laboratorium specifieke identificatienummers hanteert voor zijn monsternemers, wordt dat nummer eveneens vermeld. Als het monster niet genomen is door een monsternemer verbonden aan het laboratorium, moet dat uitdrukkelijk vermeld worden;
- d. datum en uur van de monsternamen;
- e. eigen monsternummer of monstercodering;
- f. type mest (bijvoorbeeld zeugenmengmest, vleesvarkensmengmest, kalvergier ...). Daarvoor moet gebruik gemaakt worden van de mestcodes die door de Vlaamse Landmaatschappij gebruikt worden en zoals opgenomen in SMIL;
- g. de gps-coördinaten in WGS84-formaat, in decimale graden tot op 5 decimalen, van de stal of mestopslag. Die coördinaten moeten ter plaatse bepaald worden met een gps-toestel;
- h. omschrijving van de bemonsterde mestopslag (bijvoorbeeld mestkelder, mestsilo ...);
- i. het geschatte mestvolume in de mestkelder/mestopslag. Als alternatief mag voor het inschatten van het volume van een mestkelder ook de hoogte van de mest in de mestkelder bepaald worden met een peilstok en samen met de diepte van de mestkelder genoteerd worden;
- j. de gebruikte monsternamen-apparatuur (vloeistoflagenmeter, (automatisch) zijbuisapparaat);
- k. bij een bemonstering van een mestkelder:
 - schets met verdeling van de bemonsteringspunten over de kelder als niet conform de voorgeschreven procedure bemonsterd werd;
 - volume van het veld- en laboratoriummonster als monsterreductie in situ toegepast werd;bij simulatie van mesttransport:
 - of dat is gebeurd door verpompen of door verzet met een aalton. In het laatste geval wordt ook het volume van de aalton genoteerd;
 - het aantal deelgrepen dat nodig is om het minimaal vereiste monstervolume van 650 ml te verkrijgen;
- l. belangrijke opmerkingen en/of afwijkingen die een invloed kunnen hebben op de interpretatie van het analyseresultaat.

Het monsterbeheersysteem van het laboratorium moet toelaten om achteraf iedere informatie over een individueel monster eenduidig te traceren.

7 MONSTERCONSERVERING

- Het monster wordt onmiddellijk na de bemonstering gekoeld (5 ± 3)°C bewaard. Alle transporten moeten gekoeld gebeuren (met koelbox of koeling in de wagen).
- Bij bewaring moet de koeling traceerbaar zijn.
- Het monster moet ten laatste de zevende dag na de monsternamen in bewerking genomen worden voor analyse.

Vloeibare mest - Bemonstering bij mesttransport

INHOUD

1	Principe en toepassingsgebied	3
2	Hygiënemaatregelen	3
3	Apparatuur en materiaal	3
4	Bemonstering bij transport	4
5	Identificatie van de monsters	6
6	Monsterconservering	6

1 PRINCIPE EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft de monstername van vloeibare mest bij een effectief uitgevoerd mesttransport. Het doel ervan is het verkrijgen van een representatief laboratoriummonster.

De volgende opmerkingen moeten in acht genomen worden:

- a. een monstername van vloeibare varkensmest of mengelingen met vloeibare varkensmest mag enkel uitgevoerd worden bij mesttransport zoals beschreven in deze procedure. De procedure voor bemonstering bij simulatie van een mesttransport, zoals beschreven in BAM/deel 3/01-A, punt 5, mag als alternatief daarvoor toegepast worden. Die procedure mag echter enkel toegepast worden door een VLAREL-erkend laboratorium in de discipline mest voor het pakket M-M1;
- b. er mag geen gebruik gemaakt worden van een turbolader als de vracht bemonsterd wordt;
- c. mestmonsters moeten, bij voorkeur op de dag van ontvangst op het laboratorium en ten laatste bij aanvang van de analyse, gemeld worden aan de Vlaamse Landmaatschappij via de SMIL-applicatie¹.

2 HYGIËNEMAATREGELEN

Bij bemonstering moeten de sanitaire voorschriften die gelden op het bedrijf op aangeven van de opdrachtgever worden nageleefd (bijvoorbeeld laarzen door ontsmettend bad, gebruik van overalls ter plaatse, douchen ...).

Zowel de beschermkledij (overall, schoeisel ...) als al het materiaal voor de monstername moeten zuiver zijn bij het betreden van het bedrijf om cross-contaminatie vanuit eerder bezochte bedrijven te voorkomen.

3 APPARATUUR EN MATERIAAL

De apparatuur en benodigdheden moeten zoveel mogelijk bestaan uit materialen die inert zijn ten aanzien van de te analyseren component(en). Ze moeten goed onderhouden en schoon zijn zodat de representativiteit van de monstername niet nadelig wordt beïnvloed. De apparatuur en benodigdheden moeten regelmatig mechanisch of chemisch worden gereinigd. Het ontstaan van bijvoorbeeld doffe of verkleurde vlekken kan een signaal zijn dat het hulpmiddel niet meer geschikt is voor monstername.

Vereist materiaal:

- a. gps-logger of enig ander toestel met ingebouwde gps-functie voor het registreren van coördinaten in WGS84-formaat, in decimale graden tot op 5 decimalen;
- b. lekdicht afsluitbare recipiënten voor het laboratoriummonster, met een volume van minstens 0,8 - 1 liter. Als het monsternametoestel een tapmonster van meer dan 650 ml genereert, moet het volume van het recipiënt daaraan aangepast zijn zodanig dat voorzien

¹ Staalname Melding Internet Loket (<https://www.vlm.be/nl/doelgroepen/laboratoria-en-staalnemers/SMIL>)

wordt in ongeveer 20% headspace. Daarvan mag afgeweken worden in geval van automatische monsternamapparaten die met specifieke recipiënten werken. Monsterreductie is niet toegestaan bij het nemen van een tapmonster;

- c. persoonlijke beschermingsmiddelen;
 - d. koelboxen met voldoende diepgevroren koelelementen of koelinstallatie om gekoeld transport van monsters te garanderen;
 - e. mobiel zijbuisapparaat of bemonsteringsapparaat opgenomen op de lijst “Bemonsteringsapparatuur voor monsternam van vloeibare mest bij mesttransport”².
- Aftapkranen op de vulleidingen zijn niet toegestaan.

4 BEMONSTERING BIJ TRANSPORT

De bemonstering mag enkel uitgevoerd worden bij het laden van een vracht waarbij een vracht bestaat uit minimaal 20 m³ mest.

De bemonstering gebeurt door het handmatig of geautomatiseerd nemen van een tapmonster met behulp van een bemonsteringsapparaat. Hieronder wordt de monsternam beschreven met een manueel zijbuis toestel. Voor andere toestellen wordt verwezen naar de handleiding van de fabrikant.

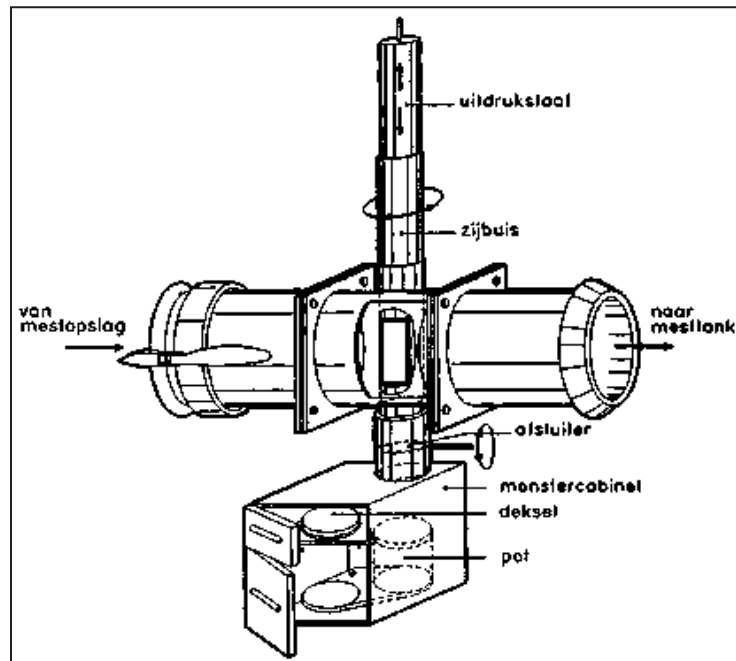
Het zijbuisapparaat (Figuur 1) wordt gevormd door twee nauw in elkaar passende en deels opengewerkte buizen. De monsterkamer wordt aan de bovenzijde begrensd door de uitdrukstaaf en aan de onderzijde door een afsluiter. Door een draaiende beweging neemt de holle, gedeeltelijk opengewerkte buis een portie mest uit de meststroom naar de transporttank. Na het openen van de afsluiter onderaan de buis drukt de uitdrukstaaf de mest in het monsternam recipiënt.

Bij het handmatig nemen van een monster worden de bedieningshandels in de beginpositie gezet, dat is de uitdrukstaaf opgetrokken, de zijbuis met de opening van de meststroom afgewend en de kogelkraan gesloten. Onder de uitstroomopening wordt een monsternam recipiënt geplaatst. De zijbuis wordt een hele slag rond gedraaid tegen de stroomrichting van de mest in. De kogelkraan wordt geopend en de uitdrukstaaf wordt volledig naar beneden bewogen. Vervolgens wordt de uitdrukstaaf opgetrokken en de kogelkraan gesloten.

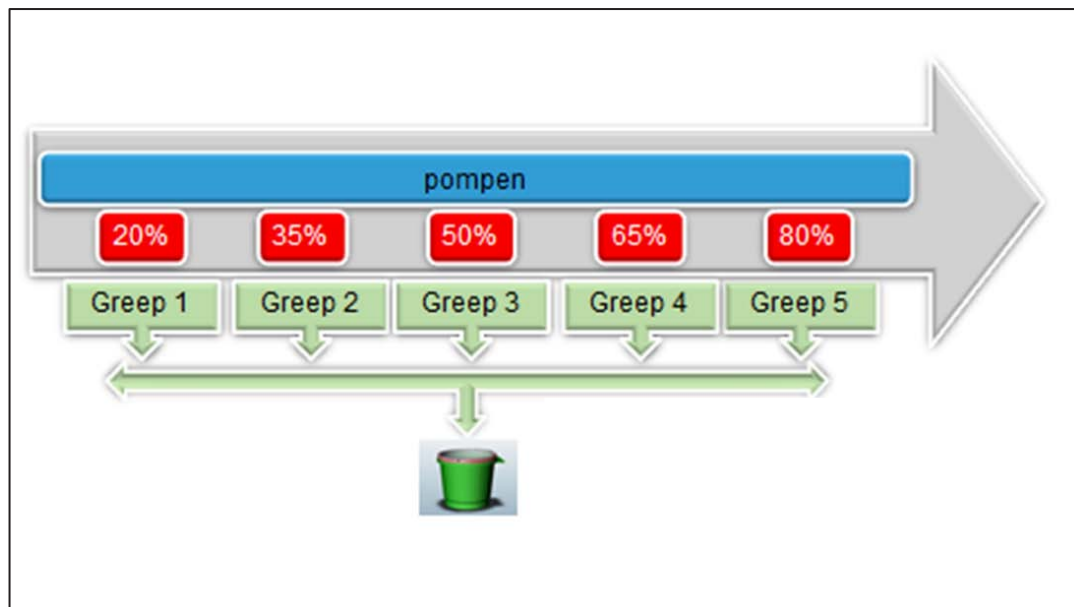
Het tapmonster wordt genomen door, regelmatig verdeeld over de laadtijd van de tankwagen (zie Figuur 2), vijfmaal een hoeveelheid mest af te tappen. Gedurende de bemonstering zijn alle andere in- of uitstroomopeningen noodzakelijkerwijs gesloten. Het tapmonster wordt opgevangen in een droog, schoon, leeg en voldoende groot monsternam recipiënt. Het volledige tapmonster geldt als laboratoriummonster. Er mag geen monsterreductie uitgevoerd worden.

Het volume van de vracht, het aantal deelgrepen en de totale laadtijd worden genoteerd op het monsternam formulier. Het monstervolume bedraagt minimaal 650ml. Indien nodig moet het aantal deelgrepen vergroot worden.

² www.vlm.be > Bemonsteringsapparatuur voor monsternam van vloeibare mest bij mesttransport



Figuur 1: zijbuisapparaat voor bemonstering van mest bij transport



Figuur 2: monsternamen bij transport: voorbeeld van verdeling van de grepen over de volledige lading

5 IDENTIFICATIE VAN DE MONSTERS

De labeling (nummer, barcode ...) van het monster moet eenduidig zijn zodat achteraf geen misverstanden kunnen ontstaan over de herkomst van het monster.

Gegevens over de monstername worden gerapporteerd overeenkomstig BAM/deel 8/20. Onverminderd de bepalingen van BAM/deel 8/20 moeten de volgende gegevens vermeld worden op het (digitale) monsternamiformulier dat het monster begeleidt:

- a. opdrachtgever, adres, landbouwnummer en exploitatienummer;
- b. opdrachtgever en/of derden aanwezig bij de monstername;
- c. referentie van mestafzetdocument MAD/burenregeling BR bij vrachtbemonstering;
- d. naam van de monsternemer. Als het laboratorium specifieke identificatienummers hanteert voor zijn monsternemers, wordt dat nummer eveneens op het verslag vermeld. Als het monster niet genomen is door een monsternemer verbonden aan het laboratorium, moet dat uitdrukkelijk vermeld worden;
- e. datum en uur van de monstername;
- f. eigen monsternummer of monstercodering;
- g. type mest (bijvoorbeeld zeugenmengmest, vleesvarkensmengmest, kalvergier ...). Daarvoor moet gebruik gemaakt worden van de mestcodes die door de Vlaamse Landmaatschappij gebruikt worden en zoals opgenomen in SMIL. Dezelfde omschrijving moet gebruikt worden als de omschrijving die gebruikt wordt op het MAD indien van toepassing;
- h. de gps-coördinaten in WGS84-formaat, in decimale graden tot op 5 decimalen, van de laad- en bemonsteringsplaats. Die coördinaten moeten ter plaatse bepaald worden met een gps-toestel;
- i. omschrijving van de bemonsterde mestopslag (bijvoorbeeld mestkelder, mestsilo ...);
- j. het geschatte mestvolume in de mestkelder/mestopslag. Als alternatief mag voor het inschatten van het volume van een mestkelder ook de hoogte van de mest in de mestkelder bepaald worden met een peilstok en samen met de diepte van de mestkelder genoteerd worden;
- k. de gebruikte monstername-apparatuur ((automatisch) zijbuisapparaat);
- l. rangorde van de bemonsterde vracht in de reeks van getransporteerde vrachten als over een periode van één of meerdere (aaneensluitende dagen) verschillende vrachten uit eenzelfde mestopslag getransporteerd worden (op basis van de informatie verstrekt door de opdrachtgever);
- m. het aantal deelgrepen dat nodig is om het minimaal vereiste monstervolume van 650 ml te verkrijgen;
- n. belangrijke opmerkingen of afwijkingen die een invloed kunnen hebben op de interpretatie van het analyseresultaat

Het monsterbeheersysteem van het laboratorium moet toelaten om achteraf iedere informatie over een individueel monster eenduidig te traceren.

6 MONSTERCONSERVERING

- Het monster wordt onmiddellijk na de bemonstering gekoeld (5 ± 3)°C bewaard. Alle transporten moeten gekoeld gebeuren (met koelbox of koeling in de wagen).
- Bij bewaring moet de koeling traceerbaar zijn.
- Het monster moet ten laatste de zevende dag na de monstername in bewerking genomen worden voor analyse.

Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest - Bemonstering van een mestopslag

INHOUD

1	Toepassingsgebied	3
2	Hygiënemaatregelen	3
3	Identificatie van de monsters	3
4	Monsterconservering	4

1 TOEPASSINGSGEBIED

Voor de bemonstering van vloeibare behandelde mest (digestaatstromen, effluenten, dunne fractie na scheiding ...) en van vloeibare mest uit een mestopslag, andere dan een mestkelder onder de stal, zoals bassins, silo's, lagunes, verzamelbekkens ..., wordt verwezen naar CMA/1/A.16 (Monsternemingstechnieken vloeistoffen) en CMA/1/A.18 (Monstervoorbehandeling ter plaatse) van het Compendium voor monsterneming en analyse ter uitvoering van het Materialendecreet en het Bodemdecreet (<https://emis.vito.be/nl/referentielabo-ovam>) en naar WAC/I/A/002 (Ogenblikkelijke monstername (aan kraan) van water) en WAC/I/A/003 (Ogenblikkelijke monstername (schepmonster) van water) van het Compendium voor de monsterneming, meting en analyse van water (<https://emis.vito.be/nl/ln-e-erkenningen-water>)

De volgende afwijking ten opzichte van CMA/WAC is van toepassing: als enkel de parameters droge stof, stikstof en fosfor bepaald moeten worden op het monster, mag het volume bij monstername beperkt worden tot 0,5 à 0,8 l.

De volgende opmerkingen moeten in acht genomen worden:

- a. een monstername van vloeibare varkensmest of mengelingen met vloeibare varkensmest mag enkel uitgevoerd worden bij mesttransport zoals beschreven in BAM/deel 3/01-B. De procedure voor bemonstering bij simulatie van een mesttransport, zoals beschreven in BAM/deel3/01-A, punt 5, mag als alternatief daarvoor toegepast worden;
- b. mestmonsters moeten, bij voorkeur op de dag van ontvangst op het laboratorium en ten laatste bij aanvang van de analyse, gemeld worden aan de Vlaamse Landmaatschappij via de SMIL-applicatie¹.

2 HYGIËNEMAATREGELEN

Bij bemonstering moeten de sanitaire voorschriften die gelden op het bedrijf op aangeven van de opdrachtgever worden nageleefd (bijvoorbeeld laarzen door ontsmettend bad, gebruik van overalls ter plaatse, douchen ...).

Zowel de beschermkledij (overall, schoeisel ...) als al het materiaal voor de monstername moeten zuiver zijn bij het betreden van het bedrijf om cross-contaminatie vanuit eerder bezochte bedrijven te voorkomen.

3 IDENTIFICATIE VAN DE MONSTERS

De labeling (nummer, barcode, ...) van het monster moet eenduidig zijn zodat achteraf geen misverstanden kunnen ontstaan over de herkomst van het monster.

¹ Staalname Melding Internet Loket (<https://www.vlm.be/nl/doelgroepen/laboratoria-en-staalnemers/SMIL>)

Gegevens over de monsternamen worden gerapporteerd overeenkomstig BAM/deel 8/20. Onverminderd de bepalingen van BAM/deel 8/20 moeten de volgende gegevens vermeld worden op het (digitale) monsternamenformulier dat het monster begeleidt:

- a. opdrachtgever, adres landbouwnummer exploitatienummer;
- b. opdrachtgever of derden aanwezig bij de monsternamen;
- c. naam van de monsternemer. Als het laboratorium specifieke identificatienummers hanteert voor zijn monsternemers, wordt dat nummer eveneens op het verslag vermeld. Als het monster niet genomen is door een monsternemer verbonden aan het laboratorium, moet dat uitdrukkelijk vermeld worden;
- d. datum en uur van de monsternamen;
- e. eigen monsternummer of monstercodering;
- f. type mest (bijvoorbeeld zeugenmengmest, vleesvarkensmengmest, kalvergiervast ...) of type behandelde mest (bijvoorbeeld effluent van [type digestaat/type mest], dunne fractie na scheiding van [type digestaat/type mest] ...). Daarvoor moet gebruik gemaakt worden van de mestcodes die door de Vlaamse Landmaatschappij gebruikt worden en zoals opgenomen in SMIL. Als het monster afkomstig is van behandelde mest, moet dat eenduidig en expliciet vermeld worden;
- g. de gps-coördinaten in WGS84-formaat, in decimale graden tot op 5 decimalen, van de bemonsterde opslag. Die coördinaten moeten ter plaatse bepaald worden met een gps-toestel;
- h. omschrijving van de bemonsterde mestopslag (bijvoorbeeld bassin, silo ...);
- i. het geschatte mestvolume in de mestopslag;
- j. de gebruikte monsternamenapparatuur;
- k. volume van het veld- en laboratoriummonster en al dan niet uitvoeren van monsterreductie in situ;
- l. belangrijke opmerkingen en/of afwijkingen die een invloed kunnen hebben op de interpretatie van het analyseresultaat.

Het monsterbeheersysteem van het laboratorium moet toelaten om achteraf iedere informatie over een individueel monster eenduidig te traceren.

4 MONSTERCONSERVERING

- Het monster wordt onmiddellijk na de bemonstering gekoeld (5 ± 3)°C bewaard. Alle transporten moeten gekoeld gebeuren (met koelbox of koeling in de wagen).
- Bij bewaring moet de koeling traceerbaar zijn.
- Het monster moet ten laatste de zevende dag na de monsternamen in bewerking genomen worden voor analyse.

Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest - Monstervoorbehandeling

INHOUD

1	Principe	3
2	Materiaal	3
3	Reagentia	4
4	Werkwijze	4
4.1	<i>Monsters met een geschat drogestofgehalte kleiner dan 15%</i>	4
4.2	<i>Monsters met een geschat drogestofgehalte van ten minste 15%</i>	4
5	Berekening van de verdunningsfactor	4
5.1	<i>Monsters met een geschat drogestofgehalte kleiner dan 15%</i>	4
5.2	<i>Monsters met een geschat drogestofgehalte van ten minste 15%</i>	4
6	Kwaliteitscontrole	5
7	Referentie	5

De onderstaande methode beschrijft de procedure voor het homogeniseren van monsters van vloeibare mest voorafgaand aan de analyse. Daarbij wordt uitgegaan van een laboratoriummonster met een volume van 0,5 l tot 1 l.

Monsters van vloeibare mest met een drogestofgehalte tussen 15 en 30% kunnen zowel ingedeeld worden bij de vloeibare mest als bij de vaste mest. Het indelen van het geleverde laboratoriummonster in het betreffende matrixtype en de daarbij horende monstervoorbehandeling kan uitgevoerd worden op basis van het geschatte drogestofgehalte in combinatie met een visuele beoordeling. De fysische toestand op basis van de visuele waarneming is echter determinerend voor het uitvoeren van de monstervoorbehandeling.

De monstervoorbehandeling voor vloeibare behandelde mest voorafgaand aan de analyse is beschreven in het Compendium voor Monsterneming en Analyse ter uitvoering van het Materialendecreet en het Bodemdecreet, en meer specifiek in CMA/5/B.1 *Monstervoorbehandeling van Meststof-Bodemverbeterend middel* (<https://emis.vito.be/nl/referentielabovam>).

Zowel voor vloeibare mest als voor vloeibare behandelde mest moeten de monsters:

- a. altijd koel bewaard worden bij een temperatuur van $(5 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ om omzettingen te vermijden;
- b. ten laatste de zevende dag na de monsterneming in bewerking genomen worden voor analyse.

1 PRINCIPE

In deze procedure wordt het monster, na eventuele toevoeging van water, gehomogeniseerd door een snel draaiend mes van een zodanige constructie dat een optimale menging wordt verkregen. Het homogeniseren gebeurt met een robuuste staafmixer met een regelbare rotatiesnelheid en voorzien van een gesloten schacht (stator) waarbinnen de rotor zich beweegt. De verdunningsfactor wordt bepaald.

Er moet worden voorzien in representatieve deelmonsters voor de bepaling van:

- a. droge stof bij 105°C , totale stikstof, ammoniumstikstof: vers monster;
- b. totale fosfor: vers monster of monster gedroogd bij 105°C .

Opmerking: Het analysemonster voor de drogestofbepaling kan verder gebruikt worden voor de bepaling van totaal fosfor op een gedroogd monster.

2 MATERIAAL

Het gebruikelijke laboratoriumglaswerk en ook:

- a. staafmixer met een regelbare rotatiesnelheid van ten minste 10.000 omwentelingen per minuut (bijvoorbeeld ultra turrax);
- b. afsluitbare kunststof fles;
- c. balans, met een nauwkeurigheid van ten minste 0,1 g.

3 REAGENTIA

Gebruik uitsluitend reagentia van analytisch zuivere kwaliteit.

4 WERKWIJZE

Neem een monster van ten minste 500 ml in bewerking. Verwijder mestvreemde voorwerpen.

4.1 MONSTERS MET EEN GESCHAT DROGESTOFGEHALTE KLEINER DAN 15%

Plaats de monsterfles onder de staafmixer, waarbij het rotormes zich op circa 3 cm van de bodem van de monsterfles bevindt. Homogeniseer het monster met een zo groot mogelijke rotatiesnelheid, waarbij overmatige schuimvorming wordt vermeden, rekening houdend met de soort dierlijke mest. Om de homogenisatie te optimaliseren, kan de staafmixer tijdens het homogeniseren verticaal heen en weer worden bewogen. Onmiddellijk na de homogenisatie worden deelmonsters genomen. Na het homogeniseren wordt de monsterfles gesloten.

4.2 MONSTERS MET EEN GESCHAT DROGESTOFGEHALTE VAN TEN MINSTE 15%

Weeg een kunststof fles tot op 0,1 g nauwkeurig (massa m_0).

Breng het monster kwantitatief over in de fles met een tot op 0,1 g gewogen hoeveelheid water (m_1). Weeg de kunststof fles met monster en het toegevoegde water (m_2). Handel verder zoals hierboven beschreven is.

5 BEREKENING VAN DE VERDUNNINGSFACTOR

Bij verdere bepalingen, uitgevoerd op dat monster, moet de verdunningsfactor in de uiteindelijke berekeningen worden opgenomen.

5.1 MONSTERS MET EEN GESCHAT DROGESTOFGEHALTE KLEINER DAN 15%

De verdunningsfactor $F = 1$.

5.2 MONSTERS MET EEN GESCHAT DROGESTOFGEHALTE VAN TEN MINSTE 15%

Bereken de verdunningsfactor (F) met de vergelijking

$$F = \frac{m_2 - m_0}{m_2 - m_1 - m_0}$$

waarbij:

F : verdunningsfactor;

m_0 : massa van de lege kunststof fles in g;

m_1 : massa van de toegevoegde hoeveelheid water, in g;

m_2 : massa van de kunststof fles met monster en water, in g.

Rond de uitkomst af op 3 decimalen.

6 KWALITEITSCONTROLE

Als kwaliteitscontrole wordt voor minstens één relevante parameter per dag minstens 1 monster in duplo geanalyseerd. Daarvoor worden na de monstervoorbehandeling 2 deelmonsters genomen die het volledige analysetraject doorlopen.

7 REFERENTIE

NEN 7430:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Monstervoorbehandeling door homogeniseren - Drijfmest

Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest - Drogestofgehalte

INHOUD

1	Principe	3
2	Apparatuur en materiaal	3
3	Werkwijze	3
4	Opmerkingen	3
5	Berekeningen	4
6	Referentie	4

1 PRINCIPE

De monstervoorbehandeling wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 3/02.

Het drogestofgehalte (ten opzichte van vers materiaal) moet bepaald worden om de omrekening naar vers materiaal mogelijk te maken bij de bepaling van totale fosfor.

De methode bestaat uit het drogen van een vooraf vastgelegde hoeveelheid gehomogeniseerd monster bij een temperatuur van $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ gedurende een vastgelegde tijd.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

- a. droogkroezen of andere geschikte recipiënten
- b. droogstoof, mechanisch geventileerd, ingesteld op een temperatuur van $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$
- c. exsiccator
- d. balans met een nauwkeurigheid van 0,001 g
- e. pipet van 50 ml met brede uitstroomopening of een maatschepje van 50 ml (het juiste volume is niet van belang)

3 WERKWIJZE

Het nemen van een testportie moet gebeuren onmiddellijk na de monstervoorbehandeling, zodat een homogeen monster kan worden genomen.

Kroesjes worden voorbehandeld door drogen bij $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ en vervolgens afgekoeld in een exsiccator. Het lege kroesje wordt gewogen (m_0).

Met een maatschep of een pipet met brede uitstroomopening wordt 50 ml gehomogeniseerd monster in een getarreerd kroesje gebracht. Opnieuw wegen (m_1).

Kroesjes in de vooraf verwarmde droogstoof brengen. Drogen gedurende 24 uur bij $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. Kroesjes uit de droogstoof nemen en in een exsiccator laten afkoelen tot omgevingstemperatuur. Opnieuw wegen (m_2).

4 OPMERKINGEN

- a. Wegingen gebeuren tot op 1 mg nauwkeurig.
- b. Het gehalte aan totale P kan uitgevoerd worden op een testportie van het gedroogd monster.

5 BEREKENINGEN

$$DS = F \times \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 1000$$

waarbij:

DS: drogestofgehalte in kg/1000 kg VM;

F: verdunningsfactor;

m_0 : massa lege kroes in g;

m_1 : massa kroes + vers monster in g;

m_2 : massa kroes + droog monster in g.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 , 1 decimaal voor waarden > 1 en tot op één geheel getal voor waarden > 100 .

6 REFERENTIE

NEN 7432:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van de gehalten droge stof en organische stof - Gravimetrische methode

Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest - Totale fosfor

|

INHOUD

1	Principe	3
2	Apparatuur en materiaal	3
3	Reagentia	3
4	Ontsluitingsmethodes	3
4.1	<i>Ontsluiting met verassing en HNO_3 destructie</i>	3
4.2	<i>Ontsluiting met HNO_3/HCl (aqua regia)</i>	4
5	Analytische bepaling van fosfor in de ontsluitingsoplossing	4
6	Berekeningen	5
6.1	<i>Berekeningswijze voor gedroogde monsters</i>	5
6.2	<i>Berekeningswijze voor verse monsters</i>	5
7	Referenties	5

1 PRINCIPE

De monstervoorbehandeling wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 3/02.

Voor de bepaling van totale P in vloeibare mest en vloeibare behandelde mest kunnen de volgende destructie- en analysemethoden worden toegepast:

- a. het gedroogde monster wordt verast bij 550°C, vervolgens wordt de as opgelost in HNO_3 . De bepaling van fosfor in de oplossing gebeurt spectrofotometrisch of met ICP-AES;
- b. het verse of gedroogde monster wordt ontsloten met een aqua regia ($\text{HNO}_3:\text{HCl}$) zuurdestructie. De bepaling van fosfor in de oplossing wordt uitgevoerd met ICP-AES.

Voor de bepaling van totale P in vloeibare mest kan het verse monster worden ontsloten met zwavelzuur, waterstofperoxide en kopersulfaat volgens NEN 7433. De bepaling van fosfor in de oplossing gebeurt spectrofotometrisch of met ICP-AES. Op dezelfde ontsluitingsoplossing is het mogelijk om totaal N (= Kjeldahl-N) te bepalen.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

- a. verassingsschalen
- b. oven ingesteld op $550^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$
- c. exsiccator
- d. verwarmplaat
- e. asvrij filtreerpapier
- f. zuurbestendige destructieblok, programmeerbaar tot minimaal 105°C
- g. wegwerpbare destructiebuizen van 50 ml, zuurbestendig
- h. compacte condensor

3 REAGENTIA

- a. HNO_3 , 14 mol/l
- b. HNO_3 , 1 mol/l
- c. HCl , 12 mol/l

4 ONTSLUITINGSMETHODES

4.1 ONTSLUITING MET VERASSING EN HNO_3 DESTRUCTIE

Weeg 1 à 2,5 g droog monster tot op 1 mg nauwkeurig (m).

Veras dat monster bij 550°C gedurende 4 uur. De as moet grijswit zijn. Als de as niet wit kleurt enkele druppels 14M HNO_3 toevoegen en nogmaals verassen gedurende 1 uur.

Breng de as kwantitatief over in een beker van 100 ml met 20 ml 1M HNO_3 . Eén uur laten digesteren op een verwarmplaat of in een warmwaterbad.

Filtreren en filtraat opvangen in een maatkolf van 100 ml en de filter goed spoelen met 1M HNO₃. Aanlengen tot 100 ml met 1M HNO₃.

4.2 ONTSLUITING MET HNO₃/HCL (AQUA REGIA)

De destructie kan ook uitgevoerd worden in een verwarmbare destructieblok met destructiebuizen voorzien van een compacte condensor.

Opmerking: Als alternatief kan voor de condensor een horlogeglas of een afsluitdop (vastdraaien en een halve slag terug losdraaien) worden gebruikt.

Weeg ongeveer 15 g vers gehomogeniseerd of 1 g gedroogd monster, gemalen in de mortier, tot op 1 mg nauwkeurig (m) in een destructiebuis. Voeg stapsgewijs 4 ml 14M HNO₃ en 12 ml 12M HCl toe.

Plaats de condensor op de destructiebuizen. Laat de destructiebuizen op kamertemperatuur staan om een trage reactie van het organisch materiaal mogelijk te maken. Voer het destructieprogramma uit met stapsgewijze opwarming, bijvoorbeeld:

- opwarmen in 20 minuten naar 45°C, 5 minuten bij 45°C;
- opwarmen in 10 minuten naar 65°C, 10 minuten bij 65°C;
- opwarmen naar 105°C, 120 minuten bij 105°C.

Filtreer het monster na destructie. Leng aan met ultra puur water tot 50 ml.

5 ANALYTISCHE BEPALING VAN FOSFOR IN DE ONTSLUITINGSOPLOSSING

De analytische bepaling van fosfor in de ontsluitingsoplossing kan worden uitgevoerd volgens:

- NBN EN ISO 11885:2009 Water quality - Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (ISO 11885:2007).

De analytische bepaling van fosfor in de ontsluitingsoplossing kan spectrofotometrisch worden uitgevoerd volgens:

- NBN EN ISO 6878: 2004 Water quality - Determination of phosphorus - Ammonium molybdate spectrometric method;
- NBN EN ISO 15681-1: 2005 Water quality - Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) - Part 1: Method by flow injection analysis (FIA) (ISO 15681-1: 2003);
- NBN EN ISO 15681-2: 2005 Water quality - Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) - Part 2: Method by continuous flow analysis (CFA) (ISO 15681-2: 2003);
- ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection.

Opmerking: Voor de spectrofotometrische methodes wordt het fosfor gehalte bepaald in een vijfvoudige verdunning van de ontsluitingsoplossing.

6 BEREKENINGEN

6.1 BEREKENINGSWIJZE VOOR GEDROOGDE MONSTERS

De gemeten fosforconcentratie wordt omgerekend naar een concentratie C_p (kg P_2O_5 /1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule:

$$C_p = \frac{C_1}{m} \times f \times V \times DS \times 2.29 \times \frac{1}{1000}$$

waarbij:

C_p : concentratie fosfor in het oorspronkelijk monster in kg P_2O_5 /1000 kg VM;

C_1 : gemeten fosfor concentratie in mg P/l;

f: eventuele verdunningsfactoren;

V: volume van ontsluitingsoplossing in liter;

DS: drogestofgehalte in kg/1000 kg VM zoals bepaald in BAM/deel3/03;

m : massa droog monster dat in bewerking werd genomen in g.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 en 1 decimaal voor waarden > 1 .

6.2 BEREKENINGSWIJZE VOOR VERSE MONSTERS

De gemeten fosforconcentratie wordt omgerekend naar een concentratie C_p (kg P_2O_5 /1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule:

$$C_p = \frac{C_1}{m} \times f \times V \times 2.29 \times \frac{1}{1000}$$

waarbij:

C_p : concentratie fosfor in het oorspronkelijk monster in kg P_2O_5 /1000 kg VM;

C_1 : gemeten concentratie in mg P/l;

f: eventuele verdunningsfactoren;

V: volume van ontsluitingsoplossing in liter;

m: massa vers monster dat in bewerking werd genomen in g.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 en 1 decimaal voor waarden > 1 .

7 REFERENTIES

- NEN 7433:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Monstervoorbehandeling voor de bepaling van stikstof, fosfor en kalium - Ontsluiting met zwavelzuur, waterstofperoxide en kopersulfaat
- NEN 7435:1998 2de ontwerp Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van het gehalte aan fosfor in destruaten
- NBN EN 13650:2001 Soil improvers and growing media - Extraction of aqua regia soluble elements
- NBN EN ISO 6878:2004 Water quality - Determination of phosphorus - Ammonium molybdate spectrometric method

- e. NBN EN ISO 15681-1:2005 Water quality - Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) - Part 1: Method by flow injection analysis (FIA) (ISO 15681-1:2003)
- f. NBN EN ISO 15681-2:2005 Water quality - Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) - Part 2: Method by continuous flow analysis (CFA) (ISO 15681-2:2003)
- g. NBN EN ISO 11885:2009 Water quality - Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (ISO 11885:2007)
- h. ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection
- i. C. Vanhoof, A. Cluyts, K. Duyssens, E. Poelmans, Wendy Wouters en K. Tirez, *Houdbaarheid van N parameters en destructie van P in mestmonsters*, VITO rapport 2011/MANT/070, https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/rapport_mest_N_en_P_2011.pdf
- j. C. Vanhoof en K. Tirez, *Evaluatie analysemethoden voor de bepaling van anorganische parameters in digestaten*, VITO rapport 2012/MANT/R/005, https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/Rapport_2011_digestaten_finaal.pdf
- k. C. Vanhoof en K. Tirez, *Harmonisatie anorganische analysemethoden voor de analyse van compost, mest en diverse digestaatstromen*, VITO rapport 2012/MANT/R/086, https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/2012_Bodemverbeterende_middelen_finaal.pdf

Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest - Ammoniumstikstof

INHOUD

1	Principe	3
2	Bepaling van ammonium na stoomdestillatie	3
2.1	<i>Principe</i>	3
2.2	<i>Procedure</i>	3
2.3	<i>Berekeningen</i>	4
3	Bepaling van ammonium na uitloging	4
3.1	<i>Extractieprocedure</i>	4
3.2	<i>Meting van ammoniumstikstof in de uitloging</i>	5
3.2.1	Ammoniumstikstof met manuele spectrofotometrische methode	5
3.2.2	Ammoniumstikstof met continu-doorstroomanalyse (CFA) met spectrofotometrische detectie	5
3.2.3	Ammoniumstikstof met ion chromatografie	5
3.2.4	Ammoniumstikstof met een discreet analysesysteem (spectrofotometrische detectie)	6
3.3	<i>Berekeningen</i>	6
3.4	<i>Rapportagegrens</i>	6
4	Referenties	7

1 PRINCIPE

De monstervoorbehandeling wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 3/02.

De bepaling van het ammoniumgehalte van vloeibare mest of vloeibare behandelde mest kan rechtstreeks op het gehomogeniseerde monster worden uitgevoerd bij toepassing van de titrimetrische methode na stoomdestillatie volgens:

- a. ISO 5664: 1984 Water quality - Determination of ammonium - Distillation and titration method.

Bij toepassing van onderstaande methodes is een uitloging van het monster vereist:

- a. ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method;
- b. NBN EN ISO 11732:2005 Water quality - Determination of ammonium nitrogen - Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection;
- c. NBN EN ISO 14911:1999 Water quality - Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography - Method for water and waste water (ISO 14911:1998);
- d. ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection.

Opmerking: bij zwaar belaste matrices moet de nodige aandacht besteed worden aan de analyse om interferentievrij te meten.

2 BEPALING VAN AMMONIUM NA STOOMDESTILLATIE

2.1 PRINCIPE

Ammonium in een oplossing die alkali-labele stikstof componenten bevat, wordt vrijgesteld door toevoeging van MgO. De daarbij gevormde ammoniak wordt door stoomdestillatie vrijgesteld en opgevangen in een overmaat zuur. De hoeveelheid ammonium wordt door terugtitratie bepaald.

Er wordt tijdens de destillatie geen gebruik gemaakt van natriumhydroxide en de destillatieduur wordt zo kort mogelijk gehouden om te vermijden dat alkali-labele organische stikstofverbindingen mee bepaald worden.

2.2 PROCEDURE

De procedure zoals beschreven in ISO 5664:1984 is van toepassing met de volgende aanvullingen:

- a. §2.3 Gevoeligheid: niet van toepassing;
- b. §4 Reagentia: andere reagentia of concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- c. §6 Monsterbehandeling: voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02;
- d. §7.1 Selectie van testportievolumen: andere volumes mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- e. §7.2.3 Bepaling: ook andere eindpuntdetecties zijn mogelijk.

2.3 BEREKENINGEN

Daarbij moet rekening gehouden worden met de voorbehandeling van de monsters.

Het resultaat wordt uitgedrukt als stikstofconcentratie C_N (kg N/1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule:

$$C_N = M_N \times \frac{(V_1 - V_0) \times C_{HCl}}{m} \times F$$

waarbij:

C_N : concentratie ammonium in het oorspronkelijke monster in kg N/1000 kg VM;

M_N : de molaire massa van stikstof (14.007 g/mol);

V_1 : volume bij titratie van het monster in ml;

V_0 : volume bij titratie van de blanco in ml;

m : massa van het monster dat in bewerking werd genomen in g;

C_{HCl} : concentratie van het zoutzuur in mol/l;

F : verdunningsfactor.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 en 1 decimaal voor waarden > 1 .

3 BEPALING VAN AMMONIUM NA UITLOGING

De bepaling van ammonium kan uitgevoerd worden in een uitloging met één van de volgende methoden:

- ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method;
- NBN EN ISO 11732:2005 Water quality - Determination of ammonium nitrogen - Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection;
- NBN EN ISO 14911:1999 Water quality - Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography - Method for water and waste water (ISO 14911:1998);
- ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection.

3.1 EXTRACTIEPROCEDURE

Weeg een bepaalde hoeveelheid vers gehomogeniseerd monster (± 5 g) af tot op 1 mg nauwkeurig. Een representatief deelmonster kan worden genomen aan de hand van een pipet met brede uitstroomopening of met een maatschepje.

Dit deelmonster wordt verdund met water in een verhouding van 1/100 (m/v) in een maatkolf. Goed schudden. Het volume van de maatkolf is V_{ext} .

De oplossing wordt gecentrifugeerd of gefiltreerd. Spoel de filter voor met monsteroplossing en verwerp het eerste deel van het filtraat. De rest van het filtraat wordt opgevangen in een droog recipiënt.

Voer de verdere analyse onmiddellijk na de filtratie uit.

Opmerking: Het water dat wordt gebruikt voor de verdunning van de mest kan lichtjes worden aangezuurd met HCl om ammoniakvervluchtiging te vermijden. Dat mag enkel gebeuren als dat geen invloed heeft op de bepalingmethode.

3.2 METING VAN AMMONIUMSTIKSTOF IN DE UITLOGING

3.2.1 AMMONIUMSTIKSTOF MET MANUELE SPECTROFOTOMETRISCHE METHODE

De procedure zoals beschreven in ISO 7150-1:1984 is van toepassing met de volgende aanvullingen:

- a. §1.5 Gevoeligheid: de minimum absorptantie moet gecontroleerd worden, maar de gebruikte concentratie en de toegepaste procedure kan afwijken ten opzichte van de beschreven ISO procedure;
- b. §4 Reagentia: andere reagentia of concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- c. §6 Monsterbehandeling: voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02;
- d. §7.3 Bepaling: andere relevante concentratieniveaus mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing. Voor monsters en standaarden moet dezelfde procedure worden toegepast;
- e. §7.5 Kalibratie: de methodiek mag afwijken van de beschreven procedure als de kalibratielijn wordt opgesteld met minstens 5 kalibratieoplossingen en ze voldoet voor deze toepassing.

3.2.2 AMMONIUMSTIKSTOF MET CONTINU-DOORSTROOMANALYSE (CFA) MET SPECTROFOTOMETRISCHE DETECTIE

De procedure zoals beschreven in NBN EN ISO 11732:2005 is van toepassing met de volgende aanvullingen:

- a. §3 Bepaling van ammoniumstikstof met flow injectie analyse (FIA) en spectrofotometrische bepaling: niet van toepassing;
- b. §4.3 Reagentia: andere reagentia of concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- c. §4.4.3 Monsterbehandeling: voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02;
- d. §4.5.2 Instrument performantie controle: de minimale absorptantie moet gecontroleerd worden, maar de gebruikte concentratie en de toegepaste procedure kunnen afwijken ten opzichte van de beschreven ISO-procedure;
- e. §4.5.3 Reagentia blanco controle: de blanco controle van de reagentia is optioneel.

3.2.3 AMMONIUMSTIKSTOF MET ION CHROMATOGRAFIE

De procedure zoals beschreven in NBN EN ISO 14911:1999 is van toepassing met de volgende aanvullingen:

- a. §6 Reagentia: andere reagentia of concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- b. §8 Kwaliteitseisen voor scheidingskolom: andere concentraties mogen gebruikt worden om scheidingscondities te evalueren;
- c. §9 Monsterbehandeling: voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02.

3.2.4 AMMONIUMSTIKSTOF MET EEN DISCREET ANALYSESISTEEM (SPECTROFOTOMETRISCHE DETECTIE)

De procedure zoals beschreven in ISO 15923-1:2013 is van toepassing met de volgende aanvullingen:

- a. §5 andere reagentia en concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- b. §7 voor de conservering en behandeling van de monsters wordt verwezen naar BAM/deel 3/02;
- c. annex B t.e.m.H: afwijkingen aan de uitvoering van de beschreven methodes zijn toegestaan zolang de procedure is gebaseerd op hetzelfde principe als een bestaande EN- of ISO-norm en zolang voldaan wordt aan de vereiste prestatiekenmerken;
- d. §8.1 en §8.2: Bijkomende kwaliteitscontrole voor de bepaling van parameters ammonium, nitraat en nitriet in uitlogingen. Bij de analyse van deze monsters moet minstens 1 van de volgende kwaliteitscontroles uitgevoerd worden:
 - 1) analyse van het monster met minstens 1 dopering waarvan de bias ten opzichte van de theoretische waarde maximaal 10% mag bedragen;
 - 2) minstens 2 metingen van hetzelfde monster waarvan de verdunningsfactor minstens een factor 2 verschilt, resulterend in 2 meetresultaten binnen het meetgebied die maximaal 10% van elkaar verschillen.

Opmerking: Bij de bepaling van ammonium kunnen vals negatieve resultaten optreden bij hoge concentraties. De hierboven vermelde kwaliteitscontroles hebben tot doel dat te ondervangen.

Opmerking: Ammonium en nitraat kunnen bepaald worden in uitlogingen van vloeibare mestmonsters en monsters die in of als meststof of bodemverbeterend middel kunnen aangewend worden. Die monsters moeten doorgaans sterk verdund worden om matrix interferentie te elimineren.

3.3 BEREKENINGEN

Bepaal de ammoniumconcentratie in de uitloging en hou daarbij rekening met eventuele verdunningen.

Het resultaat wordt uitgedrukt als stikstofconcentratie C_N (kg N/1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule:

$$C_N = \frac{C_1 \times V_{\text{ext}}}{m} \times F$$

waarbij:

C_N : concentratie ammonium in het oorspronkelijk monster in kg N/1000 kg VM;

C_1 : concentratie ammonium in het extract in mg N/l;

m : massa monster dat geëxtraheerd werd in g;

V_{ext} : totaal volume extract in l;

F : verdunningsfactor.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 en 1 decimaal voor waarden > 1 .

3.4 RAPPORTAGEGRENSEN

De rapportagegrens is $\leq 0,2$ kg N/1000 kg VM.

4 REFERENTIES

- a. ISO 5664: 1984 Water quality - Determination of ammonium - Distillation and titration method
- b. ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method
- c. NBN EN ISO 11732:2005 Water quality - Determination of ammonium nitrogen - Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection
- d. NBN EN ISO 14911:1999 Water quality - Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography - Method for water and waste water (ISO 14911:1998)
- e. ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection
- f. NEN 6604:2007 Water - Bepaling van het gehalte aan ammonium, nitraat, nitriet, chloride, ortho-fosfaat, sulfaat en silicaat met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie
- g. C. Vanhoof, A. Cluyts, E. Poelmans, W. Wouters en K. Tirez, *Evaluatie discrete analyser voor de bepaling van nitraat en ammonium in bodem en mest*, VITO rapport 2012/MANT/R/04, https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/2011_rapport_discrete_analyser_VLM.pdf

Vloeibare mest en vloeibare behandelde mest - Totale stikstof

INHOUD

1	Principe	3
2	Apparatuur en materiaal	4
3	Reagentia	4
4	Werkwijze	4
4.1	<i>Monstername</i>	4
4.2	<i>Destructie</i>	4
4.3	<i>Bepaling</i>	5
5	Opmerkingen	5
6	Berekeningen	5
7	Rapportagegrens	6
8	Referenties	6

1 PRINCIPE

De monstervoorbehandeling wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 3/02.

De bepaling van het gehalte aan totale N in vloeibare mest en vloeibare behandelde mest wordt uitgevoerd volgens de volgende methodes:

- a. NBN EN 13654-2: 2001 Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen - Part 2: Dumas method;
- b. NBN EN 16168:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of total nitrogen using dry combustion method;
- c. NBN EN 13654-1:2001 Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen - Part 1: Modified Kjeldahl method;
- d. som van Kjeldahl-N, nitraat en nitriet stikstof.

De Kjeldahl-N methode is beschreven in:

- a. NBN EN 16169:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of Kjeldahl nitrogen;
- b. NEN 7437:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van het gehalte aan totaal stikstof.

Alternatief voor Kjeldahl-N methode:

- a. NEN 7433 Dierlijke mest en mestproducten – Monstervoorbehandeling voor de bepaling van stikstof, fosfor en kalium – Ontsluiting met zwavelzuur, waterstofperoxide en kopersulfaat.

Er wordt van uitgegaan dat vloeibare mest geen nitraat of nitriet bevat. Dat geldt eveneens voor de dunne fractie die verkregen wordt na scheiding van vloeibare mest. De bepaling van totale stikstof bij vloeibare mest of de dunne fractie verkregen na scheiding van vloeibare mest beperkt zich dus tot Kjeldahl-stikstof. De bepaling van Kjeldahl-stikstof omvat een destructie met H_2SO_4 en een katalysatormengsel waarbij organische stikstofverbindingen worden omgezet naar ammonium. Na destructie wordt ammoniak vrijgesteld door toevoeging van natriumhydroxide en overgedestilleerd in een geschikte absorptievloeistof. In het destillaat wordt vervolgens ammonium bepaald met een titratie of spectrofotometrisch.

Als alternatief kan voor de Kjeldahl-stikstof bepaling het monster worden ontsloten met zwavelzuur, waterstofperoxide en kopersulfaat volgens NEN 7433, gevolgd door een titrimetrische of spectrofotometrische bepaling van het ammonium gehalte. Op dezelfde ontsluitingsoplossing is het mogelijk om totaal P spectrofotometrisch of met ICP-AES te bepalen.

Als de analyse uitgevoerd wordt op vloeibare behandelde mest (bijvoorbeeld effluent uit biologie, spuistromen ...), uitgezonderd de dunne fractie die verkregen wordt na scheiding van vloeibare mest, mag er niet van uitgegaan worden dat die producten geen nitraat of nitriet bevatten. In dat geval moet voor de bepaling van totale stikstof het Compendium voor monsterneming en analyse ter uitvoering van het Materialendecreet en het Bodemdecreet gevolgd worden, en meer specifiek CMA/2/IV/4 Totale Stikstof (Matrix Meststof-Bodemverbeterend middel) (<https://emis.vito.be/nl/referentielabo-ovam>).

Deze BAM-procedure beschrijft de bepaling van Kjeldahl-N.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

- destructiebuizen van 250 ml
- destructieblok, voor een temperatuur van 370 - 380°C
- destillatie-opstelling, geschikt voor de aansluiting van destructiebuizen van 250 ml
- kooksteentjes

3 REAGENTIA

- H_2SO_4 , 18M;
- zoutzuur, 0,2 mol/l: leng 16 tot 17 ml geconcentreerd zoutzuur aan tot 1l. Deze oplossing moet gesteld worden;
- methyloordoplossing, 2 mmol/l: los 0,5 g methyloord op in 1 l ethanoloplossing; 60% (v/v) ethanol in water;
- methyleenblauwoplossing, 4 mmol/l: los 1,5 g methyleenblauw op in ± 800 ml water, leng aan tot 1 l en meng;
- boorzuurindicatoroplossing, 0,3 mol/l: los 20 g boorzuur op in warm water. Koel af en voeg 10 ml methyloordoplossing en 2 ml methyleenblauwoplossing toe. Breng de pH op 4.6 (omslagpunt van methyloord). Leng aan tot 1 l en meng;
- natriumhydroxideoplossing, 9 mol/l: los 360 g natriumhydroxide op in ± 800 ml water. Afkoelen, aanlengen tot 1 l en mengen;
- katalysator: 100 g kaliumsulfaat (K_2SO_4) en 10 g kopersulfaatpentahydraat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$): maal en meng (NEN 7437);
- antischuimmiddel.

4 WERKWIJZE

4.1 MONSTERNAME

Een bepaalde hoeveelheid vers gehomogeniseerd monster wordt afgewogen tot op 1 mg nauwkeurig (massa m) in een destructiebuis. Vloeibare mest wordt na homogenisatie bemonsterd met een pipet of een maatschepje. De hoeveelheid die in bewerking wordt genomen, bevat maximaal 1 g droge stof en een geschat stikstofgehalte van ten minste 2 mg en ten hoogste 100 mg.

4.2 DESTRUCTIE

Voeg 20 ml H_2SO_4 toe en meng. Voeg 5 g katalysatormengsel toe. Voeg antischuimmiddel toe.

Verwarm langzaam tot de vloeistof zachtjes kookt. Let op voor overmatig schuimen. Bij vloeibare mest wordt eerst water verdampt. Daarna stijgt de temperatuur verder. Verwarm zo dat het zwavelzuur condenseert ongeveer halverwege de destructiebuis. Kook nadat de vloeistof helder wordt nog 15 minuten.

De optimale destructietemperatuur is 370 à 380°C. Bij lagere temperatuur is de destructie onvolledig, bij hogere treden verliezen op.

Laat de vloeistof na destructie afkoelen en verdun met 50 ml water.

4.3 BEPALING

Breng in een kolf 50 ml boorzuurindicatoroplossing. Plaats die kolf onder de koeler zodat de uitstroomopening zich onder de vloeistofspiegel bevindt.

Voeg aan het destruaat in de destructiebuis 50 ml natriumhydroxide-oplossing toe en sluit de buis onmiddellijk aan op het destillatietoestel. Destilleer met een snelheid van ± 10 ml/minuut tot alle ammoniak overgedestilleerd is.

Titreer de inhoud van de kolf met gesteld zoutzuur tot de kleur omslaat van groen naar paars-violet. Noteer het gebruikte volume (V_1).

Voer de hele procedure uit voor een blanco. Noteer het volume voor dat blanco destruaat (V_0).

Als alternatief kan de bepaling van ammonium in het destillaat uitgevoerd worden met een van de volgende methodes, mits een geschikte absorptievloeistof wordt gebruikt:

- ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method;
- NBN EN ISO 11732:2005 Water quality - Determination of ammonium nitrogen - Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection;
- NBN EN ISO 14911:1999 Water quality - Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography - Method for water and waste water (ISO 14911:1998);
- ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection.

Voor de praktische uitvoering van deze bepalingen wordt verwezen naar BAM/deel3/05, 3.2 *Meting van ammoniumstikstof in de uitloging*.

5 OPMERKINGEN

Er bestaan verscheidene varianten op de Kjeldahl-N methode. Ze zijn bruikbaar voor zover ze niets fundamenteel wijzigen aan de gegeven procedure.

Andere katalysatoren kunnen ook gebruikt worden. Doorgaans zijn die katalysatoren commercieel verkrijgbaar als tabletten.

6 BEREKENINGEN

Het resultaat wordt uitgedrukt als stikstofconcentratie C_N (kg N/1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule:

$$C_N = M_N \times \frac{(V_1 - V_0) \times C_{HCl}}{m} \times F$$

waarbij:

C_N : concentratie stikstof in het oorspronkelijke monster in kg N/1000 kg VM;

M_N : molaire massa van stikstof (14.007 g/mol);

V_1 : gebruikte hoeveelheid zoutzuur bij titratie van het monster in ml;

V_0 : gebruikte hoeveelheid zoutzuur bij titratie van de blanco in ml;

m : massa van het analysemonster in g;

C_{HCl} : concentratie van het zoutzuur in mol/l;

F : de verdunningsfactor.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 en 1 decimaal voor waarden > 1 .

7 RAPPORTAGEGRENSEN

De rapportagegrens is $\leq 0,12$ kg N/1000 kg VM.

8 REFERENTIES

- a. NEN 7437:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van het gehalte aan totaal stikstof
- b. NBN EN 13654-1:2001 Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen - Part 1: Modified Kjeldahl method
- c. NBN EN 16169:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of Kjeldahl nitrogen
- d. NBN EN 13342:2000 Characterization of sludges - Determination of Kjeldahl nitrogen
- e. ISO 11261:1995 Soil quality - Determination of total nitrogen - Modified Kjeldahl method
- f. NBN EN 25663:1994 Water Quality - Determination of Kjeldahl nitrogen - Method after mineralization with selenium (ISO 5663:1984)
- g. ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method
- h. NBN EN ISO 11732:2005 Water quality - Determination of ammonium nitrogen - Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection
- i. NBN EN ISO 14911:1999 Water quality - Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography - Method for water and waste water (ISO 14911:1998)
- j. ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection

Vloeibare dierlijke mest - Rapportering

1 ALGEMEEN

De rapportering wordt uitgevoerd overeenkomstig BAM/deel 8/20. Het monsternameverslag opgemaakt op basis van de veldregistraties (monsternameformulier) wordt toegevoegd aan het analyseverslag of in het analyseverslag verwerkt.

Onverminderd de bepalingen van BAM/deel 8/20 moeten volgende gegevens vermeld worden op het analyserapport:

- a. briefpapier van het laboratorium met minimaal vermelding van naam, adres, telefoon, e-mail;
- b. uniek rapportnummer;
- c. uniek nummer monster en, indien van toepassing, nummer monster toegekend door de mestbank via SMIL¹;
- d. datum van de monstername;
- e. naam van de monsternemer. Als het laboratorium specifieke identificatienummers hanteert voor zijn monsternemers, wordt dat nummer eveneens op het verslag vermeld. Als het monster niet genomen is door een monsternemer verbonden aan het laboratorium, moet dat uitdrukkelijk vermeld worden op het analyserapport;
- f. opdrachtgever aanwezig bij de monstername (J/N);
- g. type mest (bijvoorbeeld zeugenmengmest, vleesvarkensmengmest, kalvergier ...) of type behandelde mest (bijvoorbeeld effluent van [type digestaat/type mest], dunne fractie na scheiding van [type digestaat/type mest] ...). Daarvoor moet gebruik gemaakt worden van de mestcodes die door de Vlaamse Landmaatschappij gebruikt worden en zoals opgenomen in SMIL. Dezelfde omschrijving moet gebruikt worden als de omschrijving die gebruikt wordt op het mestafzetdocument (MAD) indien van toepassing. Als het monster afkomstig is van behandelde mest, moet dat eenduidig en expliciet vermeld worden;
- h. omschrijving van de plaats van monstername (bijvoorbeeld mestkelder, bij laden van het transport, mestsilo ...);
- i. gps-coördinaten in WGS84-formaat, in decimale graden tot op 5 decimalen, van de bemonsterde stal of opslag;
- j. datum waarop het monster door het laboratorium is ontvangen;
- k. datum waarop het monster voor analyse in bewerking is genomen;
- l. datum waarop het rapport is verzonden;
- m. naam en handtekening van de verantwoordelijke van het laboratorium (mag eventueel digitaal);
- n. naam en adres van degene aan wie het rapport bezorgd wordt.

2 PARAMETER EN EENHEDEN

Droge stof	kg/1000 kg VM
Ammonium	kg N/1000 kg VM
Totale stikstof	kg N/1000 kg VM
Totale fosfor	kg P ₂ O ₅ /1000 kg VM

¹ Staalname Melding Internet Loket (<https://www.vlm.be/nl/doelgroepen/laboratoria-en-staalnemers/SMIL>)

De gerapporteerde waarden worden afgerond tot op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 , 1 decimaal voor waarden > 1 en tot op één geheel getal voor waarden > 100 .

3 STAALNAME MELDING INTERNET LOKET (SMIL)

Monsters van vloeibare mest moeten, bij voorkeur op de dag van ontvangst op het laboratorium en ten laatste bij aanvang van de analyse, gemeld worden aan de Vlaamse Landmaatschappij via de SMIL-applicatie. Alle analyseresultaten worden ook bezorgd aan de Vlaamse Landmaatschappij via die applicatie.

Vaste dierlijke mest - Toepassingsgebied

De methodes hebben betrekking op de bemonstering en analyse van vaste dierlijke mest zoals bepaald in het decreet van 22 december 2006 houdende de bescherming van water tegen verontreiniging door nitraten uit agrarische bronnen (hierna het Mestdecreet te noemen) en zijn uitvoeringsbesluiten:

Onder “dierlijke mest” worden zowel de excrementen van vee (al dan niet vermengd met strooisel) verstaan, als alle tussen- of eindproducten die het resultaat zijn van een fysisch, chemisch of microbiologisch (productie)proces waarin de excrementen van vee (al dan niet vermengd met strooisel) betrokken zijn, ongeacht het aandeel ervan.

De ruwe, onbehandelde excrementen van vee (al dan niet vermengd met strooisel) worden hierna “mest” genoemd. Alle eind- en tussenproducten die het resultaat zijn van een fysisch, chemisch of microbiologisch (productie)proces waarin mest een grondstof was, worden hierna “behandelde mest” genoemd.

Onder “vaste” dierlijke mest wordt verstaan:

1. vaste mest met een drogestofgehalte groter dan 30%;
2. vaste behandelde mest met een drogestofgehalte groter dan 15%.

Voor de bemonstering van vaste mest zijn de analysemethoden zoals beschreven in BAM van toepassing. Voor de bemonstering van vaste behandelde mest zijn de methodes zoals beschreven in CMA¹ van toepassing, met inachtnaam van BAM/deel 4/01-B.

Voor de monstervoorbehandeling van vaste mest zijn de methodes zoals beschreven in BAM van toepassing. Monsters met een drogestofgehalte tussen 15 en 30% kunnen zowel ingedeeld worden bij de vloeibare mest als bij de vaste mest. Het indelen van het geleverde laboratoriummonster in het betreffende matrixtype en de daarbij horende monstervoorbehandeling kan uitgevoerd worden op basis van het geschatte drogestofgehalte in combinatie met een visuele beoordeling. De fysische toestand op basis van de visuele waarneming is echter determinerend voor het uitvoeren van de monstervoorbehandeling.

Voor de monstervoorbehandeling van vaste behandelde mest zijn de methodes zoals beschreven in CMA van toepassing, met inachtnaam van BAM/deel 4/02.

Voor de analyse van vaste mest zijn de methodes zoals beschreven in BAM van toepassing. Voor de analyse van vaste behandelde mest mogen zowel de BAM- als CMA-methodes toegepast worden. Als de CMA-methodes voor analyse toegepast worden, moeten de resultaten omgerekend worden naar de eenheden zoals voorgeschreven in de overeenkomstige BAM methodes.

In de onderstaande tabel is een overzicht gegeven van de toe te passen methodes in functie van de matrix.

Parameter	Methodes voor vaste mest	Methodes voor vaste behandelde mest
Bemonstering	BAM/deel 4/01-A	CMA/1/A.15, CMA/1/A.17, CMA/1/A.18 en

¹ Compendium voor monsterneming en analyse ter uitvoering van het Materialendecreet en het Bodemdecreet (<https://emis.vito.be/nl/referentielabo-ovam>)

Parameter	Methodes voor vaste mest	Methodes voor vaste behandelde mest
Monstervoorbehandeling	BAM/deel 4/02	CMA/5/B.1 en BAM/deel 4/02
Drogestofgehalte	BAM/deel 4/03	BAM/deel 4/03 (of CMA/2/IV/1)
Total fosfor	BAM/deel 4/04	BAM/deel 4/04 (of CMA/2/IV/19)
Ammoniumstikstof	BAM/deel 4/05	BAM/deel 4/05 (of CMA/2/IV/6 §5.7 + CMA/2/IV/7)
Totale stikstof	BAM/deel 4/06	BAM/deel 4/06 en CMA/2/IV/4

Het uitvoerend laboratorium moet erop toezien dat de bemonstering of analyse steeds volgens de beschreven methodologie gebeurt en draagt daarvoor ook de verantwoordelijkheid.

Vaste mest - Bemonstering

INHOUD

1	Principe en toepassingsgebied	3
2	Hygiënemaatregelen	3
3	Termen en definities monsternamen	3
4	Benodigdheden	3
5	Bemonstering van een mestopslag	4
5.1	<i>Partij en partijafbakening</i>	4
5.2	<i>Monster</i>	5
5.3	<i>Aantal, plaats en hoeveelheden grepen</i>	5
5.3.1	Aantal grepen	5
5.3.2	Greepgrootte	6
5.3.3	Bemonsteringspunten	6
5.4	<i>Uitvoering monsternamen</i>	7
5.4.1	Algemeen	7
5.4.2	Manuele werkwijze bemonstering met Edelmanboor of schep	7
5.4.3	Werkwijze bemonstering met behulp van wiellader/shovel/bulldozer	8
6	Bemonstering van pluimveemest in de stal	9
6.1	<i>Afbakening</i>	9
6.2	<i>Monster</i>	9
6.3	<i>Bemonstering bij afdraaien van de mestbanden (batterijstal)</i>	9
6.3.1	Aantal, plaats en hoeveelheid grepen	9
6.3.2	Uitvoering monsternamen	10
6.4	<i>Bemonstering in een stal met grondhuisvesting zonder rooster</i>	10
6.4.1	Aantal, plaats en hoeveelheid grepen	10
6.4.2	Uitvoering monsternamen	12
6.5	<i>Bemonstering in een stal met grondhuisvesting met rooster</i>	12
6.5.1	Aantal, plaats en hoeveelheid grepen	12
6.5.2	Uitvoering monsternamen	13
7	Homogeniseren en bereiden van het laboratoriummonster	14
8	Identificatie van de monsters	15
9	Monsterconservering en transport	15
10	Referenties	15

1 PRINCIPE EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft de bemonstering van vaste mest door het bemonsteren van de opslag (veelal mesthopen maar ook containers, loodsen ...), bemonstering bij de afvoer van de mest uit de stal naar de opslag via mestbanden of bemonstering rechtstreeks in de stal bij bepaalde types pluimveestallen. Het doel ervan is het verkrijgen van een representatief laboratoriummonster.

Mestmonsters moeten, bij voorkeur op de dag van ontvangst op het laboratorium en ten laatste bij aanvang van de analyse, gemeld worden aan de Vlaamse Landmaatschappij via de SMIL-applicatie¹.

2 HYGIËNEMAATREGELEN

Bij bemonstering moeten de sanitaire voorschriften die gelden op het bedrijf op aangeven van de opdrachtgever worden nageleefd (bijvoorbeeld laarzen door ontsmettend bad, gebruik van overalls ter plaatse, douchen)

Zowel de beschermkledij (overall, schoeisel ...) als al het materiaal voor de monsternamen moeten zuiver zijn bij het betreden van het bedrijf om cross-contaminatie vanuit eerder bezochte bedrijven te voorkomen.

3 TERMEN EN DEFINITIES MONSTERNAME

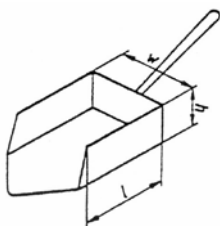
- a. *greep*: een hoeveelheid materiaal die bij de monsternamen in één handeling uit de partij is genomen, maar voor analyse met andere grepen wordt samengevoegd tot een mengmonster;
- b. *bemonsteringspunt*: plaats in de partij waar een greep genomen wordt;
- c. *monster*: een portie materiaal dat geselecteerd werd uit een grotere hoeveelheid materiaal;
- d. *mengmonster*: de hoeveelheid materiaal die ontstaat doordat meerdere grepen worden samengevoegd. De identiteit van de oorspronkelijke grepen gaat door die menging verloren;
- e. *laboratoriummonster*: een monster bedoeld voor laboratoriuminspectie of -test.
Opmerking: het laboratoriummonster is het finale monster vanuit het standpunt van de monsternamen, maar is het initiële monster vanuit het standpunt van het laboratorium;
- f. *mengen*: het combineren van componenten, deeltjes of lagen in een meer homogene toestand;
- g. *partij*: een afgebakende hoeveelheid materiaal.

4 BENODIGDHEDEN

De uitrusting en recipiënten moeten rein en zuiver zijn.

¹ Staalname Melding Internet Loket (<https://www.vlm.be/nl/doelgroepen/laboratoria-en-staalnemers/SMIL>)

- a. gps-logger of ander toestel met ingebouwde gps-functie voor het registreren van coördinaten in WGS84-formaat in decimale graden tot op 5 decimalen;
- b. schop of handschep (Figuur 1) met (recht)opstaande randen van verschillende volumes (indien nodig - zie ook punt 5.3.2);
- c. Edelmanboor bijvoorbeeld van het combinatie-type (zie Figuur 2), met een minimale diameter van 70 mm en een bladwijdte van 35 mm (zie ook punt 5.3.2);
- d. gutsboor: doorgaans met diameter van 30 mm en nuttige lengte van 60 cm, eventueel met bijbehorende spatel om de inhoud uit de boor te schrapen (enkel van toepassing voor kippenmest);
- e. mestvork (riek);
- f. reine plastic zakjes;
- g. persoonlijke beschermingsmiddelen, afhankelijk van de omstandigheden van de monsternamen: stevige handschoenen (of 2 paar wegwerphandschoenen over elkaar) en laarzen;
- h. verzamelrecipiënt waarin de grepen kunnen worden verzameld: bak, emmer of kruiwagen;
- i. homogenisatieschaal, -zeil of -bak;
- j. handschepje of truweel voor homogeniseren, verdelen en vullen van monsterrecipiënten of afschrapen van de mestband;
- k. monsternamenzak (plastic) of monsterrecipiënt met deksel met een inhoud van minstens 5 liter
- l. dikke stift of (voorgedrukte) etiketten voor het identificeren van de monsternamenzakken of -recipiënten;
- m. monsternamenformulieren voor opgave van de gegevens van de monsters;
- n. ontsmettingsmiddel;
- o. indien nodig/mogelijk: een wiellader/shovel met laadschop en chauffeur.



Figuur 1 handschep



Figuur 2 Edelmanboor

5 BEMONSTERING VAN EEN MESTOPSLAG

5.1 PARTIJ EN PARTIJAFBAKENING

Bemonstering van vaste dierlijke mest in opslag zal veelal gebeuren vanuit voorraadhopen (mesthopen). Voorraadhopen worden aangeduid als “statische partijen”. Ook opgeslagen materiaal in bunkers, containers, loodsen, laadeenheden enzovoort valt onder die noemer.

In het kader van analyses op verwerkte mest zal de bemonstering veelal gebeuren vanuit voorraadhopen met opgeslagen mestproducten. Voorraadhopen worden aangeduid als “statische partijen”. Ook opgeslagen materiaal in bunkers, containers, loodsen, laadeenheden enzovoort valt onder die noemer.

De partij wordt eenduidig beschreven door onder andere de dimensies van de partij en de vaststelling van de aard van het materiaal. De dimensies worden vastgelegd aan de hand van grondoppervlak en hoogte. De partij kan verder nog beschreven worden aan de hand van typische kenmerken (bijvoorbeeld stalmest afkomstig uit verschillende stallen ...).

Als er op één locatie meerdere partijen worden aangetroffen, moet tussen de verschillende partijen een onderscheid worden gemaakt: de partijen worden afgebakend. Als vuistregel geldt dat elke afgebakende partij afzonderlijk bemonsterd wordt. Elke opslageenheid wordt dus als een afzonderlijke partij beschouwd. Dat betekent dat elke hoop, container, vrachtwagen, silo, laadeenheid ... in principe afzonderlijk bemonsterd wordt, tenzij die een gelijkaardige lading bevatten. Als binnen één opslageenheid nog onderscheid kan worden gemaakt tussen verschillende soorten mest, visueel of op basis van ontstaan, herkomst of soort mest, worden de partijen afzonderlijk bemonsterd.

Rekening houdend met de praktische haalbaarheid van de monsternamen, geldt voor de partijgrootte een maximum van 1000 m³. Partijen groter dan 1000 m³ worden in twee of meerdere (min of meer gelijke) deelpartijen opgesplitst. Elke deelpartij (maximaal 1000 m³) wordt vervolgens afzonderlijk bemonsterd en geanalyseerd.

5.2 MONSTER

Het doel van de monsternamen, zoals beschreven in deze procedure, is een monster te nemen met een gemiddelde samenstelling dat representatief is voor de hele hoop mest. Daarom wordt per monsternamen één mengmonster genomen dat samengesteld is uit meerdere grepen (zie ook punt 5.3) die op verschillende plaatsen in de hoop mest (bemonsteringspunten) genomen worden.

De monsterhoeveelheid van een laboratoriummonster bedraagt minimaal 5 liter.

5.3 AANTAL, PLAATS EN HOEVEELHEDEN GREPEN

5.3.1 AANTAL GREPEN

Per monsternamen worden standaard minimaal 18 grepen genomen. Een greep is de hoeveelheid mest die op een bepaalde plaats (bemonsteringspunt) in één handeling genomen kan worden (bijvoorbeeld één schep, boorsteek, boring, handgreep).

Hoe groter de partij echter, des te meer grepen er worden genomen om een representatief monster te verkrijgen:

- partijen ≤ 20 m³: minimaal 9 grepen;
- partijen > 20 m³ maar ≤ 500 m³: minimaal 18 grepen;
- partijen > 500 m³ maar ≤ 1000 m³: minimaal 30 grepen;
- partijen > 1000 m³ moeten opgedeeld worden in deelpartijen en de deelpartijen worden apart bemonsterd én geanalyseerd.

De voorgestelde hoeveelheden en aantallen gelden steeds als minimumvoorwaarde. Meer grepen komen de representativiteit van het monster ten goede.

5.3.2 GREEPGROOTTE

De greepgrootte en het materieel dat gebruikt wordt om de mest te bemonsteren wordt zo gekozen worden dat er zo min mogelijk wordt gediscrimineerd tussen de verschillende materialen aanwezig in de mest.

Stalmest met stro of strooisel

Stalmest met stro of strooisel wordt bemonsterd als een pasteus materiaal. De aanwezigheid van stro kan discriminerend optreden bij de monsternamen doordat dit het te bemonsteren materiaal kan uiteen trekken bij het nemen van een greep. Daar moet voldoende aandacht aan besteed worden.

De Edelmanboor kan gebruikt worden om een vaste mesthoop te bemonsteren. De typische vorm van de Edelmanboor zorgt voor een minimum aan wrijving tijdens het indraaien en uittrekken van de boor. Een Edelmanboor, combinatie-type, is het best geschikt voor de bemonstering van vaste mest: 70 mm diameter en 35 mm bladwijde. De bladen van het combinatie-type Edelmanboor zijn iets breder en boller dan die van het klei-type. Daardoor kan cohesieve materie zoals mest nog vrij gemakkelijk gelost en uit de boor verwijderd worden. De boorpunt is langer dan bij het klei-type, waardoor de boor zich gemakkelijker in de stuggere mest kan draaien. Andere types boren mogen gebruikt worden voor zover ze voldoen bij de monsternamen: het boorlichaam moet zich vullen en de verhouding mest/strooisel in de grepen moet representatief zijn voor die in de partij (visueel evalueren).

Korrelvormige/rulle mest (typevoorbeeld kippemest)

Korrelvormige/rulle mest wordt bemonsterd met een schep of schop. Zorg ervoor dat de opening van de schep groot genoeg is voor de grootte van de mestdeeltjes van de te bemonsteren mest: de ingang van de schep moet minstens drie maal groter zijn dan de D_{95}^2 van het materiaal. De schep heeft rechtopstaande randen zodat het materiaal tijdens het scheppen niet terug kan vallen en heeft een volume van minimaal 250 ml. Omgekeerd wordt het overtollig materiaal boven de randen van de schep verwijderd (bijvoorbeeld met een spatel), aangezien dat niet tot de greep behoort.

5.3.3 BEMONSTERINGSPUNTEN

De verschillende bemonsteringspunten wordt gelijkmatig ruimtelijk verspreid over de omtrek van de partij.

Het bemonsteren van afgesloten of half afgesloten opslagseenheden zoals vrachtwagens, containers, bunkers en opslagloodsen zorgt voor een extra moeilijkheid inzake toegankelijkheid/bereikbaarheid en homogene spreiding van de grepen. Voorraadhoppen zijn (meestal) toegankelijk langs de volledige omtrek; vrachtwagens, containers zijn slechts langs één zijde toegankelijk (dikwijls de bovenkant). De grepen kunnen bijgevolg enkel langs de toegankelijke zijde genomen worden, waarbij de representativiteit van het monster natuurlijk beïnvloed wordt. Waar de voorraadhoop horizontaal bemonsterd wordt, zal een container of vrachtwagen verticaal bemonsterd moeten worden, wat de moeilijkheidsgraad van de monsternamen nog verhoogt.

² D_{95} (maximale korrelgrootte): korrelgrootte die overeenkomt met de (hypothetische) zeefmaat waarop na zeven maximaal 5% (m/m) van het materiaal achterblijft

Zorg ervoor dat de monstername steeds volledig beschreven en gedocumenteerd wordt, zeker als de monstername een beperking qua toegankelijkheid met zich meebrengt (bijvoorbeeld wanneer slechts langs 1 of 2 zijden van de hoop bemonsterd kon worden).

5.4 UITVOERING MONSTERNAME

5.4.1 ALGEMEEN

Voor de bemonstering van vaste dierlijke mest wordt één mengmonster genomen, bestaande uit meerdere grepen. De monstername kan manueel, met behulp van een Edelmanboor, schep/schop (zie werkwijze punt 5.4.2) uitgevoerd worden, of in combinatie met transportmiddelen zoals wielladers, shovels (zie werkwijze punt 5.4.3).

Voor hopen groter dan 500 m³ is de methode met wiellader/shovel de preferentiële methode (indien beschikbaar).

5.4.2 MANUELE WERKWIJZE BEMONSTERING MET EDELMANBOOR OF SCHEP

Bereken het volume van de te bemonsteren partij door een schatting te maken van het grondoppervlak en de gemiddelde hoogte en bepaal het nodige aantal grepen.

Bij afspraak worden de grepen genomen op menshoogte, tussen 30 en 150 cm hoogte ten opzichte van de grond. De ruimtelijke spreiding van de grepen moet zowel in horizontale als in verticale zin homogeen zijn. Neem geen onnodige risico's door op of over de hoop te lopen voor onbereikbare of slecht bereikbare bemonsteringspunten.

Bij monstername van X grepen (X= 9, 18 of 30 zie §5.3.1) met een boor wordt de hoop bemonsterd op X/3 plaatsen homogeen verdeeld over het oppervlak van de hoop. Er wordt geboord onder een neerwaartse hoek van ongeveer 45°. De eerste boring (aan het oppervlak) wordt verwijderd en daarna wordt de boor drie maal gevuld uit hetzelfde boorgat zodat deelmonsters verkregen worden uit verschillende dieptes in de hoop.

Bij monstername van X grepen (X= 9, 18 of 30 zie §5.3.1) met een schop of schep worden de X grepen homogeen verdeeld over het oppervlak van de hoop. Er wordt telkens een greep genomen op een diepte van minstens 30 cm onder het oppervlak na verwijderen van de oppervlaktelaag. Indien mogelijk mag afwisselend ook dieper bemonsterd worden.

Bemonstering met de Edelmanboor:

Houd de boor aan de handgreep vast en plaats hem op de mesthoop. Draai de boor rechtsom en met enige druk de hoop in. Na ongeveer 2¼ volledige rondes (van 360°) heeft de boor zich in de hoop gegraven.

De boor zal daardoor tot de beugel gevuld zijn met voldoende materiaal. Afhankelijk van de samenstelling van de mesthoop (zuivere mest of bewerkt met andere afval) moet vaker of minder vaak gedraaid worden om het gewenste resultaat te bereiken.

Haal de boor licht draaiend omhoog. Plaats voor het lossen van het materiaal de boor schuin met de punt op een verzamelbak of zeil. Klop met de boor op de basis van de bak of zeil. Het materiaal komt los en kan met de hand of verder tikjes op de basis uit de boor worden genomen.

Opmerkingen:

- Voorkom een overvolle boor. Dat maakt het lossen van het materiaal erg moeilijk. Een overvolle boor kan bij het omhooghalen veel zuigkracht ondervinden, wat het ophalen erg bemoeilijkt en monsterverlies in de hand werkt.
- Afhankelijk van de consistentie van de mest kan het helpen om bij het boren meer of net minder kracht op de boor uit te oefenen zodat het materiaal enigszins gecompacteerd wordt.
- Het is belangrijk dat alle boorsteken eenzelfde volume hebben. Steken met duidelijk minder volume moeten verwijderd worden.

Bemonstering met schep/schop met aangepaste opening:

Duw de schep/schop zo ver mogelijk schuin omhoog in het materiaal. Zorg ervoor dat de schep/schop volledig gevuld is, en dat alle grepen ongeveer dezelfde grootte hebben. Verwijder het overtollige materiaal dat boven op de schep/schop ligt (het behoort niet tot de greep). Breng telkens het materiaal uit de schep/schop in de verzamelbak of op een zeil.

De genomen grepen worden ter plaatse gemengd voor de bereiding van het laboratoriummonster (zie punt 7).

5.4.3 WERKWIJZE BEMONSTERING MET BEHULP VAN WIELLADER/SHOVEL/BULLDOZER

Deze gecombineerde monsternamemethode is toepasbaar voor partijen tot 1000 m³. Voor partijen > 500 m³ is dat de meest aangewezen methode.

Neem met de wiellader op minimum 4 (of een even aantal groter dan 4) verschillende plaatsen in de partij een vracht of laadschop. Dat even aantal (laadschop)vrachten wordt zodanig gespreid dat evenveel laadschoppen aan de buitenzijde (oppervlak) als van het midden (bulk) van de partij ontnomen worden. Om tot het midden van een grote partij te komen, worden met de wiellader eerst enkele vrachten materiaal uit de partij verwijderd om tot de bulk van het materiaal te komen. De verwijderde vrachten behoren niet tot de monstername; slechts de volgende laadschop uit de bulk van het materiaal wordt in rekening gebracht voor de monstername.

Net zoals bij de andere technieken mag ook hier geen monster genomen worden van het oppervlak van de hoop. Laat daarom, voor een laadschop van de buitenzijde wordt genomen om te bemonsteren, een dertigtal centimeter van het oppervlak afschrapen.

-Neem uit iedere subpartij vier grepen met een schep met een inhoud van minimaal 1 liter. Zorg ervoor dat de schep volledig gevuld is en verwijder eventueel het overtollige materiaal dat bovenop de schop/schep ligt (het behoort niet tot de greep). Zorg er met andere woorden voor dat alle deelgrepen eenzelfde volume hebben.

Herhaal die handeling op verschillende bemonsteringspunten (op minimaal 16 plaatsen), zodat de hoop uniform bemonsterd wordt.

Verzamel de grepen in een emmer, schaal, verzamelbak of kruiwagen. De genomen grepen worden ter plaatse gemengd voor de bereiding van het laboratoriummonster (zie punt 7).

6 BEMONSTERING VAN PLUIMVEEMEST IN DE STAL

6.1 AFBAKENING

Drie specifieke methodes kunnen onderscheiden worden voor de bemonstering van pluimveemest in de stal, afhankelijk van het staltype:

- bemonstering bij afdraaien van de mestbanden (batterijstal);
- bemonstering in een stal met grondhuisvesting met roosters;
- bemonstering in een stal met grondhuisvesting zonder roosters.

Afhankelijk van het type van stal zal een verschillende techniek gehanteerd moeten worden. Het is dan ook zeer belangrijk om eerst grondig na te gaan welke bemonsteringsmethode gevolgd moet worden.

6.2 MONSTER

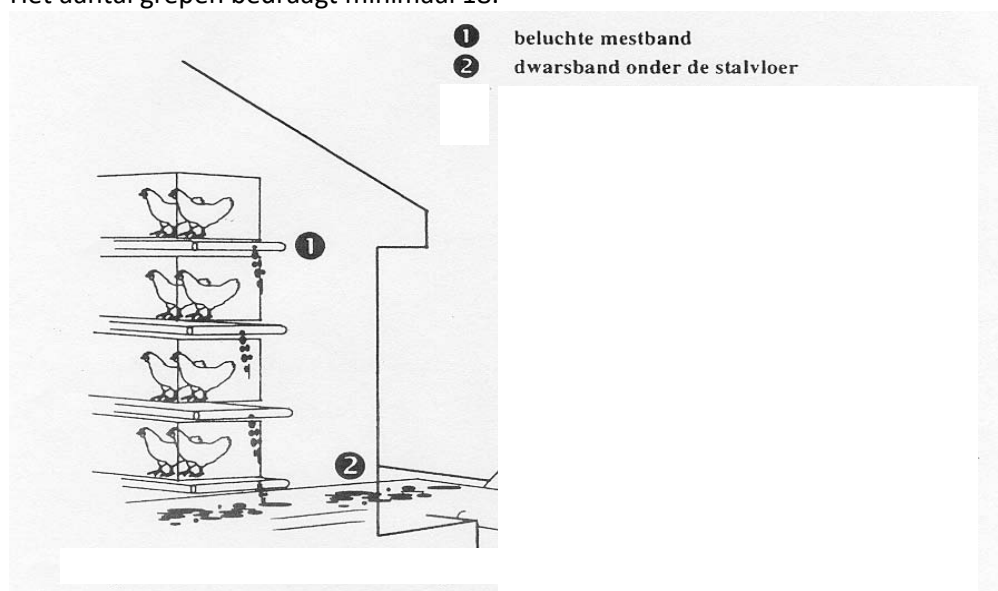
Het doel van de monsternamen, zoals beschreven in deze procedure, is een monster te nemen met een gemiddelde samenstelling dat representatief is voor de volledige stal. Daarom wordt per monsternamen één mengmonster genomen dat samengesteld is uit meerdere grepen die op verschillende plaatsen in de stal of van de mestbanden (bemonsteringspunten) genomen worden.

6.3 BEMONSTERING BIJ AFDRAAIEN VAN DE MESTBANDEN (BATTERIJSTAL)

6.3.1 AANTAL, PLAATS EN HOEEVEELHEID GREPEN

Bij voorkeur wordt de bemonstering uitgevoerd aan de dwarsband (verzamelband van de verschillende mestbanden, etages) net voor de mest in de loods gaat, dus onmiddellijk buiten de stal (Figuur 3). Als dat onmogelijk is, moeten de grepen genomen worden van de mestbanden zelf. Let daarbij op dat er een evenredige bemonstering is van de verschillende etages.

Het aantal grepen bedraagt minimaal 18.



Figuur 3 situering van de mestbanden in een batterijstal

6.3.2 UITVOERING MONSTERNAME

Hou de schaal, bak, emmer of kruiwagen onder de band, schraap met een handschepje of truweel de mest over de hele bandbreedte daarin. Wacht dan één tot twee minuten en voer dezelfde handeling opnieuw uit. De totale duur van afdraaien varieert per bedrijf, maar ligt meestal rond de 30 minuten.

De genomen grepen worden ter plaatse gemengd voor de bereiding van het laboratoriummonster (zie punt 7).

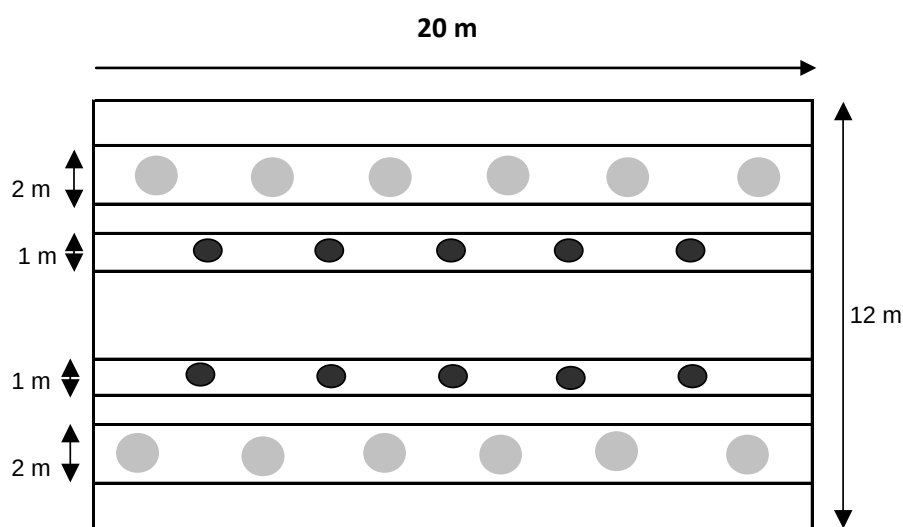
6.4 BEMONSTERING IN EEN STAL MET GRONDHUISVESTING ZONDER ROOSTER

6.4.1 AANTAL, PLAATS EN HOEEVEELHEID GREPEN

Opmerking: er moet gewerkt worden op oppervlaktebasis.

Algemeen geldt dat het monster van vaste mest representatief moet zijn. Het nemen van grepen op verschillende plaatsen in de stal is dus noodzakelijk. Er ontstaan verschillen in mestsamenstelling binnen de stal doordat de mest al dan niet in de buurt ligt van een voer- of drinkplaats.

Hierna wordt een voorbeeld van bemonstering uitgewerkt:



Figuur 4 situering van de voerplaatsen (grijs) en de drinkplaatsen (zwart)

Stap 1

Bepaal de lengte en breedte van de stal; de pluimveehouder is daarvan meestal op de hoogte.

In dit voorbeeld: 20 op 12 m.

Stap 2

Tel het aantal voer- en drinklijnen (Figuur 4) en maak een zo goed mogelijke inschatting van de oppervlakte van de mest die door elk van die lijnen beïnvloed wordt.

In dit voorbeeld:

2 voerlijnen - plaatsing: 4 van de 12 m lengte beïnvloed door de voerlijn (= 2/6).

2 waterlijnen - plaatsing: 2 van de 12 meter lengte beïnvloed door de waterlijn (= 1/6).

6 van de 12 meter lengte niet beïnvloed (= 3/6).

Stap 3

Berekening van het aantal grepen: het aantal te nemen grepen moet steeds minimaal 18 bedragen.

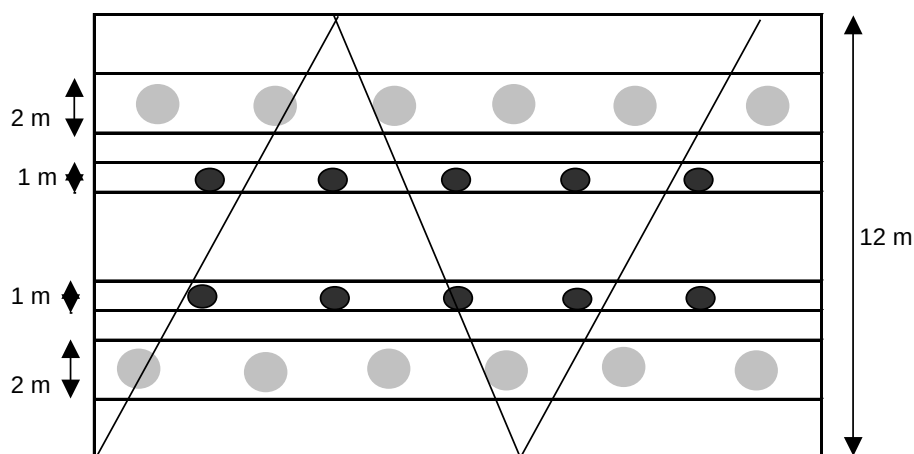
Neem steeds een veelvoud van de noemer van de plaatsverdeling.

In dit voorbeeld: er moet een veelvoud van zes genomen worden, dus 18 grepen (6 x 3).

Stap 4

Bepaal het aantal oversteken te verdelen over de stal (Figuur 5). Het gemakkelijkste is om als aantal hier te nemen het veelvoud dat in stap 3 genomen is om tot het aantal grepen te komen.

In dit voorbeeld: in stap 3 is 3 het gehanteerde veelvoud, dus 3 oversteken.



Figuur 5 situering van de oversteken

Stap 5

Verdeling van de grepen: evenredig met de hierboven verdeelde oppervlakteverdeling. De bemonsteringspunten moeten zodanig gekozen worden dat alle delen van de stal ongeveer evenveel aan bod komen.

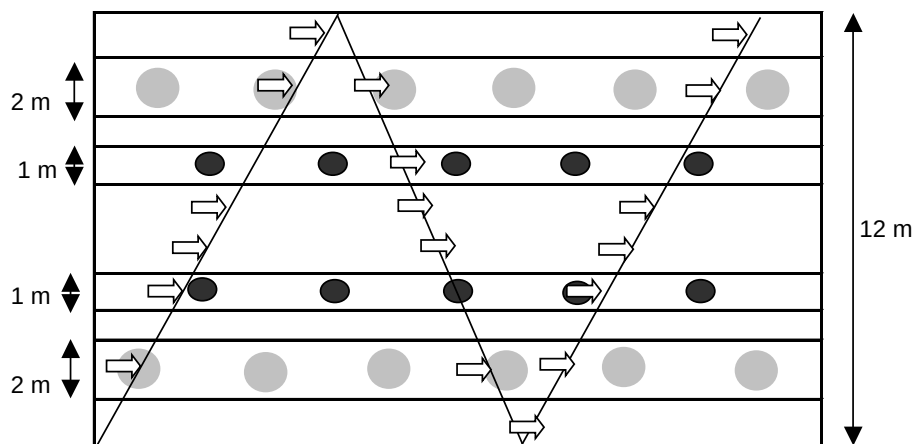
In dit voorbeeld:

Voerlijnmonsters: 2/6 ----- x 3 ----6 van de 18 grepen.

Waterlijnmonsters: 1/6----x 3-----3 van de 18 grepen.

Overige monsters: 3/6-----x 3-----9 van de 18 grepen.

Om de zaak overzichtelijk te houden, is het aan te bevelen om de zigzag drie maal uit te voeren, telkens voor een ander type greep (Figuur 6). Doorkruis de stal en neem de voerlijn grepen, kom terug en neem de waterlijn grepen en de derde keer de overige grepen.



Figuur 6 situering van de te nemen grepen

6.4.2 UITVOERING MONSTERNAME

Baken met het handschepje of truweel een bepaalde oppervlakte af, bijvoorbeeld 15 op 15 cm. Schep de volledige laaginhoud van het afgebakende oppervlak in de kruiwagen of emmer. Het is belangrijk om voor elke greep een even grote oppervlakte af te bakenen en op te scheppen (18 rasters).

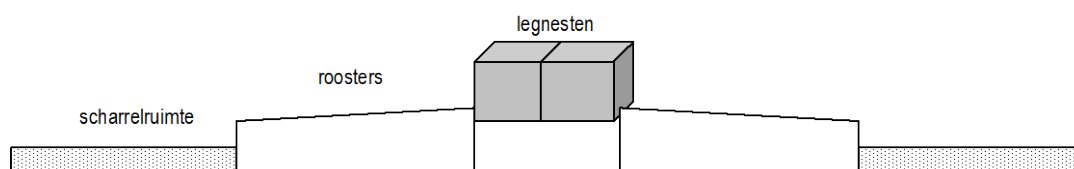
De genomen grepen worden ter plaatse gemengd voor de bereiding van het laboratoriummonster (zie punt 7).

6.5 BEMONSTERING IN EEN STAL MET GRONDHUISVESTING MET ROOSTER

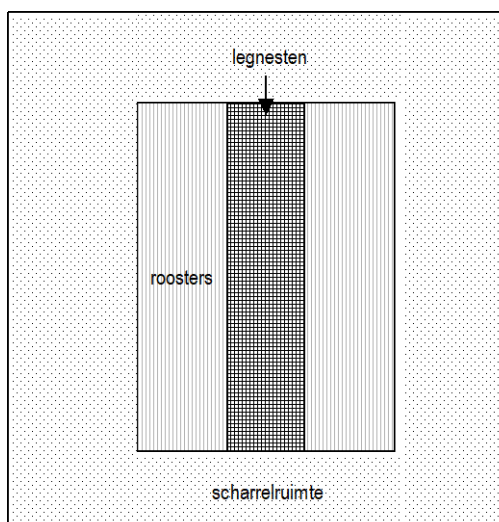
6.5.1 AANTAL, PLAATS EN HOEEVEELHEID GREPEN

Opmerking: er moet gewerkt worden op volumebasis.

Algemeen geldt dat het monster van vaste mest representatief moet zijn. Het nemen van grepen op verschillende plaatsen in de stal is dus noodzakelijk. Er ontstaan verschillen in mestsamenstelling binnen de stal doordat de mest al dan niet in de buurt ligt van een voer- of drinkplaats. Hieronder wordt een voorbeeld van inrichting van een dergelijke stal weergegeven (Figuur 7: zijaanzicht, Figuur 8: bovenaanzicht)



Figuur 7 dwarsdoorsnede van een stal met grondhuisvesting met beun



Figuur 8 bovenaanzicht van een stal met grondhuisvesting met beun

6.5.2 UITVOERING MONSTERNAME

Voorzie twee afzonderlijke bakken, schalen of emmers: één om de grepen te verzamelen die genomen worden onder de roosters en één om de grepen vanuit de scharrelruimte te verzamelen.

Stap 1 Bepalen van de verhouding

De verdeling van de te verzamelen hoeveelheid materiaal onder de rooster en in de scharrelruimte gebeurt op volumebasis. Daartoe wordt nagegaan (te bevragen aan de pluimveehouder of ter plaatse in te schatten) wat de volumes aan mest zijn in de scharrelruimte enerzijds en onder de roosters anderzijds om de verhouding tussen beide te bepalen. De te verzamelen hoeveelheid materiaal onder de rooster en in de scharrelruimte moet in dezelfde verhouding zijn.

In het bovenstaande voorbeeld op het einde van de cyclus was de hoeveelheid (volume) mest onder de roosters (40 cm hoog) gelijk aan de hoeveelheid (volume) mest in de scharrelruimte (7 à 8 cm hoog). Er was dus een verhouding van 1 op 1. Dat wil zeggen dat de hoeveelheid materiaal dat genomen wordt onder de roosters gelijk moet zijn aan de hoeveelheid materiaal dat verzameld wordt uit de scharrelruimte.

Stap 2 Grepen uit de scharrelruimte

Baken met het handschepje of truweel een bepaalde oppervlakte af, bijvoorbeeld 15 op 15 cm. Schep de volledige laaginhoud van het afgebakende oppervlak in de eerste bak, schaal of emmer. Het is belangrijk om voor elke greep een even grote oppervlakte af te bakenen en op te scheppen. Neem minimaal 9 grepen.

Let op: ook hier moet de verdeling van de voederlijnen en eventuele waterlijnen in rekening gebracht worden zoals beschreven in punt 6.4.1.

Stap 3 Grepen onder de rooster

Gebruik een schep of Edelmanboor (eventueel gutsboor) voor de bemonstering. Bemonster tot op de bodem en zorg voor een goede verdeling van de grepen over meerdere plaatsen onder de rooster. Verzamel het materiaal in de tweede bak, schaal of emmer. Neem zoveel grepen tot de hoeveelheid verzameld materiaal in de tweede bak/schaal/emmer ten opzichte van de eerste bak/schaal/emmer dezelfde verhouding heeft als bepaald in Stap 1.

In het voorbeeld: Dit zou erop neerkomen dat in beide emmers evenveel verzameld materiaal moet zitten, aangezien de verhouding 1 op 1 was.

De genomen grepen worden ter plaatse gemengd voor de bereiding van het laboratoriummonster (zie punt 7).

7 HOMOGENISEREN EN BEREIDEN VAN HET LABORATORIUMMONSTER

De genomen grepen worden ter plaatse gemengd tot een homogeen mengmonster. Het mengmonster wordt indien mogelijk in zijn geheel in het monsterrecipiënt gebracht. Als de monsterhoeveelheid van het mengmonster te groot is om het in zijn geheel over te brengen in het monsterrecipiënt (wat meestal het geval zal zijn), wordt de hoeveelheid mengmonster vooraf gereduceerd (door kwarteren) tot de benodigde hoeveelheid materiaal voor bereiding van het laboratoriummonster.

a. Homogeniseren:

Daarbij worden alle grepen uit de partij uitgespreid op een inerte ondergrond. Gebruik daarvoor een plastic schaal, zeil (een emmer is minder geschikt voor het verdere verdelen/kwarteren). Gebruik voor het mengen een schep of grotere schop.

Een goede homogenisatietechniek bestaat erin het materiaal op te hopen door de buitenzijden van het materiaal telkens naar het midden toe te scheppen. De gevormde hoop wordt daarna afgeplat en terug uitgespreid. Die werkwijze wordt enkele malen herhaald.

Een andere werkwijze bestaat erin het materiaal enkele keren van één hoop naar een andere hoop te scheppen. Gebruik daarvoor eventueel 2 schalen of zeilen (of een combinatie van beide) als de hoeveelheid materiaal te groot is om dat binnen één oppervlak te realiseren.

b. Reduceren met behulp van kwarteertechniek:

Spreek het gehomogeniseerde mestmonster cirkelvormig met beperkte laagdikte uit in de verzamelbak of -schaal. Verdeel de cirkel via twee diagonalen in 4 kwarten.

Verwijder twee tegenoverliggende kwarten (ze behoren niet tot het laboratoriummonster).

Voeg de overblijvende kwarten samen en homogeniseer opnieuw. Herhaal zonodig de handeling tot een monster van de juiste grootte (zie punt 5.2) wordt verkregen.

Het homogeniseren, reduceren en vullen van de monsterrecipiënten mag desgewenst ook met de handen worden uitgevoerd. In dat geval is het om hygiënische redenen aangeraden om 2 paar handschoenen over elkaar te dragen.

De richtlijnen voor de monstergrootte zoals gegeven in punt 5.2 en punt 6.2 gelden ook voor de verpakking van het materiaal. Het laboratoriummonster wordt verpakt in een stevige plastic monsterzak of goed afsluitbaar recipiënt zoals een emmer met deksel.

Als de omstandigheden of voorzieningen niet toelaten het samenstellen en homogeniseren op een verantwoorde wijze uit te voeren, worden de grepen afzonderlijk verpakt en met de nodige richtlijnen voor het samenstellen van het mengmonster aan het laboratorium bezorgd.

Voor de bepaling van de samenstelling van mest kan alternatief bemonsterd worden bij transport. Het bemonsteren van vrachten moet uitgevoerd worden conform CMA/1/A.15 §3.2.5. (Monsterneming van containervrachten).

8 IDENTIFICATIE VAN DE MONSTERS

De labeling (nummer, barcode ...) van het monster moet eenduidig zijn, zodat achteraf geen misverstanden kunnen ontstaan over de herkomst van het monster.

Gegevens over de monstername worden gerapporteerd overeenkomstig BAM/deel 8/20. Onverminderd de bepalingen van BAM/deel 8/20 moeten de volgende gegevens vermeld worden op het (digitale) monsternameformulier dat het monster begeleidt:

- a. opdrachtgever, adres, landbouwnummer en exploitatienummer;
- b. opdrachtgever en/of derden aanwezig bij de monstername;
- c. type mest (bijvoorbeeld varkensstalmest, slachtkuikenmest, runderstalmest). Daarvoor moet gebruik gemaakt worden van de mestcodes die door de Vlaamse Landmaatschappij gebruikt worden en zoals opgenomen in SMIL;
- d. de gps-coördinaten in WGS84-formaat, in decimale graden tot op 5 decimalen, van de bemonsterde stal of opslag. Die coördinaten moeten ter plaatse bepaald worden met een gps-toestel;
- e. omschrijving van de plaats van monstername (bijvoorbeeld mesthoop, loods, container, batterijstal, stal met grondhuisvesting met/zonder beun ...);
- f. beschrijving monstername (uitgevoerd in de stal, hoop, bemonsteringspatroon, stal beschrijving ...);
- g. het aantal deelgrepen dat nodig is om het minimaal vereiste monstervolume te verkrijgen;
- h. gebruikte monstername-apparatuur (schep, Edelmanboor ...);
- i. naam van de monsternemer. Als het laboratorium specifieke identificatienummers hanteert voor zijn monsternemers, wordt dat nummer eveneens op het verslag vermeld. Als het monster niet genomen is door een monsternemer verbonden aan het laboratorium, moet dat uitdrukkelijk vermeld worden;
- j. datum en uur van de monstername;
- k. eigen monsternummer of monstercodering;
- l. belangrijke opmerkingen en/of afwijkingen die een invloed kunnen hebben op de interpretatie van het analyseresultaat.

Het monsterbeheersysteem van het laboratorium moet toelaten om achteraf iedere informatie over een individueel monster eenduidig te traceren.

9 MONSTERCONSERVERING EN TRANSPORT

- Het monster wordt onmiddellijk na de monstername gekoeld (5 ± 3)°C bewaard. Alle transporten moeten gekoeld gebeuren (met koelbox of koeling in de wagen).
- Bij bewaring moet de koeling traceerbaar zijn.
- Het monster moet ten laatste de zevende dag na de monstername in bewerking genomen worden voor analyse.

10 REFERENTIES

- a. Uit werkvoorschriften: het nemen van pluimveemeststalen mei 2004. Opgesteld in het kader van het project "Evaluatie van de mestuitscheidingscijfers en de mestsamenstellingscijfers voor

- pluimvee". Samenwerking tussen de Bodemkundige Dienst van België en het Proefbedrijf voor de Veehouderij te Geel, in opdracht van de Mestbank
- b. VLM werkdokument, Problematieken/ knelpunten, suggesties bij de staalname van de verschillende mestsoorten. Jaarlijks overleg laboratoria: Bespreking staalnamemethode volgens compendium. (7227/06/2003)
 - c. VLM werkdokument, Evalueren van de mestuitscheidings- en de mestsamenstellingscijfers voor pluimvee, bijlage 1: Monsternamprotocols voor het project "Praktijkcijfers Mest en Mineralen Pluimveehouderij", Projectvoorstel Mestbank juni 2003
 - d. Coffey R.D., Parker G. R., Laurent K.M. (2003). Sampling animal manure. University of Kentucky, college of agriculture, ID 148.
 - e. Hochmuth G.J., Jones J.T. (2003). Collecting a Poultry Litter Sample for Analysis. University of Florida, IFAS Extension.
 - f. Goan C., Walker F. (2004). Poultry litter Sampling and testing. University of Tennessee, Agricultural Extension Service, SP563.

Vaste behandelde mest - Bemonstering

INHOUD

1	Toepassingsgebied	3
2	Hygiënemaatregelen	3
3	Identificatie van de monsters	3
4	Monsterconservering en transport	4

1 TOEPASSINGSGEBIED

Voor de bemonstering van vaste behandelde mest zoals vaste (en pasteuze) digestaten en compost afkomstig van de (co)bewerking of (co)verwerking van dierlijke mest wordt verwezen naar CMA/1/A.15 *Afvalstoffen - grondstoffen: Monsternemingstechnieken vaste materialen*, CMA/1/A.17 *Afvalstoffen - grondstoffen: Monsternemingstechnieken (vloeibare) pasteuze materialen* en CMA/1/A.18 *Afvalstoffen - grondstoffen: monstervoorbehandeling ter plaatse*.

2 HYGIËNEMAATREGELEN

Bij bemonstering moeten de sanitaire voorschriften die gelden op het bedrijf op aangeven van de opdrachtgever worden nageleefd (bijvoorbeeld laarzen door ontsmettend bad, gebruik van overalls ter plaatse, douchen)

Zowel de beschermkledij (overall, schoeisel ...) als al het materiaal voor de monsternamen moeten voldoende zuiver zijn bij het betreden van het bedrijf om cross-contaminatie vanuit eerder bezochte bedrijven te voorkomen.

3 IDENTIFICATIE VAN DE MONSTERS

De labeling (nummer, barcode ...) van het monster moet eenduidig zijn, zodat achteraf geen misverstanden kunnen ontstaan over de herkomst van het monster.

Gegevens over de monsternamen worden gerapporteerd overeenkomstig BAM/deel 8/20. Onverminderd de bepalingen van BAM/deel 8/20 moeten de volgende gegevens vermeld worden op het (digitale) monsternamenformulier dat het monster begeleidt:

- a. opdrachtgever, adres, landbouwnummer en exploitatienummer;
- b. opdrachtgever en/of derden aanwezig bij de monsternamen;
- c. referentie van mestafzetdocument MAD/burenregeling BR bij vrachtbemonstering;
- d. type mest (bijvoorbeeld (vaste fractie) digestaat, compost ...). Daarvoor moet gebruik gemaakt worden van de mestcodes die door de Vlaamse Landmaatschappij gebruikt worden en zoals opgenomen in SMIL. Dezelfde omschrijving moet gebruikt worden als de omschrijving die gebruikt wordt op het mestafzetdocument (MAD) indien van toepassing;
- e. gps-coördinaten in WGS84-formaat, in decimale graden tot op 5 decimalen, van de bemonsterde opslag. Die coördinaten moeten ter plaatse bepaald worden met een gps-toestel;
- f. omschrijving van de plaats van monsternamen (bijvoorbeeld hoop, loods, container ...);
- g. beschrijving monsternamen (bemonsteringspatroon);
- h. het aantal deelgrepen dat nodig is om het minimaal vereiste monstervolume te verkrijgen;
- i. gebruikte monsternamen-apparatuur;
- j. naam van de monsternemer. Als het laboratorium specifieke identificatienummers hanteert voor zijn monsternemers, wordt dat nummer eveneens op het verslag vermeld. Als het monster niet genomen is door een monsternemer verbonden aan het laboratorium, moet dat uitdrukkelijk vermeld worden;
- k. datum en uur van de monsternamen;

- l. eigen monsternummer of monstercodering;
- m. belangrijke opmerkingen en/of afwijkingen die een invloed kunnen hebben op de interpretatie van het analyseresultaat.

Het monsterbeheersysteem van het laboratorium moet toelaten om achteraf iedere informatie over een individueel monster eenduidig te traceren.

4 MONSTERCONSERVERING EN TRANSPORT

- Het monster wordt onmiddellijk na de monstername gekoeld (5 ± 3)°C bewaard. Alle transporten moeten gekoeld gebeuren (met koelbox of koeling in de wagen).
- Bij bewaring moet de koeling traceerbaar zijn.
- Het monster moet ten laatste de zevende dag na de monstername in bewerking genomen worden voor analyse.

Vaste mest en vaste behandelde mest - Monstervoorbehandeling

INHOUD

1	Principe	3
2	Materiaal	3
3	Reagentia	4
4	Werkwijze voor homogenisatie en verkleinen	4
5	Werkwijze voor monster gedroogd met wijnsteenzuur	4
6	Berekening van de droogfactor	5
7	Kwaliteitscontrole	5
8	Referentie	5

De onderstaande methode beschrijft de procedure voor de voorbehandeling van monsters van vaste mest voorafgaand aan de analyse. Daarbij wordt uitgegaan van een laboratoriummonster met een volume van 5 liter.

Monsters van vaste mest met een drogestofgehalte tussen 15 en 30% kunnen zowel ingedeeld worden bij de vloeibare mest als bij de vaste mest. Het indelen van het geleverde laboratoriummonster in het betreffende matrixtype en de daarbij horende monstervoorbehandeling kan uitgevoerd worden op basis van het geschatte drogestofgehalte in combinatie met een visuele beoordeling. De fysische toestand op basis van de visuele waarneming is echter determinerend voor het uitvoeren van de monstervoorbehandeling.

De monstervoorbehandeling van vaste behandelde mest is beschreven in het Compendium voor monsterneming en analyse ter uitvoering van het Materialendecreet en het Bodemdecreet, en meer specifiek in CMA/5/B.1 *Monstervoorbehandeling van Meststof-Bodemverbeterend middel* (<https://emis.vito.be/nl/referentielabo-ovam>).

Zowel voor vaste mest als voor vaste behandelde mest moeten de monsters:

- a. altijd koel bewaard worden bij een temperatuur van $(5 \pm 3)^{\circ}\text{C}$ om omzettingen te vermijden;
- b. ten laatste de zevende dag na de monsterneming in bewerking genomen worden voor analyse.

1 PRINCIPE

In deze procedure wordt het ruwe monster in zijn geheel eerst grondig gemengd. Een portie van ten minste 500 g wordt na menging en kwartering in bewerking genomen als laboratoriummonster.

Na mengen/malen wordt voorzien in representatieve deelmonsters voor de bepaling van:

- a. droge stof bij 105°C : vers monster;
- b. totale fosfor: monster gedroogd bij 105°C en vermalen tot $< 0,5 \text{ mm}$ (zie BAM/deel 4/03);
- c. totale stikstof, ammoniumstikstof: monster gedroogd met wijnsteenzuur en vermalen tot $< 0,5$ of 1 mm (zie punt 5).

Opmerking: Het analysemonster voor de drogestofbepaling kan verder gebruikt worden voor de bepaling van totaal fosfor.

2 MATERIAAL

Het gebruikelijke laboratoriumglaswerk en ook:

- a. verkleinapparaat;
- b. droogblik;
- c. kunststof mengkaarten, van inert materiaal;
- d. droogschalen;
- e. balans, met een nauwkeurigheid van minstens 1 mg;
- f. doseerapparaat;
- g. droogstoof, ingesteld op een temperatuur van $70^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$;
- h. kruisslagmolen, voorzien van een zeef met openingen met een middellijn van 1 mm.

Als verkleinapparaat voor vaste mest wordt een snijmolen of messenmolen aanbevolen (zie Figuur 1).



Figuur 1: Snijmolen of messenmolen

Voor monsters met stro wordt het laboratoriummonster gehomogeniseerd door achtereenvolgens verschillende deelmonsters in de snijmolen te brengen tot een voldoende grote representatieve hoeveelheid voor analyse is verkregen.

3 REAGENTIA

Gebruik uitsluitend reagentia van analytisch zuivere kwaliteit:

- ultra puur water;
- wijnsteenzuuroplossing $c(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_6) = 0,445 \text{ mol/l}$: los 667 g wijnsteenzuur op in circa 8 l water en vul aan tot 10 l met water.

4 WERKWIJZE VOOR HOMOGENISATIE EN VERKLEINEN

Het ruwe monster wordt “grondig gemengd” of “gehomogeniseerd door manuele omzetting”. Verwijder mestvreemde voorwerpen. Neem vervolgens een deelmonster van ten minste 500 g in bewerking.

Splits het monster in de delen A en B als in het monster ook een of meer bepalingen in het verse product moeten worden uitgevoerd.

Ga daarvoor als volgt te werk: Verzamel het gemalen monster op een droogblik, meng en verdeel het monster met een mengkaart in twee gelijke porties door herhaalde toepassing van de methode van kwarteren.

Bewaar het deel A dat is bestemd voor een bepaling in het verse product, als die niet dezelfde dag wordt uitgevoerd, bij $(5 \pm 3)^\circ\text{C}$. Respecteer de voorgeschreven houdbaarheidstermijn voor de nog te bepalen parameters.

Ga verder met deel B volgens punt 5 voor het verkrijgen van een monster gedroogd met wijnsteenzuur.

5 WERKWIJZE VOOR MONSTER GEDROOGD MET WIJNSTEENZUUR

Weeg een lege droogschaal tot op 0,1 g nauwkeurig (massa m_0).

Neem met een lepel op ten minste tien verschillende plaatsen van het gemalen en gemengde monster een deelmonster. Breng ongeveer 250 g van het monster in een droogschaal en weeg tot op 0,1 g nauwkeurig (massa m_1).

Voeg met een doseerapparaat 300 ml wijnsteenzuuroplossing toe. Meng met de lepel de toegevoegde hoeveelheid wijnsteenzuuroplossing door het monster tot een homogene suspensie. Eventueel aanwezige klontjes moeten met de lepel worden fijngewreven.

Opmerking 2: Wijnsteenzuur wordt toegevoegd om de voorkomen dat ammoniak verdampt tijdens de monstervoorbehandeling door drogen.

Droog bij $70^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ in de droogstoof tot luchtdroog. Schep tijdens het drogen het monster met de lepel en keer om. Weeg de droogschaal met inhoud tot op 0,1 g nauwkeurig (massa m_2). Maal het luchtdroge monster met de kruisslagmolen en verklein tot $< 0,5$ of 1 mm.

6 BEREKENING VAN DE DROOGFACTOR

Bij verdere bepalingen, uitgevoerd op het monster gedroogd met wijnsteenzuur, moet de droogfactor in de uiteindelijke berekeningen worden opgenomen.

Bereken de droogfactor (D) met de vergelijking:

$$D = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0}$$

waarbij:

D: droogfactor;

m_0 : massa van de lege droogschaal, in g;

m_1 : massa van de droogschaal en vers monster, in g;

m_2 : massa van de droogschaal met inhoud na drogen, in g.

Rond de uitkomst af op 3 decimalen.

7 KWALITEITSCONTROLE

Als kwaliteitscontrole wordt voor minstens 1 relevante parameter per dag minstens 1 monster in duplo geanalyseerd. Daarvoor worden na de monstervoorbehandeling 2 deelmonsters genomen die het volledige analysetraject doorlopen.

8 REFERENTIE

NEN 7431:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Monstervoorbehandeling door mengen, drogen en malen - Stapelbare mest

Vaste mest en vaste behandelde mest - Drogestofgehalte

INHOUD

1	Principe	3
2	Apparatuur en materiaal	3
3	Werkwijze	3
4	Opmerkingen	3
5	Berekeningen	4
6	Referentie	4

1 PRINCIPE

De monstervoorbehandeling wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 4/02.

Het drogestofgehalte (ten opzichte van vers materiaal) moet bepaald worden om de omrekening naar vers materiaal mogelijk te maken bij de bepaling van totale fosfor.

De methode bestaat uit het drogen van een vooraf vastgelegde hoeveelheid gehomogeniseerd monster bij een temperatuur van $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ gedurende een vastgelegde tijd.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

- droogschalen of geschikte recipiënten voor een grote hoeveelheid monster. Daarin moet 250 g monster verdeeld kunnen worden zodat de maximale dikte 2 tot 2,5 cm bedraagt;
- droogstoof, mechanisch geventileerd, ingesteld op een temperatuur van $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$;
- exsiccator;
- balans met een nauwkeurigheid van 0,001 g;
- molen, voor het verkleinen van het gedroogde monster.

3 WERKWIJZE

Er wordt vertrokken van vers materiaal dat niet is voorbehandeld met wijnsteenzuur. Om de representativiteit van het monster te garanderen, wordt een voldoende groot deelmonster genomen (± 250 g).

De recipiënten worden voorbehandeld door ze te drogen in de droogstoof bij $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ en te laten afkoelen. De lege recipiënten worden gewogen (m_0).

Breng ongeveer 250 g materiaal in de droogschaal. Opnieuw wegen (m_1).

Schalen in de vooraf verwarmde droogstoof brengen. Drogen gedurende 24 uur bij $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$. Schalen uit de droogstoof nemen en laten afkoelen tot omgevingstemperatuur in het laboratorium. Gezien de omvang van de schalen is het praktisch niet haalbaar om de schalen in een exsiccator te laten afkoelen. De fout die geïntroduceerd wordt door afkoelen in het labo is verwaarloosbaar door de grote hoeveelheid monster. Opnieuw wegen (m_2).

Opmerking: Als het gedroogde analysemonster verder wordt gebruikt voor de totale P bepaling, wordt dat monster gemalen tot $< 0,5$ mm.

4 OPMERKINGEN

- Wegingen gebeuren tot op 10 mg nauwkeurig.
- Het gehalte aan totale P kan bepaald worden op een testportie van het gedroogd monster.

5 BEREKENINGEN

$$DS = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 1000$$

waarbij:

DS: drogestofgehalte in kg/1000 kg VM;

m_0 : massa leeg recipiënt in g;

m_1 : massa recipiënt + vers monster in g;

m_2 : massa recipiënt + droog monster in g.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 , 1 decimaal voor waarden > 1 en tot op één geheel getal voor waarden > 100 .

6 REFERENTIE

NEN 7432:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van de gehalten aan droge stof en organische stof - Gravimetrische methode

Vaste mest en vaste behandelde mest - Totale fosfor

INHOUD

1	Principe	3
2	Apparatuur en materiaal	3
3	Reagentia	3
4	Destructieprocedures	3
4.1	<i>Ontsluiting met verassing en HNO_3 destructie</i>	3
4.2	<i>Ontsluiting met HNO_3/HCl (aqua regia)</i>	4
5	Analytische bepaling van fosfor in de destructie-oplossing	4
6	Berekeningen	5
7	Referenties	5

1 PRINCIPE

De monstervoorbehandeling wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 4/02.

Voor de bepaling van totale P in vaste mest of vaste behandelde mest kunnen de volgende destructie- en analysemethoden worden toegepast:

- Het gedroogde monster wordt verast bij 550°C, vervolgens wordt de as opgelost in HNO_3 . De bepaling van fosfor in de oplossing gebeurt spectrofotometrisch of met ICP-AES.
- Het gedroogde monster wordt ontsloten met een aqua regia ($\text{HNO}_3\text{:HCl}$) destructie. De bepaling van fosfor in de oplossing wordt uitgevoerd met ICP-AES.

Voor de bepaling van totale P in vaste mest kan het monster worden ontsloten met zwavelzuur, waterstofperoxide en kopersulfaat volgens NEN 7433. De bepaling van fosfor in de oplossing gebeurt spectrofotometrisch of met ICP-AES. Op dezelfde ontsluitingsoplossing is het mogelijk om totaal N (= Kjeldahl-N) te bepalen, op voorwaarde dat het monster bij de monstervoorbehandeling gedroogd werd met wijnsteenzuur.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

- a. verassingsschalen;
- b. oven ingesteld op $550^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$;
- c. exsiccator;
- d. verwarmplaat;
- e. asvrij filtreerpapier;
- f. zuurbestendige destructieblok, programmeerbaar tot minimaal 105°C ;
- g. wegwerpbare destructiebuizen van 50 ml, zuurbestendig;
- h. compacte condensor.

3 REAGENTIA

- a. HNO_3 , 14 mol/l;
- b. HNO_3 , 1 mol/l;
- c. HCl , 12 mol/l.

4 DESTRUCTIEPROCEDURES

4.1 ONTSLUITING MET VERASSING EN HNO_3 DESTRUCTIE

Weeg 1 à 2,5 g droog monster, gemalen tot $< 0,5$ mm, tot op 1 mg nauwkeurig (m).

Veras dat monster bij 550°C gedurende 4 uur. De as moet grijswit zijn. Als de as niet wit kleurt: enkele druppels 14M HNO_3 toevoegen en nogmaals verassen gedurende 1 uur.

Breng de as kwantitatief over in een beker van 100 ml met 20 ml 1M HNO_3 1M. Eén uur laten digesteren op een verwarmplaat of in een warmwaterbad.

Filtreren en filtraat opvangen in een maatkolf van 100 ml en de filter goed spoelen met 1M HNO_3 . Aanlengen tot 100 ml met 1M HNO_3 .

4.2 ONTSLUITING MET HNO_3/HCl (AQUA REGIA)

De destructie kan ook uitgevoerd worden in een verwarmbare destructieblok met destructiebuizen voorzien van een compacte condensor.

Opmerking: Als alternatief kan voor de condensor een horlogeglas of een afsluitdop (vastdraaien en een halve slag terug losdraaien) worden gebruikt.

Weeg 1 g gedroogd monster, gemalen tot < 0,5 mm, tot op 1 mg nauwkeurig (m) in een destructiebuis. Voeg stapsgewijs 4 ml 14M HNO_3 en 12 ml 12M HCl toe.

Plaats de condensor op de destructiebuizen. Laat de destructiebuizen op kamertemperatuur staan om een trage reactie van het organisch materiaal mogelijk te maken. Voer het destructieprogramma uit met stapsgewijze opwarming, bijvoorbeeld:

- opwarmen in 20 minuten naar 45°C, 5 minuten bij 45°C;
- opwarmen in 10 minuten naar 65°C, 10 minuten bij 65°C;
- opwarmen naar 105°C, 120 minuten bij 105°C.

Filtreer het monster na destructie. Aanlengen met ultra puur water tot 50 ml.

5 ANALYTISCHE BEPALING VAN FOSFOR IN DE DESTRUCTIE-OPLOSSING

De analytische bepaling van fosfor in de ontsluitingsoplossing kan worden uitgevoerd volgens:

- NBN EN ISO 11885:2009 Water quality - Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (ISO 11885:2007).

De analytische bepaling van fosfor in de ontsluitingsoplossing kan spectrofotometrisch worden uitgevoerd volgens:

- NBN EN ISO 6878: 2004 Water quality - Determination of phosphorus - Ammonium molybdate spectrometric method;
- NBN EN ISO 15681-1: 2005 Water quality - Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) - Part 1: Method by flow injection analysis (FIA) (ISO 15681-1: 2003);
- NBN EN ISO 15681-2: 2005 Water quality - Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) - Part 2: Method by continuous flow analysis (CFA) (ISO 15681-2: 2003);
- ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection.

Opmerking: Voor de spectrofotometrische methodes wordt het fosfor gehalte bepaald in een vijfvoudige verdunning van de ontsluitingsoplossing.

6 BEREKENINGEN

De gemeten fosforconcentratie wordt omgerekend naar een concentratie C_p (kg P_2O_5 /1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule:

$$C_p = \frac{C_1}{m} \times f \times V \times DS \times 2.29 \times \frac{1}{1000}$$

waarbij:

C_p : concentratie fosfor in het oorspronkelijk monster in kg P_2O_5 /1000 kg VM;

C_1 : gemeten fosfor concentratie verkregen in mg P/l;

f: eventuele verdunningsfactoren;

V: volume van ontsluitingsoplossing in liter;

DS: drogestofgehalte bepaald in kg /1000 kg VM;

m: massa droog monster dat in bewerking werd genomen in g.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 en 1 decimaal voor waarden > 1 .

7 REFERENTIES

- a. NEN 7435:1998 2de ontwerp Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van het gehalte aan fosfor in destrukaten
- b. NBN EN 13650:2001 Soil improvers and growing media - Extraction of aqua regia soluble elements
- c. NBN EN ISO 6878:2004 Water quality - Determination of phosphorus - Ammonium molybdate spectrometric method
- d. NBN EN ISO 15681-1:2005 Water quality - Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) - Part 1: Method by flow injection analysis (FIA) (ISO 15681-1: 2003)
- e. NBN EN ISO 15681-2:2005 Water quality - Determination of orthophosphate and total phosphorus contents by flow analysis (FIA and CFA) - Part 2: Method by continuous flow analysis (CFA) (ISO 15681-2:2003)
- f. NBN EN ISO 11885:2009 Water quality - Determination of selected elements by inductively coupled plasma optical emission spectrometry (ICP-OES) (ISO 11885:2007)
- g. ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection.
- h. C. Vanhoof, A. Cluyts, K. Duyssens, E. Poelmans, Wendy Wouters en K. Tirez, *Houdbaarheid van N parameters en destructie van P in mestmonsters*, VITO rapport 2011/MANT/070, https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/rapport_mest_N_en_P_2011.pdf
- i. C. Vanhoof en K. Tirez, *Evaluatie analysemethoden voor de bepaling van anorganische parameters in digestaten*, VITO rapport 2012/MANT/R/005, https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/Rapport_2011_digestaten_finaal.pdf
- j. C. Vanhoof en K. Tirez, *Harmonisatie anorganische analysemethoden voor de analyse van compost, mest en diverse digestaatstromen*, VITO rapport 2012/MANT/R/086, https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/2012_Bodemverbeterende_middelen_finaal.pdf

Vaste mest en vaste behandelde mest - Ammoniumstikstof

INHOUD

1	Principe	3
2	Extractieprocedure	3
2.1	<i>Apparatuur en materiaal</i>	3
2.2	<i>Reagentia</i>	3
2.3	<i>Werkwijze</i>	3
3	Bepaling van ammonium in het extract na stoomdestillatie	4
3.1	<i>Principe</i>	4
3.2	<i>Procedure</i>	4
3.3	<i>Berekeningen</i>	4
4	Spectrofotometrische bepaling van ammonium in het extract	5
4.1	<i>Meting van ammoniumstikstof in de uitloging</i>	5
4.1.1	Ammoniumstikstof met manuele spectrofotometrische methode	5
4.1.2	Ammoniumstikstof met continu-doorstroomanalyse (CFA) met spectrofotometrische detectie	5
4.1.3	Ammoniumstikstof met ion chromatografie	6
4.1.4	Ammoniumstikstof met een discreet analysesysteem (spectrofotometrische detectie)	6
4.2	<i>Berekeningen</i>	6
5	Referenties	7

1 PRINCIPE

De monstervoorbehandeling wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 4/02.

Voor de bepaling van het ammonium gehalte in vaste mest of vaste behandelde mest wordt van het monster, gedroogd na toevoeging van wijnsteenzuur en vermalen tot < 0,5 of 1 mm, een extractie met KCl uitgevoerd. In het extract wordt vervolgens het ammonium gehalte bepaald volgens:

- ISO 5664: 1984 Water quality - Determination of ammonium - Distillation and titration method;
- ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method;
- NBN EN ISO 11732:2005 Water quality - Determination of ammonium nitrogen - Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection;
- NBN EN ISO 14911:1999 Water quality - Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography - Method for water and waste water (ISO 14911:1998);
- ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection.

Opmerking: bij zwaar belaste matrices moet de nodige aandacht besteed worden aan de analyse om interferentievrij te meten.

2 EXTRACTIEPROCEDURE

2.1 APPARATUUR EN MATERIAAL

- schudtoestel;
- plooifilter of vergelijkbaar.

2.2 REAGENTIA

- kaliumchloride-oplossing, 1 mol/l: los 74.6 g KCl op in 1 l water.

2.3 WERKWIJZE

Weeg 5 g monster, gedroogd na toevoeging van wijnsteenzuur af in een recipiënt op 1 mg nauwkeurig (m).

Voeg 50 ml 1M KCl toe (V_{ext}). Schud 30 minuten bij constante temperatuur.

Het extract wordt gecentrifugeerd of gefiltreerd. Spoel de filter met monsteroplossing. Het eerste deel van het filtraat wordt verworpen. Vang het overige filtraat op in een droog recipiënt.

3 BEPALING VAN AMMONIUM IN HET EXTRACT NA STOOMDESTILLATIE

3.1 PRINCIPE

Ammonium in een oplossing die alkali-labele stikstof componenten bevat, wordt vrijgesteld door toevoeging van MgO. De daarbij gevormde ammoniak wordt door stoomdestillatie vrijgesteld en opgevangen in een overmaat zuur. De hoeveelheid ammonium wordt door terugtitratie bepaald.

Er wordt tijdens de destillatie geen gebruik gemaakt van natriumhydroxide en de destillatieduur wordt zo kort mogelijk gehouden om te vermijden dat alkali-labele organische stikstofverbindingen mee bepaald worden.

3.2 PROCEDURE

De procedure zoals beschreven in ISO 5664:1984 is van toepassing met de volgende aanvullingen:

- §2.3 Gevoeligheid: niet van toepassing;
- §4 Reagentia: andere reagentia of concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- §6 Monsterbehandeling: niet van toepassing;
- §7.1 Selectie van testportievolume ($V_{\text{testportie}}$): andere volumes mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- §7.2.3 Bepaling: ook andere eindpuntdetecties zijn mogelijk.

3.3 BEREKENINGEN

Daarbij moet rekening gehouden worden met de voorbehandeling van de monsters.

Het resultaat wordt uitgedrukt als stikstofconcentratie C_N (kg N/1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule:

$$C_N = M_N \times \frac{(V_1 - V_0) \times C_{HCl}}{m} \times D \times \frac{V_{ext}}{V_{testportie}}$$

waarbij:

C_N : concentratie ammonium in het oorspronkelijke monster in kg N/1000 kg VM;

M_N : molaire massa van stikstof (14.007 g/mol);

V_1 : volume bij titratie van het monster in ml;

V_0 : volume bij titratie van de blanco in ml;

m : massa van het monster dat in bewerking werd genomen in g;

C_{HCl} : concentratie van het zoutzuur in mol/l;

D : droogfactor;

V_{ext} : volume extractiemiddel in ml;

$V_{testportie}$: volume van de testportie in ml.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 en 1 decimaal voor waarden > 1 .

4 SPECTROFOTOMETRISCHE BEPALING VAN AMMONIUM IN HET EXTRACT

De bepaling van ammonium kan uitgevoerd worden in het extract met een van de volgende methodes:

- ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method;
- NBN EN ISO 11732:2005 Water quality - Determination of ammonium nitrogen - Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection;
- NBN EN ISO 14911:1999 Water quality - Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography - Method for water and waste water (ISO 14911:1998);
- ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection.

4.1 METING VAN AMMONIUMSTIKSTOF IN DE UITLOGING

4.1.1 AMMONIUMSTIKSTOF MET MANUELE SPECTROFOTOMETRISCHE METHODE

De procedure zoals beschreven in ISO 7150-1:1984 is van toepassing met de volgende aanvullingen:

- §1.5 Gevoeligheid: de minimale absorbantie moet gecontroleerd worden, maar de gebruikte concentratie en de toegepaste procedure kan afwijken ten opzichte van de beschreven ISO-procedure;
- §4 Reagentia: andere reagentia of concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- §6 Monsterbehandeling: niet van toepassing;
- §7.3 Bepaling: andere relevante concentratieniveaus mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing. Voor monsters en standaarden moet dezelfde procedure worden toegepast;
- §7.5 Kalibratie: de methodiek mag afwijken van de beschreven procedure als de kalibratielijn wordt opgesteld met minstens 5 kalibratieoplossingen en ze voldoet voor deze toepassing.

4.1.2 AMMONIUMSTIKSTOF MET CONTINU-DOORSTROOMANALYSE (CFA) MET SPECTROFOTOMETRISCHE DETECTIE

De procedure zoals beschreven in NBN EN ISO 11732:2005 is van toepassing met de volgende aanvullingen:

- §3 Bepaling van ammoniumstikstof met flow injectie analyse (FIA) en spectrofotometrische bepaling: niet van toepassing;
- §4.3 Reagentia: andere reagentia of concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- §4.4.3 Monsterbehandeling: niet van toepassing;
- §4.5.2 Instrument performantie controle: de minimale absorbantie moet gecontroleerd worden, maar de gebruikte concentratie en de toegepaste procedure kan afwijken ten opzichte van de beschreven ISO-procedure;
- §4.5.3 Reagentia blanco controle: de blanco controle van de reagentia is optioneel.

4.1.3 AMMONIUMSTIKSTOF MET ION CHROMATOGRAPHIE

De procedure zoals beschreven in NBN EN ISO 14911:1999 is van toepassing met de volgende aanvullingen:

- §6 Reagentia: andere reagentia of concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- §8 Kwaliteitseisen voor scheidingskolom: andere concentraties mogen gebruikt worden om scheidingscondities te evalueren;
- §9 Monsterbehandeling: niet van toepassing.

4.1.4 AMMONIUMSTIKSTOF MET EEN DISCREET ANALYSESISTEEM (SPECTROFOTOMETRISCHE DETECTIE)

De procedure zoals beschreven in ISO 15923-1:2013 is van toepassing met de volgende aanvullingen:

- §5 Andere reagentia en concentraties mogen gebruikt worden als ze voldoen voor deze toepassing;
- §7 niet van toepassing;
- Annex B t.e.m. H: afwijkingen aan de uitvoering van de beschreven methodes zijn toegestaan zolang de procedure is gebaseerd op hetzelfde principe als een bestaande EN- of ISO-norm en zolang voldaan wordt aan de vereiste prestatiekenmerken;
- §8.1 en §8.2: bijkomende kwaliteitscontrole voor de bepaling van parameters ammonium, nitraat en nitriet in uitlogingen. Bij de analyse van deze monsters moet minstens 1 van de volgende kwaliteitscontroles uitgevoerd worden:
 - analyse van het monster met minstens 1 dopering waarvan de bias ten opzichte van de theoretische waarde maximaal 10% mag bedragen;
 - minstens 2 metingen van hetzelfde monster waarvan de verdunningsfactor minstens een factor 2 verschilt, resulterend in 2 meetresultaten binnen het meetgebied die maximaal 10% van elkaar verschillen.

Opmerking: Bij de bepaling van ammonium kunnen vals negatieve resultaten optreden bij hoge concentraties. De hierboven vermelde kwaliteitscontroles hebben tot doel dat te ondervangen.

4.2 BEREKENINGEN

Bepaal de ammoniumconcentratie in de uitloging en hou daarbij rekening met eventuele verdunningen.

Het resultaat wordt uitgedrukt als stikstofconcentratie C_N (kg N/1000 kg) in vers materiaal met de volgende formule:

$$C_N = \frac{C_1 \times V_{ext}}{m} \times D$$

waarbij:

C_N : concentratie ammonium in het oorspronkelijk monster in kg N/1000 kg VM;

C_1 : concentratie ammonium in het extract **na blanco correctie** in mg N/l;

m: massa monster dat geëxtraheerd werd in g;

V_{ext} : totaal volume extract in l;

D: droogfactor.

Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 en 1 decimaal voor waarden > 1 .

5 REFERENTIES

- a. ISO 5664: 1984 Water quality - Determination of ammonium - Distillation and titration method
- b. ISO 7150-1:1984 Water quality - Determination of ammonium - Part 1: Manual spectrometric method
- c. NBN EN ISO 11732:2005 Water quality - Determination of ammonium nitrogen - Method by flow analysis (CFA and FIA) and spectrometric detection
- d. NBN EN ISO 14911:1999 Water quality - Determination of dissolved Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} and Ba^{2+} using ion chromatography - Method for water and waste water (ISO 14911:1998)
- e. ISO 15923-1:2013 Water quality - Determination of selected parameters by discrete analysis systems - Part 1: Ammonium, nitrate, nitrite, chloride, orthophosphate, sulfate and silicate with photometric detection
- f. NEN 6604:2007 Water - Bepaling van het gehalte aan ammonium, nitraat, nitriet, chloride, ortho-fosfaat, sulfaat en silicaat met een discreet analysesysteem en spectrofotometrische detectie
- g. C. Vanhoof, A. Cluyts, E. Poelmans, W. Wouters en K. Tirez, *Evaluatie discrete analyser voor de bepaling van nitraat en ammonium in bodem en mest*, VITO rapport 2012/MANT/R/04, https://esites.vito.be/sites/reflabos/onderzoeksrapporten/Online%20documenten/2011_rapport_discrete_analyser_VLM.pdf

Vaste mest en vaste behandelde mest - Totale stikstof

INHOUD

1	Principe	3
2	Rapportering	3
3	Referenties	4

1 PRINCIPE

De monstervoorbehandeling wordt uitgevoerd zoals beschreven in BAM/deel 4/02.

De bepaling van het gehalte aan totale N in vaste mest en in de dikke fractie die verkregen wordt na scheiding van vloeibare mest wordt uitgevoerd op het monster, gedroogd na toevoeging van wijnsteenzuur en vermalen tot < 0,5 of 1 mm, volgens de volgende methodes:

- NBN EN 13654-2: 2001 Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen - Part 2: Dumas method;
- NBN EN 16168:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of total nitrogen using dry combustion method;
- NBN EN 13654-1:2001 Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen - Part 1: Modified Kjeldahl method;
- som van Kjeldahl-N, nitraat en nitriet stikstof.

De Kjeldahl-N methode is beschreven in:

- NBN EN 16169:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of Kjeldahl nitrogen;
- NEN 7437:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van het gehalte aan totaal stikstof.

Er wordt van uitgegaan dat vaste mest geen nitraat of nitriet bevat. Dat geldt eveneens voor de dikke fractie die verkregen wordt na scheiding van vloeibare mest. De bepaling van totale stikstof bij vaste dierlijke mest of de dikke fractie verkregen na scheiding van vloeibare mest mag beperkt blijven tot de bepaling van Kjeldahl-stikstof. De bepaling van Kjeldahl-stikstof omvat een destructie met H₂SO₄ en een katalysatormengsel waarbij organische stikstofverbindingen worden omgezet naar ammonium. Na destructie wordt ammoniak vrijgesteld door toevoegen van natriumhydroxide en overgedestilleerd in een geschikte absorptievloeistof. In dat destillaat wordt vervolgens ammonium bepaald.

Als alternatief kan voor de Kjeldahl-stikstofbepaling het monster worden ontsloten met zwavelzuur, waterstofperoxide en kopersulfaat volgens NEN 7433, gevolgd door een titrimetrische of spectrofotometrische bepaling van het ammonium gehalte. Op dezelfde ontsluitingsoplossing is het mogelijk om totaal P spectrofotometrisch of met ICP-AES te bepalen.

Als de analyse uitgevoerd wordt op vaste behandelde mest, uitgezonderd de dikke fractie die verkregen wordt na scheiding van vloeibare mest, mag er niet van uitgegaan worden dat die producten geen nitraat of nitriet bevatten. In dat geval moet voor de bepaling van totale stikstof het Compendium voor monsterneming en analyse ter uitvoering van het Materialendecreet en het Bodemdecreet gevolgd worden, en meer specifiek CMA/2/IV/4 *Totale Stikstof van Meststof-Bodemverbeterend middel* (<https://emis.vito.be/nl/referentielabo-ovam>).

2 RAPPORTERING

Het resultaat wordt uitgedrukt als stikstofconcentratie C_N (kg N/1000 kg) in vers materiaal. Rond de uitkomst af op 2 decimalen voor waarden ≤ 1 en 1 decimaal voor waarden > 1.

Bij de berekening van het totaal N gehalte in vers materiaal moet rekening gehouden worden met de droogfactor bepaald volgens BAM/deel4/02.

3 REFERENTIES

- a. NEN 7437:1998 Dierlijke mest en mestproducten - Bepaling van het gehalte aan totaal stikstof
- b. NBN EN 13654-2:2001 Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen - Part 2: Dumas method
- c. NBN EN 16168:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of total nitrogen using dry combustion method
- d. NBN EN 13654-1:2001 Soil improvers and growing media - Determination of nitrogen – Part 1: Modified Kjeldahl method
- e. NBN EN 16169:2012 Sludge, treated biowaste and soil - Determination of Kjeldahl nitrogen
- f. NBN EN 13342:2000 Characterization of sludges - Determination of Kjeldahl nitrogen
- g. ISO 13878:1998 Soil quality - Determination of total nitrogen content by dry combustion (elemental analysis)
- h. ISO 11261:1995 Soil quality - Determination of total nitrogen - Modified Kjeldahl method
- i. NBN EN 25663: 1994 Water Quality - Determination of Kjeldahl nitrogen - Method after mineralization with selenium (ISO 5663: 1984)

Vaste dierlijke mest - Rapportering

1 ALGEMEEN

De rapportering wordt uitgevoerd overeenkomstig BAM/deel 8/20. Het monsternameverslag opgemaakt op basis van de veldregistraties (monsternameformulier) wordt toegevoegd aan het analyseverslag of in het analyseverslag verwerkt.

Onverminderd de bepalingen van BAM/deel 8/20 moeten de volgende gegevens vermeld worden op het analyserapport:

- a. briefpapier van het laboratorium met minimaal vermelding van naam, adres, telefoon, e-mail;
- b. uniek rapportnummer;
- c. uniek nummer monster en, indien van toepassing, nummer monster toegekend door de mestbank via SMIL¹;
- d. datum en uur van de monstername;
- e. naam van de monsternemer. Als het laboratorium specifieke identificatienummers hanteert voor zijn monsternemers, wordt dat nummer eveneens op het verslag vermeld. Als het monster niet genomen is door een monsternemer verbonden aan het laboratorium, moet dat uitdrukkelijk vermeld worden op het analyserapport;
- f. opdrachtgever aanwezig bij de monstername (J/N);
- g. type mest of behandelde mest (bijvoorbeeld varkensstalmest, slachtkuikmest, runderstalmest, (vaste fractie) digestaat, compost ...). Daarvoor moet gebruik gemaakt worden van de mestcodes die door de Vlaamse Landmaatschappij gebruikt worden en zoals opgenomen in SMIL. Dezelfde omschrijving moet gebruikt worden als de omschrijving die gebruikt wordt op het mestafzetdocument (MAD) indien van toepassing;
- h. omschrijving van de plaats van monstername (bijvoorbeeld mesthoop, loods, container, batterijstal, stal met grondhuisvesting met/zonder beun ...);
- i. gps-coördinaten in WGS84-formaat, in decimale graden tot op 5 decimalen, van de bemonsterde stal of opslag;
- j. datum waarop het monster door het laboratorium is ontvangen ;
- k. datum waarop het monster voor analyse in bewerking is genomen;
- l. datum waarop het rapport is verzonden;
- m. naam en handtekening van de verantwoordelijke van het laboratorium (mag eventueel digitaal);
- n. naam en adres van degene aan wie het rapport bezorgd wordt.

2 PARAMETER EN EENHEDEN

Droge stof	kg/1000 kg VM
Ammonium	kg N/1000 kg VM
Totale stikstof	kg N/1000 kg VM
Totale fosfor	kg P ₂ O ₅ /1000 kg VM

De gerapporteerde waarden worden afgerond tot op 2 decimalen voor waarden ≤ 1, 1 decimaal voor waarden > 1 **en tot op één geheel getal voor waarden > 100.**

¹ Staalname Melding Internet Loket (<https://www.vlm.be/nl/doelgroepen/laboratoria-en-staalnemers/SMIL>)

3 STAALNAME MELDING INTERNET LOKET (SMIL)

Monsters van vaste mest moeten, bij voorkeur op de dag van ontvangst op het laboratorium en ten laatste bij aanvang van de analyse, gemeld worden aan de Vlaamse Landmaatschappij via de SMIL-applicatie. Alle analyseresultaten worden ook bezorgd aan de Vlaamse Landmaatschappij via die applicatie.

Verwerkte mest - Toepassingsgebied

1 TOEPASSINGSGEBIED

Zowel voor het erkennen van biogas- en composteerinstallaties als voor het in de handel brengen van verwerkte mest en verwerkte producten uit mest moeten ondermeer microbiologische analyses aantonen dat aan de eisen beschreven in de Verordening (EG) nr. 1069/2009 van het Europees Parlement en de Raad van 21 oktober 2009 tot vaststelling van gezondheidsvoorschriften inzake niet voor menselijke consumptie bestemde dierlijke bijproducten en afgeleide producten en tot intrekking van Verordening (EG) nr. 1774/2002 (verordening dierlijke bijproducten) en in de Verordening (EU) nr. 142/2011 tot uitvoering van de verordening dierlijke bijproducten, en navolgende wijzigingen, voldaan is.

De verordening bepaalt dat gistingsresiduen en compost moeten voldoen aan bepaalde normen (Bijlage V, hoofdstuk III, afdeling 3, punt 1)):

Representatieve monsters van de gistingsresiduen of de compost, die tijdens of onmiddellijk na de verwerking in het biogas- of compostproductiebedrijf worden genomen om het proces te bewaken, moeten aan volgende normen voldoen:

Escherichia coli: $n = 5$, $c = 1$, $m = 1000$, $M = 5000$ in 1 g;

of

Enterococcaceae: $n = 5$, $c = 1$, $m = 1000$, $M = 5000$ in 1 g;

en

representatieve monsters van de gistingsresiduen of de compost, die tijdens de opslag of bij de uitslag uit de betrokken installaties worden genomen, moeten aan volgende normen voldoen:

Salmonella: geen in 25 g: $n = 5$, $c = 0$, $m = 0$, $M = 0$

waarbij:

n : aantal te testen monsters;

m : drempelwaarde voor het aantal bacteriën; het resultaat wordt als bevredigend beschouwd als het aantal bacteriën in geen geval groter is dan m ;

M : maximumwaarde voor het aantal bacteriën; het resultaat wordt als onbevredigend beschouwd als het aantal bacteriën in een of meer monsters gelijk is aan of hoger ligt dan M ;

c : aantal monsters waarvoor de bacterietelling een resultaat tussen m en M te zien mag geven en waarbij het monster nog als aanvaardbaar wordt beschouwd als het resultaat van de bacterietelling voor de overige monsters niet hoger is dan m .

De verordening bepaalt dat verwerkte mest en afgeleide producten van verwerkte mest moeten voldoen aan bepaalde normen om ze in de handel te brengen (Bijlage XI, hoofdstuk I, Afdeling 2, punt b) en d)):

1. representatieve monsters van de mest, die tijdens of onmiddellijk na de verwerking in het bedrijf worden genomen om het proces te bewaken, moeten aan volgende normen voldoen:

Escherichia coli: $n = 5$, $c = 5$, $m = 0$, $M = 1000$ in 1 g;
of
Enterococcaceae: $n = 5$, $c = 5$, $m = 0$, $M = 1000$ in 1 g;

en

representatieve monsters van de mest, die tijdens de opslag bij het productiebedrijf of de biogas- of composteerinstallatie of bij de uitslag van die mest uit de betrokken bedrijven worden genomen, moeten aan de volgende normen voldoen:

Salmonella: geen in 25 g: $n = 5$, $c = 0$, $m = 0$, $M = 0$

waarbij:

n : aantal te testen monsters;

m : maximumwaarde voor het aantal bacteriën; het resultaat wordt als onbevredigend beschouwd als het aantal bacteriën in een of meer monsters gelijk is aan of hoger ligt dan M ;

c : aantal monsters waarvoor de bacterietelling een resultaat tussen m en M te zien mag geven en waarbij het monster nog als aanvaardbaar wordt beschouwd als het resultaat van de bacterietelling voor de overige monsters niet hoger is dan m .

2. bij de erkenning van nieuwe biogas- en composteerinstallaties moet aangetoond worden dat de verwerkte mest en afgeleide producten van verwerkte mest een behandeling hebben ondergaan waarbij sporenvormers en toxinevorming worden onderdrukt. Dat werd vertaald in volgende norm:

Clostridium perfringens: maximum 1000 kve (kolonie-vormende eenheden) in 1 g.

Het uitvoerend laboratorium moet erop toezien dat de monsternamen en -analyse steeds volgens de in BAM beschreven methodologie gebeurt en draagt daarvoor ook de verantwoordelijkheid.

Verwerkte mest - Bemonstering

INHOUD

1	Termen en definities bemonstering	3
2	Richtlijnen bemonstering	3
2.1	<i>Partij en partijafbakening</i>	3
2.2	<i>Monster</i>	4
2.3	<i>Aantal, plaats en hoeveelheden puntmonsters</i>	4
2.3.1	Aantal puntmonsters	4
2.3.2	Puntmonster grootte	5
2.3.3	Plaats puntmonsters	5
3	Benodigdheden	5
4	Uitvoering bemonstering	6
4.1	<i>Algemeen</i>	6
4.2	<i>Manuele werkwijze bemonstering met steek- of gutsboor of schep of met de hand</i>	7
4.3	<i>Werkwijze bemonstering met behulp van wiellader/shovel/bulldozer</i>	7
5	Identificatie van de monsters	8
6	Monster conservering en transport	9

1 TERMEN EN DEFINITIES BEMONSTERING

- a. *puntmonster*: een enkelvoudig monster dat in één handeling en op één locatie uit de partij genomen wordt;
- b. *bemonsteringspunt*: plaats in de partij waar een puntmonster genomen wordt;
- c. *monster*: een portie materiaal dat geselecteerd werd uit een grotere hoeveelheid materiaal;
- d. *laboratoriummonster*: een monster bedoeld voor laboratorium inspectie of test;
Opmerking: het laboratoriummonster is het finale monster vanuit het standpunt van de monstername, maar is het initiële monster vanuit het standpunt van het laboratorium;
- e. *monstervoorbehandeling*: een gemeenschappelijke naam voor alle procedures en handelingen die worden gebruikt om een monster in de gewenste toestand te brengen zodat het daarna kan worden onderzocht, geanalyseerd of bewaard;
- f. *partij*: een afgebakende hoeveelheid materiaal die onder uniforme condities is geproduceerd.

2 RICHTLIJNEN BEMONSTERING

2.1 PARTIJ EN PARTIJAFBAKENING

In het kader van analyses op verwerkte mest zal de bemonstering veelal gebeuren vanuit voorraadhoppen met opgeslagen mestproducten. Voorraadhoppen worden aangeduid als “statische partijen”. Ook opgeslagen materiaal in bunkers, containers, loodsen, laadeenheden enzoverder valt onder die noemer.

Omdat de verordening een onderscheid maakt tussen monstername “tijdens of onmiddellijk na de verwerking om het proces te bewaken” (voor *E. coli* of *Enterococcaceae* en voor *Clostridium perfringens*¹) en “tijdens de opslag of bij de uitslag van de producten uit het bedrijf” (voor *Salmonella* spp.), is het belangrijk dat bij de identificatie van de partij bepaald wordt of het gaat om een partij “opslag” of een partij “onmiddellijk na verwerking”. Dat kan het best worden nagevraagd bij de producent. Voor de eenvoud legt de Vlaamse Landmaatschappij op dat alle parameters telkens op hetzelfde monster bepaald mogen worden. Bij bedrijven waar de partijen “opslag” en “onmiddellijk na verwerking” niet dezelfde zijn, worden de monsternameplaatsen in overleg met de Vlaamse Landmaatschappij door de bedrijven bepaald.

De partij wordt eenduidig beschreven door onder andere de dimensies van de partij en vaststelling van de aard van het materiaal. De dimensies worden vastgelegd aan de hand van grondoppervlak en hoogte. De partij kan verder nog beschreven worden aan de hand van typische kenmerken, zoals korrel- of stukgrootte, kleur, de bepaling “tijdens opslag” of “onmiddellijk na verwerking” ...

Als er op één locatie meerdere partijen worden aangetroffen, moet tussen de verschillende partijen een onderscheid worden gemaakt: de partijen worden afgebakend. Om het fenomeen van “wegverdunnen” van bepaalde eigenschappen bij bemonstering van meerdere (kleine) partijen te voorkomen, worden afzonderlijke partijen voor microbiologische karakterisering dus niet als één partij beschouwd. Als vuistregel geldt dat elke afgebakende partij afzonderlijk bemonsterd wordt.

¹ De parameter *Clostridium perfringens* wordt enkel bepaald bij de erkenning van nieuwe biogas- en composteerinstallaties. De parameter is dus niet van toepassing bij de driemaandelijke analyses.

Elke opslageenheid wordt dus als een afzonderlijke partij beschouwd. Dat wil zeggen dat elke hoop, container, vrachtwagen, silo, laadeenheid ... in principe afzonderlijk bemonsterd wordt, zelfs als ze een gelijkaardige lading bevatten. Als binnen één opslageenheid nog een onderscheid kan worden gemaakt tussen verschillende soorten mestproducten, visueel of op basis van ontstaan, herkomst of soort mest, worden de partijen afzonderlijk bemonsterd.

Rekening houdend met de praktische haalbaarheid van de bemonstering, geldt voor de partijgrootte een maximum van 1000 m³. Partijen groter dan 1000 m³ worden op jaarbasis door inspraak van de Vlaamse Landmaatschappij met een hogere frequentie bemonsterd.

Het is zeker zinvol om de partij of situatie fotografisch vast te leggen, eventueel met een herkenbaar voorwerp om de locatie of dimensies weer te geven (zie punt 5).

2.2 MONSTER

Het doel van de bemonstering, zoals beschreven in deze procedure, is monsters te nemen die representatief zijn voor de hele hoop mest of mestproducten.

Voor de bepaling van *Escherichia coli* of *Enterococcaceae* en *Salmonella spp.* bepaalt de Verordening dat er telkens 5 representatieve monsters moeten worden getest. Dat betekent dat voor de bepaling van die parameters 5 onafhankelijke enkelvoudige puntmonsters afzonderlijk van elkaar genomen worden (géén mengmonster(s)) (zie ook punt 2.3.1.). Zo'n puntmonster wordt in één handeling op één welbepaalde locatie in de partij (monsternamepunt) of moment in de materiaalstroom, genomen.

Voor de bepaling van *Clostridium perfringens* wordt per monstername één mengmonster gevormd dat samengesteld is uit de 5 genomen puntmonsters (uit te voeren door het analyselaboratorium na levering van de monsters).

De monsterhoeveelheid van een laboratoriummonster is afhankelijk van de korrelgrootte waarin de verwerkte mestproducten aangeboden worden, om de representativiteit van het monster ten opzichte van de oorspronkelijke partij te garanderen:

- a. korrelgrootte < 10 mm : 0,2 liter per puntmonster;
- b. korrelgrootte 10-40 mm: 0,6 liter per puntmonster;
- c. korrelgrootte > 40 mm: 1 liter per puntmonster.

2.3 AANTAL, PLAATS EN HOEVEELHEDEN PUNTMONSTERS

2.3.1 AANTAL PUNTMONSTERS

Gezien de normen vermeld in BAM/deel 7/00 Toepassingsgebied voor de vijf monsters voor *E. coli* of *Enterococcaceae* een drempelwaarde (m) en een maximumwaarde (M) voor het aantal bacteriën vermeld, worden daardoor geen puntmonsters samengesteld. Het samenstellen van puntmonsters kan een verdunning van het aantal aanwezige bacteriën tot gevolg hebben, waardoor een puntmonster dat oorspronkelijk de normen overschrijdt door de verdunning onder de normen wordt vastgesteld. Dus wordt voor één partij per monstername standaard slechts 5 puntmonsters genomen. Een puntmonster is de hoeveelheid (mest)product dat op een bepaalde plaats (bemonsteringspunt) in één handeling genomen kan worden (bijvoorbeeld één schep, boorsteek, boring).

2.3.2 PUNTMONSTERGROOTTE

Om elk individueel materiaaldeelje in de partij dezelfde kans te geven om bemonsterd te worden, wordt de grootte van een puntmonster aangepast aan de korrelgrootte van het te bemonsteren mestproduct. Des te grover het materiaal, des te groter de puntmonster genomen wordt.

Dit heeft ook als gevolg dat de gebruikte bemonsteringsapparatuur aangepast moet zijn aan de korrelgrootte van het te bemonsteren materiaal. Bij afspraak wordt de opening van de boor of schep, zo mogelijk, ca. 2 à 3 keer groter genomen dan de grootste materiaalkorrel.

Als de korrelgrootte < 10 mm is naast een schep ook een steek-/guts-/evenwaardige boor een aangewezen hulpmiddel. Materialen met grotere korrelgrootte worden bemonsterd met een schep. Daarbij moet ervoor gezorgd worden dat de opening van de schep groot genoeg is voor de korrelgrootte van het te bemonsteren mestproduct. De schep heeft bij voorkeur rechtopstaande randen zodat het materiaal tijdens het scheppen niet kan terug vallen. Omgekeerd wordt het overtollig materiaal boven de randen van de boor of schep verwijderd (bijvoorbeeld met een spatel) aangezien dit niet tot de puntmonster behoort.

2.3.3 PLAATS PUNTMONSTERS

Voor de bepaling van *Escherichia coli* of *Enterococcaceae* en *Salmonella* spp. wordt de partij vooraf in 5 segmenten verdeeld. Uit elk segment wordt één puntmonster genomen.

Het bemonsteren van afgesloten of half afgesloten opslagseenheden zoals vrachtwagens, containers, bunkers en opslagloodsen, zorgt voor een extra moeilijkheid inzake toegankelijkheid/bereikbaarheid en homogene spreiding van de puntmonsters. Voorraadhoppen zijn (meestal) toegankelijk langs de volledige omtrek; vrachtwagens, containers zijn slechts langs één zijde toegankelijk (dikwijls de bovenkant). De puntmonsters kunnen bijgevolg enkel langs de toegankelijke zijde genomen worden, waarbij de representativiteit van het monster natuurlijk beïnvloed wordt. Waar de voorraadhoop horizontaal bemonsterd wordt, moet een container of vrachtwagen verticaal bemonsterd worden, wat de moeilijkheidsgraad van de bemonstering nog verhoogt. In dergelijke gevallen zal eventueel overgegaan worden naar andere, meer gespecialiseerde bemonsteringsapparatuur (bijvoorbeeld grondboor voor niet-cohesief materiaal). De bemonstering moet steeds volledig beschreven en gedocumenteerd worden (zie punt 5), zeker als de bemonstering beperking qua toegankelijkheid met zich meebrengt (bijvoorbeeld wanneer slechts langs één of 2 zijden van de hoop bemonsterd kon worden).

3 BENODIGDHEDEN

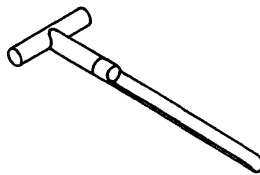
De uitrusting en monsterrecipiënten moeten rein en (aantoonbaar) steriel zijn (steriel aangekocht of gesteriliseerd door natte of droge sterilisatie, of vlak voor de monsternamen met een desinfectans gereinigd en ontsmet).

- zuivere schop of schep, bij voorkeur met rechtopstaande randen (bijvoorbeeld met opening van min. 12 cm): zie Figuur 1
- steekboor of gutsboor (voor bemonstering van materiaal van korrelgrootte < 10 mm): met boorlichaam dia 30 mm en nuttige lengte 30 à 60 cm (inhoud minimaal 200 ml). Eventueel met bijhorende spatel om de inhoud uit de boor te schrapen: zie Figuur 2. Andere types

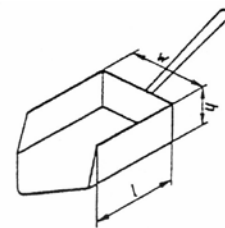
- evenwaardige boren zijn toegelaten en kunnen aangewend worden enkel op voorwaarde dat ze terdege kunnen ontsmet worden
- c. handscheppen, met opstaande randen, gekend volume (200 ml/600 ml/1000 ml afhankelijk van de maximale korrel in de partij (D95)) en met opening minimaal 3 keer groter dan D95: zie Figuur 3
 - d. persoonlijke beschermingsmiddelen, afhankelijk van de omstandigheden van de bemonstering: stevige handschoenen (of 2 paar wegwerphandschoenen over elkaar), laarzen, indien vereist veiligheidsschoenen en zeker aanbevolen: mondmasker voorzien van groene (K)-filter (bescherming tegen ammoniak)
 - e. monsternamezakken (plastic) (inhoud minimaal 200 ml) of monsterrecipiënten met deksel (met inhoud 1, 3 of 5 liter, afhankelijk van de korrelgrootte van het te bemonsteren mest(product))
 - f. Ethanol, vochtige ethanoldoekjes of gelijkwaardig
 - g. adsorberend papier
 - h. dikke stift of (voorgedrukte) etiketten voor het identificeren van de monsternamezakken - of recipiënten
 - i. bemonsteringsformulieren voor opgave van de gegevens van het monster
 - j. koelbox met ijs of koelelementen
 - k. indien ter beschikking: een wiellader/shovel met laadschop en chauffeur



Figuur 1: bemonsteringsschep met rechtopstaande rand



Figuur 2: gutsboor



Figuur 3: handschep

4 UITVOERING BEMONSTERING

4.1 ALGEMEEN

Voor de bemonstering van verwerkte mestproducten worden 5 monsters genomen voor de bepaling van *Escherichia coli* of *Enterococcaceae* en *Salmonella* spp. en één mengmonster voor de bepaling van *Clostridium perfringens* (enkel bij de erkenning van nieuwe biogas- en composteerinstallaties), samengesteld uit een deel van elk van de 5 genomen monsters. De bemonstering kan manueel uitgevoerd worden, met behulp van een steek- of gutsboor of een evenwaardige boor, of schep/schop (zie werkwijze punt 4.2), of in combinatie met eventueel beschikbare transportmiddelen zoals wielladers of shovels (zie werkwijze punt 4.3). De gecombineerde methode biedt het voordeel dat met een wiellader tot dieper in de hoop bemonsterd kan worden, terwijl bij de manuele methode de bemonstering zich beperkt tot de buitenste laag van de partij. Met name voor grotere partijen (>50 m³) biedt de gecombineerde methode (met wiellader) een hogere mate van representativiteit van het monster ten opzichte van de partij. Als dergelijke transportmiddelen ter beschikking staan verdient de gecombineerde methode (met wiellader) de voorkeur boven de uitsluitend manuele bemonstering.

Alle voorbereidingen en handelingen moeten gebeuren volgens aseptische technieken en met steriel materiaal om een microbiologische contaminatie via uitwendige bronnen van de monsters te vermijden. De uitrusting en recipiënten moeten rein en steriel zijn. Een koelbox is nodig voor het transport.

4.2 MANUELE WERKWIJZE BEMONSTERING MET STEEK- OF GUTSBOOR OF SCHEP OF MET DE HAND

De manuele bemonsteringsmethode is toepasbaar voor bemonstering van partijen tot 1000 m³.

- a. Bereken het volume van de te bemonsteren partij door een schatting te maken van het grondoppervlak en de gemiddelde hoogte. Aangepast aan de omvang van de totale productie/opslag wordt de minimumfrequentie van 4 bemonsteringen op jaarbasis verhoogd (wordt bepaald door de Vlaamse Landmaatschappij).
- b. Neem een puntmonster met een steek- of gutsboor of een evenwaardige boor (korrelgrootte < 10 mm) of met een schep/schop met aangepaste opening (korrelgrootte >10mm). Duw de schep/schop of boor zo ver mogelijk schuin omhoog in het materiaal. Zorg ervoor dat de schep of boor volledig gevuld is, en dat alle puntmonsters ongeveer dezelfde grootte hebben.
- c. Haal de gevulde schep of boor uit het materiaal. Verwijder het overtollige materiaal dat bovenop de boor of schep ligt (dat behoort niet tot de puntmonster). Verzamel de puntmonster in het monsternamereciënt. Bij gebruik van een steek- of gutsboor of evenwaardige boor: neem een spatel om de inhoud van boven naar onder uit de boor te schrapen (de randen van dergelijke boor zijn scherp!).
- d. De monstername kan ook uitgevoerd worden rechtstreeks met een steriel monsternamereciënt (monsternamezak). De steriele zak kan met de buitenkant als een soort handschoen over de hand worden geschoven. Op die wijze kan een puntmonster rechtstreeks in de zak genomen worden.
- e. Tracht op verschillende dieptes een puntmonster te nemen: neem bijvoorbeeld twee puntmonsters aan het oppervlak, en de andere drie puntmonsters op minstens 30 cm diepte in de hoop. Schep voor die laatste met een schop op het gekozen bemonsteringspunt de bovenlaag van de hoop weg (ongeveer 30 cm), zodat het dieper gelegen materiaal bereikbaar is. Logischerwijze is de indringingsdiepte van een steek- of gutsboor of evenwaardige boor (afhankelijk van het gebruikte type en de lengte) groter dan de indringingsdiepte bij gebruik van een schop/schep.
- f. Herhaal de handeling op de verschillende bemonsteringspunten, zodat de hoop mest of (verwerkte) mestproducten uniform bemonsterd wordt.
- g. De verschillende bemonsteringspunten worden gelijkmatig ruimtelijk verspreid over de omtrek van de partij. Bij afspraak worden de puntmonsters genomen op menshoogte, tussen 0 en 150 cm hoogte ten opzichte van de grond. De ruimtelijke spreiding van de puntmonsters moet zowel in horizontale als in verticale zin homogeen zijn. Neem geen onnodige risico's door op of over de hoop te lopen voor onbereikbare of slecht bereikbare bemonsteringspunten.
- h. De 5 puntmonsters bevinden zich in 5 afzonderlijke recipiënten en worden geïdentificeerd.

4.3 WERKWIJZE BEMONSTERING MET BEHULP VAN WIELLADER/SHOVEL/BULLDOZER

Deze gecombineerde bemonsteringsmethode is toepasbaar voor partijen tot 1000 m³. Voor partijen > 50 m³ is dit de meest aangewezen methode.

- a. Bereken het volume van de te bemonsteren partij door een schatting te maken van het grondoppervlak en de gemiddelde hoogte. Aangepast aan de omvang van de totale

productie/opslag wordt de minimumfrequentie van 4 bemonsteringen op jaarbasis verhoogd (wordt bepaald door de Vlaamse Landmaatschappij).

- b. Neem met de wiellader op 5 verschillende representatieve plaatsen in de partij een vracht of laadschop. Om tot de bulk van een grote partij te komen, worden met de wiellader eerst enkele vrachten materiaal uit de partij verwijderd. De verwijderde vrachten behoren niet tot de bemonstering; slechts de volgende laadschop uit de bulk van het materiaal wordt in rekening gebracht voor de bemonstering.
- c. De plaatsen waar met de wiellader wordt geschept, worden, indien mogelijk, ruimtelijk gespreid over de partij (bijvoorbeeld aan weerszijde van de partij).
- d. De laadschopvrachten worden elk afzonderlijk naast de partij op een schone, inerte ondergrond gestort.
- e. Neem met een schep/schop één puntmonster (zie punt 2.3.1) uit deze subpartij.
- f. Zorg ervoor dat de schep volledig gevuld is. Verwijder eventueel het overtollige materiaal dat bovenop de schep/schep ligt (dit behoort niet tot de puntmonster).
- g. Herhaal de handeling op de andere subpartijen, zodat de hoop mestproducten uniform bemonsterd wordt.
- h. De 5 puntmonsters bevinden zich in 5 afzonderlijke recipiënten en worden geïdentificeerd.

5 IDENTIFICATIE VAN DE MONSTERS

De labeling (nummer, barcode ...) van het monster moet eenduidig zijn zodat achteraf geen misverstanden kunnen ontstaan over de herkomst van de monsters.

Gegevens over de monstername worden gerapporteerd overeenkomstig BAM/deel 8/20. Onverminderd de bepalingen van BAM/deel 8/20 moeten de volgende gegevens vermeld worden op het (digitale) monsternamatformulier dat het monster begeleidt:

- a. opdrachtgever, adres, uitbatersnummer;
- b. opdrachtgever en/of derden aanwezig bij bemonstering;
- c. referentie van mestafzetdocument MAD/burenregeling BR bij vrachtbemonstering;
- d. type verwerkt product (bijvoorbeeld digestaat, compost ...) en, indien mogelijk, de mestsoort waarvan het verwerkte product afkomstig is (bijvoorbeeld gedroogde dikke fractie - varkensmest). Daarvoor moet gebruik gemaakt worden van de mestcodes die door de Vlaamse Landmaatschappij gebruikt worden en zoals opgenomen in SMIL. Dezelfde omschrijving moet gebruikt worden als de omschrijving die gebruikt wordt op het MAD indien van toepassing;
- e. de gps-coördinaten in WGS84-formaat, in decimale graden tot op 5 decimalen, van de bemonsterde partij. Die coördinaten moeten ter plaatse bepaald worden met een gps-toestel;
- f. naam van de monsternemer Als het laboratorium specifieke identificatienummers hanteert voor zijn monsternemers, wordt dat nummer eveneens op het verslag vermeld. Als het monster niet genomen is door een monsternemer verbonden aan het laboratorium, moet dat uitdrukkelijk vermeld worden;
- g. datum en uur van monstername;
- h. beschrijving (container, composteercel, loads ...) en dimensies van de bemonsterde partij, situatieplannen, schetsen of foto's zijn steeds zinvol, en zelfs verplicht als het gaat om gemengde partijen of partijen die opgedeeld werden in deelpartijen (> 1000 m³ of slecht toegankelijk);
- i. vermeld steeds of het monster genomen is uit een partij "tijdens opslag" of "onmiddellijk na verwerking";
- j. het aantal en volumes recipiënten gevuld en de gegevens die noodzakelijk zijn voor het identificeren van de monsters zoals vermeld op het recipiënt;
- k. eigen monsternummer of monstercodering;

- I. belangrijke opmerkingen en/of afwijkingen die een invloed kunnen hebben op de interpretatie van het analyseresultaat.

Het monsterbeheersysteem van het laboratorium moet toelaten om achteraf iedere informatie over een individueel monster eenduidig te traceren.

6 MONSTERCONSERVERING EN TRANSPORT

De maximale bewaartermijn van 24 uur van monsters bestemd voor bacteriologische analyses is van toepassing vanaf het tijdstip (datum/uur) van de bemonstering. De monsters moeten dan ook tijdig aan het analyselaboratorium geleverd worden zodat de houdbaarheid gerespecteerd kan worden. Monsters worden daarom bij voorkeur onmiddellijk én gekoeld naar het analyselaboratorium gevoerd.

Monsters moeten bij aankomst in het analyselaboratorium opgeslagen worden bij $(3\pm 2)^{\circ}\text{C}$.

Verwerkte mest - Monstervoorbehandeling

1 PRINCIPE

Na het openen van de verpakking worden de deelmonsters rechtstreeks in steriele stomacherzakken aseptisch afgewogen; daarbij wordt niet gehomogeniseerd. De af te wegen analyseportie wordt uit het binnenste van de pot/zak geschept. Het scheppen van de buitenste laag van het materiaal uit de pot/zak wordt vermeden.

Met het oog op de microbiologische analyse worden de volgende hoeveelheid afgewogen:

- a. voor *E.coli/Enterococci* 5 maal 10 g materiaal;
- b. voor *Salmonella* 5 maal 25 g materiaal;
- c. voor *Clostridium perfringens* 1 maal 10 g materiaal.

De analyses worden zo veel mogelijk zonder onderbrekingen uitgevoerd, zo niet worden de monsters steeds gestockeerd in de koelkast.

Van de te analyseren verwerkte mest wordt een initiële suspensie in gebufferd peptoon water (zie BAM/deel 7/05 punt 1.2.1, BAM/deel7/06 punt 3.1) gemaakt om een zo uniform mogelijke verdeling van micro-organismen vanuit het monster te verkrijgen.

Voor de *Salmonella* analyse dient deze stap als vooraanrijking.

Voor de bepaling van *Escherichia coli*, *Enterococcaceae* en *Clostridium perfringens* moet 1 ml van de initiële suspensie, wat representatief is voor 0,1 g monster, worden getest. Daarna wordt dat verrekend naar 1 g verwerkte mest.

a. Standaardprocedure:

Van een suspensie van monsters die genomen werden voor het in de handel brengen van verwerkte mest en verwerkte producten uit mest hoeven geen decimale verdunningen te worden uitgevoerd. Als te hoge aantallen kve per plaat worden bereikt met de initiële suspensie, voldoet een monster niet aan de eisen beschreven onder BAM/deel07/00.

b. Uitzonderlijke procedure:

Van een suspensie van monsters van de gistingsresiduen of de compost, die tijdens of onmiddellijk na de verwerking in het biogas- of compostproductiebedrijf worden genomen om het proces te bewaken, moet geen initiële suspensie maar enkel de decimale verdunning worden geanalyseerd. Als te hoge aantallen kve per plaat worden bereikt met de eerste decimale verdunning van de suspensie, voldoet een monster niet aan de eisen beschreven onder BAM/deel07/00.

2 REFERENTIES

- a. NBN EN ISO 6887-1:2017: Microbiology of the food chain - Preparation of test samples, initial suspension and decimal dilutions for microbiological examination - Part 1: General rules for the preparation of the initial suspension and decimal dilutions
- b. ISO 7218:2007/Amd 1:2013: Microbiology of food and animal feeding stuffs - General requirements and guidance for microbiological examinations

Verwerkte mest - Detectie van Escherichia coli

1 PRINCIPE

De detectie van *Escherichia coli* gebeurt volgens ISO 16649-2 Microbiology of food and animal feeding stuffs — Horizontal method for the enumeration of β -glucuronidase-positive *Escherichia coli* — Part 2: Colony-count technique at 44 °C using 5-bromo-4-chloro-3-indolyl β -D-glucuronide.

Het aantal *Escherichia coli* wordt uitgedrukt als aantal kve in 1 g monster. In het rapport wordt eveneens de gebruikte methode vermeld of wordt ernaar verwezen.

Afhankelijk van de oorsprong en opzet van de bemonstering en analyse (zie BAM/deel 7/00 Toepassingsgebied):

- a. standaardprocedure voor de Vlaamse Landmaatschappij “in handel brengen verwerkte mest”: als monsters die voor het in de handel brengen van verwerkte mest en verwerkte producten uit mest worden geanalyseerd, wordt enkel de initiële suspensie ingezet;
- b. specifieke procedure “erkenning biogas/compost” (op uitzonderlijke vraag): analyse van monsters voor de erkenning van biogas- en composteerinstallaties: van de initiële suspensie wordt enkel een verdunning 1/10 ingezet.

Voor de analyse wordt na homogeniseren van de initiële of van de 1/10 verdunde suspensie 1 ml monsterextract overgebracht in één lege en steriele petrischaal, gevolgd door gietplaat met het chromogene medium.

2 REFERENTIE

ISO 16649-2:2001 Microbiology of food and animal feeding stuffs - Horizontal method for the enumeration of beta-glucuronidase-positive *Escherichia coli* - Part 2: Colony-count technique at 44 degrees C using 5-bromo-4-chloro-3-indolyl beta-D-glucuronide

Verwerkte mest - Detectie van Enterococcaceae

1 PRINCIPE

Voor de detectie van *Enterococcaceae* wordt enkel de genus *Enterococci* bepaald in een vaste matrix, waarbij verwezen wordt naar de media die beschreven staan in de ISO 7899-2 voor water analyses: Water quality-Detection and enumeration of intestinal enterococci part 2 : Membrane filtration method, of naar het aanwenden van *Enterococcus* chromogene media als alternatief.

De voorbereidende analysestappen op een vaste matrix verlopen volgens ISO 6887-2 Microbiology of the food chain - Preparation of test samples, initial suspension and decimal dilutions for microbiological examination Part 2 Specific Rules for the preparation of meat and meat products.

Voor de analysemethode mag eveneens een gelijkwaardig chromogeen medium aangewend worden.

Het aantal *Enterococcaceae* wordt uitgedrukt als aantal kve in 1 g monster. In het rapport wordt eveneens de gebruikte methode vermeld of wordt ernaar verwezen.

Afhankelijk van de oorsprong en opzet van de bemonstering en analyse (zie BAM/deel 7/00 Toepassingsgebied):

- a. standaardprocedure voor de Vlaamse Landmaatschappij “in handel brengen verwerkte mest”: als monsters die voor het in de handel brengen van verwerkte mest en verwerkte producten uit mest worden geanalyseerd, wordt enkel de initiële suspensie ingezet.
- b. specifieke procedure “erkenning biogas/compost” (op uitzonderlijke vraag): analyse van monsters voor de erkenning van biogas- en composteerinstallaties: van de initiële suspensie wordt enkel een verdunning 1/10 ingezet.

Voor de analyse wordt na homogeniseren van de initiële of van de 1/10 verdunde suspensie 1 ml monsterextract overgebracht in één lege en steriele petrischaal, gevolgd door gietplaat met het chromogene medium.

2 REFERENTIES

- a. ISO 7899-2:2000 Water quality - Detection and enumeration of intestinal *enterococci* - Part 2: Membrane filtration method
- b. ISO 6887-2: 2017 Microbiology of the food chain - Preparation of test samples, initial suspension and decimal dilutions for microbiological examination - Part 2: Specific rules for the preparation of meat and meat products

Verwerkte mest - Detectie van Salmonella spp.

INHOUD

1	Werkwijze ISO 6579-1:2017	3
1.1	<i>Media en materiaal</i>	3
1.2	<i>Procedure</i>	3
1.2.1	Initieel suspenderen van monster en pre-aanrijking in een niet selectief vloeibaar medium (gebufferd peptoon water)	3
1.2.2	Keuze en validatie van de aanrijkingsmethode in twee selectieve media	4
1.2.3	Aanrijking van <i>Salmonella</i> in twee selectieve media RVS en MKTTn	4
1.2.4	Aanrijking van <i>Salmonella</i> in twee selectieve media MSRV en MKTTn	4
1.2.5	Uitplating en identificatie	4
1.2.6	Biochemische en serologische bevestigingstesten	5
2	Werkwijze via PCR Assay <i>Salmonella</i> spp. of via VIDAS <i>Salmonella</i>	6
3	Weergave van de resultaten	6
4	Kwaliteitscontrole	6
5	Referenties	7

1 WERKWIJZE ISO 6579-1:2017

De detectie van *Salmonella* spp. conform ISO 6579-1:2017 omvat de opeenvolgende stadia:

- a. preaanrijking in een niet selectief vloeibaar medium;
- b. aanrijking van *Salmonella* in twee selectieve media na de pre-aanrijking;
- c. uitplating en identificatie;
- d. biochemische en serologische bevestigingstesten.

1.1 MEDIA EN MATERIAAL

- a. gebufferd pepton water BPW;
- b. rappaport-Vassiliadis medium met soya RVS/modified semi-solid Rappaport-Vassiliadis MSRV;
- c. Muller-Kauffmann tetrathionaat novobiocine bouillon MKTTn;
- d. xylose lysine deoxycholaat agar XLD (bij voorkeur in extra grote schalen 140mm);
- e. tweede agar medium naar keuze en oordeel van het laboratorium (zie bijlage E van ISO 6579 - 1:2017). Om zo volledig mogelijk alle stammen van het geslacht *Salmonella* spp. te kunnen selecteren moeten minstens twee selectieve "*Salmonella*-media" gebruikt worden. XLD is vastgelegd in de norm en een tweede medium moet gekozen worden in functie van de mogelijke groei uit het spectrum van *Salmonella*. Een combinatie van de media kan bepaald worden uit de specificaties in de handleidingen van de media bij de verschillende merken;
- f. niet selectieve agar (bijvoorbeeld Nutriënt agar);
- g. triple sugar/iron agar TSI;
- h. urea agar Christensen;
- i. L-lysine decarboxylation medium;
- j. reagens voor detectie van β -galactosidase (optioneel);
- k. reagens voor indol reactie (optioneel);
- l. fysiologische zoutoplossing (0,85 % NaCl);
- m. monovalent of polyvalent anti H,O, (Vi) sera voor *Salmonella* of *Salmonella* Latex Agglutinatie Test of gelijkwaardige test;
- n. autoclaaf 121 $\pm$ 3°C; incubatoren van 36 $\pm$ 2°C, 37 $\pm$ 1°C en 41,5 $\pm$ 1°C, waterbad op 45 $\pm$ 1°C, geschikt glaswerk, pipetten, pH-meter, petrischalen, entnaald;
- o. Stomachertoestel of gelijkwaardige homogenisator.

1.2 PROCEDURE

1.2.1 INITIEEL SUSPENDEREN VAN MONSTER EN PRE-AANRIJING IN EEN NIET SELECTIEF VLOEIBAAR MEDIUM (GEBUFFERD PEPTOON WATER)

Opmerking: het initieel suspenderen van de deelmonsters in gebufferd peptonwater voor de analyse van *Enterococcaceae* of *E.coli* en *Salmonella* spp. kunnen ook samen uitgevoerd worden op 25 g.

- a. aan 25 g homogeen afgewogen monster in een stomacherzak 225 ml gebufferd pepton water aseptisch toevoegen (1/10 massa/volume verhouding);
- b. als de monsters fragmenten bevatten die de stomacherzak kunnen beschadigen, wordt het geheel gehuld in een extra (stomacher-)zak, vóór het homogenisatieproces;
- c. homogenisatie in de homogenisator gedurende 2 minuten;
- d. de zak wordt afgesloten met een clips of tape;
- e. de stomacherzak wordt geïncubeerd bij 36 $\pm$ 2°C gedurende 18 $\pm$ 2u.

1.2.2 KEUZE EN VALIDATIE VAN DE AANRIJKINGSMETHODE IN TWEE SELECTIEVE MEDIA

ISO 6579-1: 2017 specificeert een specifieke methode voor de detectie van *Salmonella* spp. Het is van toepassing op:

- producten die bestemd zijn voor menselijke consumptie en diervoeders;
- milieumonsters op het gebied van voedselproductie en voedselverwerking;
- monsters uit de primaire productiefase zoals dierlijke faeces, stof en swabs.

Met deze methode zijn de meeste *Salmonella*-serovars bedoeld om te worden gedetecteerd. Voor de detectie van sommige specifieke serovars kunnen extra kweekstappen nodig zijn. Voor *Salmonella Typhi* en *Salmonella Paratyphi* is de procedure beschreven in bijlage D.

Daarvoor wordt het selectief aanrijkmiddel MSR/V gebruikt. Dat is bedoeld voor de opsporing van beweeglijke *Salmonella* spp. (en is dus niet geschikt voor de opsporing van niet beweeglijke *Salmonella* spp.).

Positieve MSR/V-platen vertonen een grijs-witte, troebele zone die zich uitstrekt vanuit de geënte druppel. De troebele zone wordt gekenmerkt door een witte halo met een duidelijk gedefinieerde rand.

Voor opsporing van *Salmonella* uit verwerkte mest moet de meest geschikte aanrijkmethode gevalideerd worden op de te analyseren matrix.

1.2.3 AANRIJING VAN SALMONELLA IN TWEE SELECTIEVE MEDIA RVS EN MKTTN

De RVS- en MKTTn-bouillons op kamertemperatuur brengen.

Uit de stomacherzak wordt van de gebufferd pepton suspensie :

- 0,1 ml in 10 ml RVS-bouillon getransfereerd: incubatie bij $41,5^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ (aandacht om $42,5^{\circ}\text{C}$ zeker niet te overschrijden) gedurende 24 ± 3 u;
- 1 ml in 10 ml MKTTn-bouillon getransfereerd: incubatie bij 37°C gedurende 24 ± 3 u.

1.2.4 AANRIJING VAN SALMONELLA IN TWEE SELECTIEVE MEDIA MSR/V EN MKTTN

De MSR/V-platen en MKTTn-bouillon op kamertemperatuur brengen.

Uit de stomacherzak wordt van de gebufferd pepton suspensie:

- 0,1 ml met pipet op de MSR/V-platen aangebracht via 3 druppels suspensie. De 3 druppels die in totaal 0,1 ml omvatten op gelijke afstand van elkaar op het oppervlak van het medium aanbrengen: incubatie bij $41,5^{\circ}\text{C}$ (aandacht om $42,5^{\circ}\text{C}$ zeker niet te overschrijden) gedurende 24 ± 3 u zonder de platen te zwenken;
- 1 ml met pipet in 10 ml MKTTn-bouillon overbrengen: incubatie bij 37°C gedurende 24 ± 3 u.

Belangrijke opmerking: het is aangewezen om de RVS/MSR/V en MKTTn steeds verder gedurende 24 ± 3 u te incuberen, specifiek om traag groeiende *Salmonella* te detecteren. Als er geen typische *Salmonella* kolonies bij punt 2.5 waargenomen worden, kan na de verdere incubatie opnieuw uitgeplaat worden op de selectieve agarmedia.

1.2.5 UITPLATING EN IDENTIFICATIE

Indien voorhanden worden extra grote schalen geënt. Zoniet worden twee gewone schalen achtereenvolgens geënt door gebruik te maken van eenzelfde entnaald. Tussen het enten van de eerste en de tweede schaal wordt de entnaald niet geflammeerd.

Na incubatie van 24 ± 3 u:

- a. met een platinumnaald wordt vanuit de vloeibare cultuur RVS of semi-solid platen MSRV- en MKTTn-bouillon telkens één extra grote schaal of twee gewone petrischalen van de selectieve media XLD en het bijkomend medium geënt;
- b. incubatie van de XLD-schalen (agarbodem aan de bovenzijde) bij 37°C gedurende 24±3u. Het tweede medium wordt geïncubeerd volgens instructies van de leverancier. Na incubatie wordt de aanwezigheid van typische en mogelijke *Salmonella* spp. kolonies gecontroleerd;
- c. op XLD:
 1. typische *Salmonella*-kolonies hebben een zwart centrum en een licht transparante roodachtige kleur door kleurverandering van de indicator;
 2. H₂S negatieve varianten van *Salmonella* vertonen een roze kleur en met een donkerroos centrum;
 3. lactosepositieve *Salmonella* geven gele kolonies met of zonder zwarting;
- d. op het tweede medium: controle van presumptieve *Salmonella*-kolonies volgens de karakteristieken van het aangewend medium.

1.2.6 BIOCHEMISCHE EN SEROLOGISCHE BEVESTIGINGSTESTEN

1.2.6.1 SELECTIE VAN KOLONIES VOOR DE BEVESTIGINGSTESTEN

- a. Voor de bevestigingstesten worden uit beide selectieve media één typische of een vijftal verdachte kolonies opgepikt en uitgestreken op een nutriënt agar plaat, zodanig dat goed geïsoleerde kolonies worden verkregen. Als alternatief, als goed geïsoleerde kolonies (van een zuivere cultuur) beschikbaar zijn op de selectieve media, kan de biochemische bevestiging direct worden uitgevoerd op een verdachte, goed geïsoleerde kolonie van een selectieve plaat. De kweek op het niet-selectieve (nutriënt) agarmedium kan vervolgens parallel worden uitgevoerd met de biochemische testen ter controle op zuiverheid van de kolonie die uit het selectieve agarmedium is genomen.
- b. Incubatie van de schalen bij 36±2°C gedurende 24±3u.
- c. Gebruik zuivere culturen voor de bevestigingstesten.

Eén isolaat wordt getest. Als die negatief blijkt, worden de vier andere isolaten onderworpen aan de bevestigingstesten. Voor epidemiologische studies worden minstens vijf isolaten getest.

1.2.6.2 BIOCHEMISCHE BEVESTIGINGSTESTEN

Op een te onderzoeken zuivere kolonie wordt een biochemische identificatie uitgevoerd met de media en testen:

- a. Triple Sugar Iron agar TSI (glucose + zuur + gas positief, zwavelwaterstofvorming positief 92-97% *S. Paratyphi* 10%, lactose negatief 99 % *S. Paratyphi* positief en sucrose negatief 99%);
- b. Ureum hydrolyse (99% negatief);
- c. Lysine-decarboxylatie (95 % positief; *S. Paratyphi* negatief; *S. Typhi* 98% positief);
- d. β-Galactosidase reactie (negatief 98 %) (optioneel);
- e. Indolproductie (99% negatief) (optioneel).

Deze testen kunnen eveneens uitgevoerd worden met een commerciële biochemische kit, en indien nodig met de hierboven vernoemde testen aangevuld worden.

De interpretatie van de resultaten van een identificatiekit gebeurt volgens de daarbij horende handleiding.

Als *Salmonella* spp. stammen worden geïdentificeerd, wordt een serologische confirmatie uitgevoerd.

1.2.6.3 SEROLOGISCHE BEVESTIGINGSTEST

Elimineren van auto agglutinerende stammen: breng op een onderlaag een druppel zoutoplossing en los daarin aan de hand van een entnaald een ~~deej~~ van een verdachte kolonie. Door ronddraaiende beweging gedurende 30-60 s wordt de autoagglutinatie nagegaan. Als die positief is, wordt er verder geen serologische test gedaan.

Op elke (niet auto-agglutinerende) zuivere kolonie wordt de agglutinatietest uitgevoerd voor de detectie van de aanwezigheid van *Salmonella* O- en H-antigenen (indien *Salmonella* Typhi Vi-antigenen). De test wordt uitgevoerd volgens de richtlijnen van de producent. De agglutinatie wordt vergeleken met een positieve en negatieve controle. Als agglutinatie optreedt wordt de reactie positief gerapporteerd.

1.2.6.4 SPECIES IDENTIFICATIE

Als de noodzaak er is voor species identificatie, wordt een isolaat daarvoor geënt in transport agar slant. De tubes worden verstuurd naar een erkend instituut, waar de definitieve typering kan gebeuren.

1.2.6.5 MICROBIOLOGISCHE IDENTIFICATIE VAN SALMONELLA DOOR MIDDEL VAN MALDI-TOF MS (MATRIX-ASSISTED LASER DESORPTION-IONIZATION TIME-OF-FLIGHT MASS SPECTROMETRY)

Voor de identificatie van *Salmonella* kan gebruik gemaakt worden van de MALDI-TOF MS technologie. Daarvoor moet wel een validatie uitgewerkt worden conform ISO 16140.

2 WERKWIJZE VIA PCR ASSAY SALMONELLA spp. of via VIDAS SALMONELLA

Voor de bepaling van *Salmonella* kan gebruik gemaakt worden van de VIDAS *Salmonella* technologie of van (Real-Time) PCR Assay for *Salmonella* spp. technologie. Beide technieken hebben een Afnor validatie conform ISO 16140, in eerste instantie in voedingsmatrices, maar eveneens in milieumatrices.

3 WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

In functie van de resultaten en interpretatie wordt de aan- of afwezigheid van *Salmonella* spp. uitgedrukt in 25 g monster.

In het rapport wordt eveneens de gebruikte BAM-methode vermeld.

4 KWALITEITSCONTROLE

Inzetten van een blanco controle bij de selectieve media bij elke meetreeks.

Inzetten van een positieve controle per lot analysemedia.

Validatie van de analysemethode op verschillende matrices (natte en ingedroogde mest): herhaalbaarheid testen. Daarvoor wordt een controlemonster beënt met een referentie-*Salmonella*-stam en behandeld als elk ander onbekend monster.

De juistheid afleiden uit tweedelijnscontrole.

5 REFERENTIES

- a. ISO 6579-1:2017 Microbiology of the food chain - Horizontal method for the detection, enumeration and serotyping of Salmonella - Part 1: Detection of Salmonella spp
- b. ISO 6579: 2017 CD AMENDMENT 1: in ontwikkeling
- c. <https://nf-validation.afnor.org/en/food-industry/salmonella-spp/>

Verwerkte mest - Detectie van Clostridium perfringens

INHOUD

1	Werkwijze	3
2	Media en materiaal	3
3	Procedure	3
3.1	<i>Initieel suspenderen van een monster in gebufferd peptoon water</i>	3
3.2	<i>Telling en selectie van kolonies voor bevestiging</i>	4
3.3	<i>Biochemische bevestigingstest</i>	4
3.4	<i>Inoculatie en incubatie</i>	4
3.5	<i>Interpretatie</i>	4
3.6	<i>Microbiologische identificatie van Clostridium perfringens door middel van MALDI-TOF MS (MATRIX-ASSISTED LASER DESORPTION-IONIZATION TIME-OF-FLIGHT MASS SPECTROMETRY)</i>	4
3.7	<i>Berekening van het resultaat (zie ISO 7218: Amd. 1)</i>	4
4	Weergave van de resultaten	5
5	Kwaliteitscontrole	5
6	Referentie	5

1 WERKWIJZE

De detectie van *Clostridium perfringens* gebeurt door:

- isolatie en telling van karakteristieke kolonies door analyse van de initiële suspensie met het selectief medium SC agar via de gietplaatmethode;
- bevestigen van karakteristieke kolonies;
- berekenen van het aantal *Clostridium perfringens* per gram monster aan de hand van het aantal bevestigde kolonies.

2 MEDIA EN MATERIAAL

- gebufferd pepton water BPW;
- (T)SC agar;
- voor de bevestigingstest: Fluid Thioglycolaat Medium TGM, lactose sulfiet medium LS (met Durham buisje) of een commerciële biochemische kit;
- autoclaaf 121±3°C; incubator 36±2°C, waterbad op 45±1°C, waterbad op 46±0,5°C geschikt glaswerk, pipetten, pH-meter, petrischalen, entnaald, anaërobe jar en reagentia;
- Stomachertoestel of gelijkwaardige homogenisator.

3 PROCEDURE

3.1 INITIEEL SUSPENDEREN VAN EEN MONSTER IN GEBUFFERD PEPTOON WATER

- Aan 10 g homogeen afgewogen monster in een stomacherzak 90 ml gebufferd pepton water aseptisch toevoegen (1/10 massa/volume verhouding).
- Als het monster fragmenten bevatten die de stomacherzak kunnen beschadigen, wordt het geheel gehuld in een extra (stomacher-)zak, vóór het homogenisatieproces.
- Homogenisatie in de homogenisator gedurende 2 minuten.
- Uit de stomacherzak wordt van de gebufferd pepton suspensie 1 ml¹ van het te analyseren monsterextract overgebracht in een lege en steriele petrischaal (1 ml suspensie is representatief voor 0,1 gram monster). De tijd tussen het aanbrengen van de suspensie in de petrischaal en het gieten van SC moet zo kort mogelijk worden gehouden en mag de 15 min niet overschrijden.
- Petrischaal vullen met ± 15 ml vloeibaar SC agar medium bewaard bij 44-47°C in een waterbad.
- Entmateriaal en medium mengen door draaiende bewegingen met de schaal.
- Agar laten stollen en daarna overgieten met een tweede laag vloeibaar medium (± 10 ml).
- Agar laten stollen en drogen in laminaire flow en geïnverteerd anaëroob incuberen bij 36°C gedurende 20 ± 2 u.

¹ Het criterium is max. 1000 kve *Clostridium perfringens* in 1 g verwerkte mest, dit betekent maximum 100 kve/plaat.

3.2 TELLING EN SELECTIE VAN KOLONIES VOOR BEVESTIGING

- a. Tel de zwarte presumptieve *Clostridium perfringens*.
- b. Selecteer vijf karakteristieke kolonies uit de schaal voor biochemische bevestiging.

3.3 BIOCHEMISCHE BEVESTIGINGSTEST

Voor de identificatie kan een commerciële biochemische kit worden gebruikt. De interpretatie van de resultaten van een identificatiekit gebeurt volgens de daarbij horende handleiding. Zoniet wordt de volgende methode gebruikt.

3.4 INOCULATIE EN INCUBATIE

- a. Inoculeer elk van de geselecteerde kolonies met een entnaald in vloeibaar TGM.
- b. Anaërobe incubatie bij 36°C gedurende 18-24 u.
- c. Pipetteer na incubatie 5 druppels TGM cultuur in LS medium.
- d. Incubatie in een waterbad van 46°C gedurende 18-24 u.

3.5 INTERPRETATIE

- a. Onderzoek elke tube LS medium op gasproductie en op een zwarte verkleuring van het medium door ijzersulfiet precipitatie. Tubes met Durham buisjes die meer dan 1/4 met gas gevuld zijn en waarin een zwart precipitaat voorkomt, worden als positief beschouwd.
- b. Bij twijfel, als in een zwarte LS tube een Durham buisje met minder dan 1/4 gevuld is, pipetteer onmiddellijk 5 druppels LS cultuur in een nieuwe LS tube.
- c. Incubatie in een waterbad van 46°C gedurende 18-24 u.
- d. Onderzoek deze tube(s) zoals hierboven vermeld.

Bacteriën die zwarte kolonies geeft op SC medium en die een positieve bevestiging geven in LS medium, worden als *Clostridium perfringens* beschouwd. In elk andere geval is het resultaat negatief.

3.6 MICROBIOLOGISCHE IDENTIFICATIE VAN CLOSTRIDIUM PERFRINGENS DOOR MIDDEL VAN MALDI-TOF MS (MATRIX-ASSISTED LASER DESORPTION-IONIZATION TIME-OF-FLIGHT MASS SPECTROMETRY)

Voor de identificatie van *Clostridium perfringens* kan gebruik gemaakt worden van de MALDI-TOF MS technologie. Daarvoor moet wel een validatie uitgewerkt worden conform ISO 16140.

3.7 BEREKENING VAN HET RESULTAAT (ZIE ISO 7218: AMD. 1)

Bereken het aantal *Clostridium perfringens* a in 1 gram monster met de volgende formule:

$$a = b/A \times C$$

waarbij:

C: het aantal presumptieve *Clostridium perfringens* kolonies;

A: het aantal geïnoculeerde kolonies ter bevestiging (=5);

b: het aantal geconfirmeerde kolonies.

4 WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

Het aantal *Clostridium perfringens* wordt uitgedrukt als aantal kve in 1 g monster. Als er meer dan 100 kolonies per plaat zijn bepaald als *Clostridium perfringens*, wordt het aantal gerapporteerd als > 1000 kve *Clostridium perfringens* /g monster. Indien afwezig wordt <10 kve/g monster gerapporteerd. In het rapport wordt eveneens de gebruikte BAM- methode vermeld.

5 KWALITEITSCONTROLE

Inzetten van een blanco controle bij de selectieve media bij elke meetreeks.

Inzetten van een positieve controle per lot analysemedia.

Validatie van de analysemethode op verschillende matrices (natte en ingedroogde mest): herhaalbaarheid testen. Daarvoor wordt een controlemonster beënt met een referentie-*Clostridium perfringens*-stam en behandeld als elk ander onbekend monster. De juistheid afleiden uit de tweedelijscontrole.

6 REFERENTIE

- a. ISO 7218: 2007 Microbiology of food and animal feeding stuffs - General requirements and guidance for microbiological examinations
- b. ISO 7937:2004 Microbiology of food and animal feeding stuffs - Horizontal method for the enumeration of *Clostridium perfringens* - Colony-count technique

Verwerkte mest - Rapportering

1 ALGEMEEN

De rapportering wordt uitgevoerd overeenkomstig BAM/deel 8/20. Het monsternameverslag opgemaakt op basis van de veldregistraties (monsternameformulier) wordt toegevoegd aan het analyseverslag of in het analyseverslag verwerkt.

Onverminderd de bepalingen van BAM/deel 8/20 moeten de volgende gegevens vermeld worden op het analyserapport:

- a. briefpapier van het laboratorium met minimaal vermelding van naam, adres, telefoon, e-mail;
- b. uniek rapportnummer;
- c. uniek nummer monster en, indien van toepassing, nummer monster toegekend door de mestbank via SMIL¹;
- d. datum en uur van de monstername;
- e. naam van de monsternemer. Als het laboratorium specifieke identificatienummers hanteert voor zijn monsternemers, wordt dat nummer eveneens op het verslag vermeld. Als het monster niet genomen is door een monsternemer verbonden aan het laboratorium, moet dat uitdrukkelijk vermeld worden op het analyserapport.
- f. opdrachtgever aanwezig bij de monstername (J/N);
- g. type verwerkt product (bijvoorbeeld digestaat, compost ...) en, indien mogelijk, de mestsoort waarvan het verwerkte product afkomstig is (bijvoorbeeld gedroogde dikke fractie - varkensmest). Daarvoor moet gebruik gemaakt worden van de mestcodes die door de Vlaamse Landmaatschappij gebruikt worden en zoals opgenomen in SMIL. Dezelfde omschrijving moet gebruikt worden als de omschrijving die gebruikt wordt op het mestafzetdocument (MAD) indien van toepassing;
- h. omschrijving van de plaats van monstername (bijvoorbeeld container, composteercel ...) en of het monster genomen is uit een partij "tijdens opslag" of "onmiddellijk na verwerking";
- i. gps-coördinaten in WGS84-formaat, in decimale graden tot op 5 decimalen, van de bemonsterde partij;
- j. datum waarop het monster door het laboratorium is ontvangen;
- k. datum waarop het monster voor analyse in bewerking is genomen;
- l. datum waarop het rapport is verzonden;
- m. naam en handtekening van de verantwoordelijke laboratorium (mag eventueel digitaal);
- n. naam en adres van degene aan wie het rapport bezorgd wordt.

2 EENHEDEN

Het aantal *Escherichia coli* wordt uitgedrukt in aantal kve/g monster.

Het aantal *Enterococcaceae* wordt uitgedrukt in aantal kve/g monster.

Salmonella spp. wordt aangegeven als aanwezig of afwezig in 25 g monster.

Voor *Escherichia coli*, *Enterococcaceae* en *Salmonella* spp. worden op het verslag telkens de resultaten van de 5 afzonderlijk geteste monsters vermeld.

¹ Staalname Melding Internet Loket (<https://www.vlm.be/nl/doelgroepen/laboratoria-en-staalnemers/SMIL>)

Het aantal *Clostridium perfringens* wordt uitgedrukt in aantal kve/g monster.

Validatie en kwaliteitscontrole van toestellen voor monsternamen van vloeibare mest bij verpompen

INHOUD

1	Principe en toepassingsgebied	3
2	Apparatuur en materiaal	3
3	Werkwijze voor de uitgebreide procedure	3
3.1	<i>Ontwerpeisen gesteld aan het apparaat</i>	3
3.2	<i>Proefschema: monstername en analyse</i>	4
3.2.1	Weegproef	5
3.2.2	Analyses	5
3.3	<i>Dataverwerking</i>	5
3.3.1	Weegproef	6
3.4	<i>Evaluatie</i>	7
4	Werkwijze voor beperkte procedure - kwaliteitscontrole	7
	BIJLAGE A : voorbeeldberekening	8
A.1	Variabiliteit van de greepgrootte	8
A.2	Invloed van het gehalte aan droge stof op de grootte van het monster	9
A.3	Analyseresultaten	9

1 PRINCIPE EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft de validatiemethode van monsternametoestellen die gebruikt worden voor het bemonsteren van waterachtige tot pasteuze vloeistofstromen, bijvoorbeeld zoals deze vermeld in BAM deel 3.

De testen hebben als doel om na te gaan of

- a. de reproduceerbaarheid van de monstername voldoende is om de representativiteit van het monster voor de bemonsterde partij te kunnen garanderen;
- b. de manier waarop een greep uit de vloeistofstroom genomen wordt geen aanleiding geeft tot discriminatie bij bemonsteren van een heterogene vloeistof. Voor apparaten die gevalideerd werden, beschrijft deze procedure ook de regelmatig uit te voeren kwaliteitscontrole.

Hier worden twee procedures beschreven: een uitgebreide procedure die slechts eenmalig uitgevoerd moet worden door de producent, en bedoeld om te testen of een nieuw geconcipieerd apparaat voldoet aan de gestelde eisen, en een korte procedure om op regelmatige tijdstippen de kwaliteit van een apparaat te verifiëren.

Volgende opmerkingen moeten in acht genomen worden:

- a. De uitgebreide, volledige procedure moet enkel uitgevoerd worden bij ingebruikname van een nieuw type toestel dat nog niet eerder gevalideerd werd. Toestellen die door, of in opdracht van, de fabrikant aan deze procedure onderworpen werden en gevalideerd werden, moeten door de gebruiker niet opnieuw gevalideerd worden.
- b. De korte procedure moet op regelmatige basis worden uitgevoerd ongeacht het type van het toestel. De frequentie wordt bepaald door de gebruiker afhankelijk van het aantal jaarlijkse monsternames, met een minimum van twee controles per jaar.

2 APPARATUUR EN MATERIAAL

- a. Het te valideren monsternametoestel;
- b. Het monstername (referentie)apparaat van een type dat reeds eerder gevalideerd werd met deze procedure en waarvan de goede werking conform de korte procedure werd aangetoond;
- c. leklicht afsluitbare recipiënten voor het laboratoriummonster, met een volume van minstens 750 ml. De grootte van de recipiënten moet aangepast worden aan de greepgrootte van het geteste toestel, zodat alle grepen gecombineerd kunnen worden in een enkel recipiënt;
- d. koelboxen met voldoende diepgevroren koelelementen of koelinstallatie om gekoeld transport van monsters te garanderen;
- e. persoonlijke beschermingsmiddelen.

3 WERKWIJZE VOOR DE UITGEBREIDE PROCEDURE

3.1 ONTWERPEISEN GESTELD AAN HET APPARAAT

Het ontwerp van het te valideren apparaat moet voldoen aan volgende eisen:

- a. Het apparaat wordt in de leiding geplaatst en kan zowel monsters nemen uit leidingen die in onderdruk als in overdruk staan ten opzichte van de atmosferedruk.

- b. Het apparaat neemt zonder het pompproces te onderbreken grepen uit de vloeistofstroom. Het minimale monstervolume dat bereikt wordt door het nemen van minstens vijf grepen bedraagt 650 ml.
- c. De grepen worden zodanig genomen dat op het moment van monsternamename een deel van de stroom bemonsterd wordt, het moment waarop een greep wordt genomen is duidelijk gedefinieerd en wordt bepaald (al dan niet automatisch) door de operator.
- d. De onderdelen die in contact komen met de monsterstroom bestaan uit materialen die voldoende bestand zijn tegen corrosie door de te bemonsteren stromen, zodat er zich geen contaminatie van het monster kan voordoen.

In het validatierapport moet een omstandige beschrijving van zowel de bouw als het werkingsprincipe van het apparaat worden opgenomen, waarmee de conformiteit met bovenstaande eisen wordt aangetoond.

3.2 PROEFSHEMA: MONSTERNAME EN ANALYSE

Hieronder worden de testen beschreven die toelaten om te evalueren of het te valideren apparaat voldoet aan volgende eisen:

- a. De variatie van de greepgrootte binnen één monsternamename van minimum vijf grepen, uitgedrukt als de variatiecoëfficiënt (1s) is niet groter dan 0,075 (7,5%).
- b. Er is geen statistisch significant verschil in greepgrootte in functie van het drogestofgehalte van de bemonsterde vloeistof binnen de vork van 0 tot 150 kg DS/ton.
- c. In de genomen monsters worden voor de parameters totale stikstof, totale fosfor en droge stof geen significante verschillen gemeten in vergelijking met de concentraties in monsters die simultaan genomen werden met een referentieapparaat¹.

Er worden een aantal monsternames uitgevoerd waarbij het te valideren apparaat in serie wordt geplaatst met het referentieapparaat, zodat de geteste partijen simultaan bemonsterd kunnen worden. Het aantal grepen dat genomen moet worden om tot een voldoende monstervolume te komen is (kan) afhankelijk (zijn) van het gebruikte apparaat. Voor wat betreft de chemische analyses moet in ieder geval het aantal grepen gebruikt worden dat gebruikelijk is voor beide toestellen. Het aantal grepen hoeft met andere woorden niet identiek te zijn. Voor wat betreft de weegproeven kan het aangewezen zijn om met een gelijk aantal grepen te werken om de onzekerheid op de berekende resultaten gelijk te houden over de apparaten.

Indien mogelijk is het aangewezen om twee referentietoestellen te gebruiken. De resultaten van het tweede toestel worden dan als back-up beschouwd en moeten niet a priori gebruikt worden.

De hieronder beschreven metingen en analyses worden zowel op (de monsters genomen met) het te valideren apparaat als op (met) het referentieapparaat uitgevoerd. Een samenvatting van alle uit te voeren monsternames en analyses wordt gegeven in *Tabel 1*.

Er worden vier verschillende partijen (mestkelder, opslag ...) bemonsterd, waarbij uit iedere partij vijfmaal monsters genomen worden. Het minimale volume dat verpompt wordt voor iedere monsternamename, is 6 m³. De te bemonsteren partijen worden zo gekozen dat er

- a. twee partijen zijn met een drogestofgehalte van minder dan 20 kg/ton;
- b. twee partijen met een drogestofgehalte van meer dan 80 kg/ton.

Op de genomen monsters worden volgende parameters bepaald.

¹ Het referentieapparaat is een apparaat dat aantoonbaar voldoet aan de eisen gesteld in dit document.

3.2.1 WEEGPROEF

Tijdens de eerste van de vijf monsternames van ieder van de vier partijen wordt de massa van iedere greep bepaald. Van de overige monsters wordt enkel de massa van het eindmonsters (bestaande uit x grepen) bepaald.

3.2.2 ANALYSES

Op alle monsters wordt het gehalte aan totale stikstof, totale fosfor en droge stof bepaald. De analyses moeten worden uitgevoerd door een laboratorium dat voor deze parameters volgens VLAREL is erkend.

Tabel 1: monsternames en metingen

Partij		Monstername	Massa per greep	Totale massa monster	Droge stofgehalte	Tot-N	Tot-P
1	DS < 20 kg/ton	1	m11,...,m15	M11	D11	N11	P11
		2	-	M12	D12	N12	P12
		3	-	M13	D13	N13	P13
		4	-	M14	D14	N14	P14
		5	-	M15	D15	N15	P15
2	DS < 20 kg/ton	1	m21,..., m25	M21	D21	N21	P21
		2	-	M22	D22	N22	P22
		3	-	M23	D23	N23	P23
		4	-	M24	D24	N24	P24
		5	-	M25	D25	N25	P25
3	DS > 80 kg/ton	1	m31,...,m35	M31	D31	N31	P31
		2	-	M32	D32	N32	P32
		3	-	M33	D33	N33	P33
		4	-	M34	D33	N34	P34
		5	-	M35	D34	N35	P35
4	DS > 80 kg/ton	1	m41,...,m45	M41	D41	N41	P41
		2	-	M42	D42	N42	P42
		3	-	M43	D43	N43	P43
		4	-	M44	D44	N44	P44
		5	-	M45	D45	N45	P45

3.3 DATAVERWERKING

De meetwaarden uit de hierboven beschreven experimenten worden verwerkt als volgt.

Opmerking

Het volume van de monstername, per greep of per monster, wordt hier bepaald door middel van een weging. Als op basis van de gewogen massa's de variantie van de greep- of monstergrootte wordt berekend, wordt daarbij dan ook stilzwijgend verondersteld dat de dichtheid van de bemonsterde vloeistof niet essentieel wijzigt tijdens het verloop van proef. Als verondersteld mag worden dat niet aan die eis voldaan is, mag de berekening worden uitgevoerd na compenseren voor de dichtheid van de monsters op basis van het gemeten gehalte aan droge stof als volgt:

$$\rho = 1.003 + 4.32 \cdot 10^{-4} * DS$$

$$V = \frac{1000 * M}{\rho}$$

waarbij:

ρ : de dichtheid in ton/m³;

DS: gehalte aan droge stof in kg/ton;

V: volume van de greep in ml;

M: massa van de greep in g.

3.3.1 WEEGPROEF

3.3.1.1 VARIABILITEIT VAN DE GREEPGROOTTE

De variabiliteit van de greepgrootte wordt berekend als de gepoolde variantiecoëfficiënt over de resultaten van de wegingen uit de vier monsternames.

Greep	Partij 1	Partij 2	Partij 3	Partij 4
1	m11	m21	m31	m41
2	m12	m22	m32	m42
3	m13	m23	m33	m43
4	m14	m24	m34	m44
5	m15	m25	m35	m45
...	...	...	...	...
# metingen (n)	n_1	n_2	n_3	n_4
Varianties (σ^2)	σ_1^2	σ_2^2	σ_3^2	σ_4^2

Bereken de gepoolde variantie als:

$$\sigma_p^2 = \frac{\sum_{i=1}^4 (n_i - 1) \sigma_i^2}{\sum_{i=1}^4 (n_i - 1)}$$

en de gepoolde relatieve variatiecoëfficiënt als:

$$CV_R = \frac{\sqrt{\sigma_p^2}}{\mu}$$

met μ het gemiddelde over alle metingen.

Opmerking: Bij deze berekening wordt stilzwijgend verondersteld dat de varianties homogeen zijn. Als dat niet het geval is, bijvoorbeeld als er ook na het verrekenen van de dichtheid een duidelijke invloed van de droogrest op de variantie wordt waargenomen, moet de berekening apart worden uitgevoerd voor de monsternames bij lage en hoge droogrest.

3.3.1.2 INVLOED VAN HET GEHALTE AAN DROGE STOF OP DE GROOTTE VAN HET (DEEL)MONSTER

Om de invloed van het gehalte aan droge stof op de grootte van het (deel)monster na te gaan, wordt met een 2-zijdige t-test op 95% significantie niveau nagegaan of het gemiddelde monstervolume bij partijen 1 en 2 significant verschilt van dat bij partijen 3 en 4.

Monster	DS<20 kg/ton	DS > 80 kg/ton
1	M11	M31
2	M12	M32
3	M13	M33

4	M14	M34
5	M15	M35
1	M21	M41
2	M22	M42
3	M23	M43
4	M24	M44
5	M25	M45
gemiddelde	$\mu_{DS<}$	$\mu_{DS>}$
variantie	$\sigma^2_{DS<}$	$\sigma^2_{DS>}$

Opmerkingen:

- Er wordt van uitgegaan dat de datasets normaal verdeeld zijn, dat wordt niet getest.
- Als $\sigma^2_{DS<}$ en $\sigma^2_{DS>}$ sterk verschillen, moet eerst getest worden op de homogeniteit van de varianties. Als die niet homogeen blijken, moet een Welch t-test gebruikt worden.

3.3.1.3 ANALYSERESULTATEN

De analyseresultaten voor droge stof, tot-N en tot-P in de monsters genomen met beide apparaten worden onderzocht op significante verschillen met een gepaarde t-test (tweezijdig, 95% significantie).

Opmerkingen:

- Er wordt verondersteld dat de datasets normaal verdeeld zijn, dat wordt niet getest.
- Er mag verondersteld worden dat de varianties homogeen zijn. Als ze echter duidelijk verschillend lijken en dat bevestigd wordt (F-test), moet overgeschakeld worden op gebruik een Welch-t-test.

3.4 EVALUATIE

Het apparaat voldoet aan de gestelde eisen als:

- het apparaat voldoet aan de design-eisen (3.1);
- de gepoolde relatieve variatiecoëfficiënt (3.3.1.1) niet groter is dan 0,075;
- er geen significante invloed is van het gehalte aan droge stof op het monstervolume (3.3.1.2);
- er voor geen enkele van de drie parameters (droge stof, totale stikstof en totale fosfor) een significant verschil wordt waargenomen tussen de monsters genomen met het referentieapparaat en die genomen met het te valideren apparaat.

4 WERKWIJZE VOOR BEPERKTE PROCEDURE - KWALITEITSCONTROLE

Ieder toestel is onderhevig aan normale sleet bij gebruik. Bij dit type van apparaten is de meest voorkomende tekortkoming het slijten van pakkingen tussen de bewegende onderdelen. Dat veroorzaakt lekken, die aanleiding kunnen geven tot een slechte reproduceerbaarheid van de grootte van de grepen. Dit moet minstens zesmaandelijks gecontroleerd worden door het uitvoeren van de weegproef beschreven in 3.3.1.1.. Het is evenwel voldoende om de test uit te voeren op een enkele monstername (minstens vijf grepen wegen).

BIJLAGE A: VOORBEELDBEREKENING

Als voorbeeld voor bovenstaande rationale worden metingen verwerkt, die werden uitgevoerd met het apparaat gebruikt door VITO. Voor vergelijking van de analyseresultaten werden monsters genomen met een identiek apparaat van de Vlaamse Landmaatschappij.

Er werd hierbij aangenomen dat er geen significante verschillen in dichtheid waren tussen de verschillende partijen, de gewogen massa's werden gelijkgesteld aan de volumes.

A.1 Variabiliteit van de greepgrootte

	Put 1	Put 2	Put 3	Put 4
	Mestvarkens	Zeugen	Z&B	Biggen
massa (g) deelstaal 1	168.4	171.9	166.9	185.9
massa (g) deelstaal 2	173.7	161.4	142.3	176.9
massa (g) deelstaal 3	168.8	175.5	148	177.6
massa (g) deelstaal 4	168.2	162.2	155	182.2
massa (g) deelstaal 5	174.7	153.1	163.2	170
Σ	853.8	824.1	775.4	892.6
μ	170.8	164.8	155.1	178.5
σ	2.83	8.00	9.16	5.37
VAR	8.03	64.02	83.82	28.81
overall μ	167.3			
Pooled variance	46.17			
CV_R	0.041			

De gepoolde relatieve variantiecoëfficiënt is kleiner dan 0,075 en voldoet dus aan de gestelde eis.

A.2 Invloed van het gehalte aan droge stof op de grootte van het monster

Monster	massa (g)	DS (kg/ton)	Monster	massa (g)	DS (kg/ton)
Put 1 M1	853.8	105	Put 2 M1	824.1	11
Put 1 M2	863.4	105	Put 2 M2	869	13
Put 1 M3	877.5	106	Put 2 M3	814.6	9
Put 1 M4	845.1	106	Put 2 M4	824.6	9
Put 1 M5	850.2	106	Put 2 M5	791.5	10
Put 3 M1	775.4	98	Put 4 M1	892.6	19
Put 3 M2	911.0	92	Put 4 M2	898.4	13
Put 3 M3	869.0	95	Put 4 M3	880.9	13
Put 3 M4	916.7	100	Put 4 M4	877.7	13
Put 3 M5	875.4	102	Put 4 M5	868.6	12
μ	863,8		μ	854,2	
σ^2	1382		σ^2	1240	

- De varianties mogen op basis van een F-test als gelijk verondersteld worden.
- Er is geen significant verschil tussen de gemiddelde greepgrootte op het 95% interval (t-test)

A.3 Analyseresultaten

Put	Lading	Droge stof (DS) VITO	Droge stof (DS) VLM
1	1	105	105
1	2	105	105
1	3	106	105
1	4	106	107
1	5	106	106
2	1	11	15
2	2	13	11
2	3	9	9
2	4	9	9
2	5	10	9
3	1	98	98
3	2	92	94
3	3	95	96
3	4	100	101
3	5	102	101
4	1	19	20
4	2	13	12
4	3	13	12
4	4	13	12
4	5	12	13

Put	Lading	Totale stikstof (N) VITO	Totale stikstof (N) VLM
1	1	6.55	6.39
1	2	6.65	6.45
1	3	6.31	6.38
1	4	6.31	6.31
1	5	6.47	6.43
2	1	2.75	2.87
2	2	2.72	2.65
2	3	2.50	2.50
2	4	2.54	2.57
2	5	2.59	2.55
3	1	6.52	6.56
3	2	6.66	6.80
3	3	6.89	6.77
3	4	6.94	6.98
3	5	7.04	7.00
4	1	2.99	3.06
4	2	2.66	2.68
4	3	2.67	2.61
4	4	2.69	2.78
4	5	2.70	2.76

Put	Lading	Fosfor (P2O5) VITO	Fosfor (P2O5) VLM
1	1	5.68	5.61
1	2	5.90	5.79
1	3	5.76	5.81
1	4	5.96	6.02
1	5	5.74	5.91
2	1	0.84	1.08
2	2	0.74	0.60
2	3	0.34	0.37
2	4	0.34	0.35
2	5	0.52	0.31
3	1	4.96	5.02
3	2	4.82	4.78
3	3	4.92	4.88
3	4	5.09	4.90
3	5	5.18	5.03
4	1	1.11	1.15
4	2	0.56	0.61
4	3	0.56	0.43
4	4	0.66	0.67
4	5	0.62	0.66

Parameter	Gemiddeld verschil	95% interval	Significant?
Droge stof	-0,150	-0,781 ↔ +0,481	Neen
Tot-N	0,003	-0,039 ↔ +0,045	Neen
Tot-P	0,012	-0,038 ↔ +0,070	Neen

→ Uit bovenstaande blijkt dat voor geen enkel van de drie parameters een significant verschil wordt gevonden tussen monsters genomen met beide apparaten.

Toegestane afwijking bij multiële metingen van het nitraatresidu en P-Al van landbouwpercelen

INHOUD

1	Principe en toepassingsgebied	3
2	Apparatuur en materiaal	Fout! Bladwijzer niet gedefinieerd.
3	Werkwijze	3
3.1	<i>Reproduceerbaarheid van monstername en meting</i>	3
3.1.1	Nitraat-N	3
3.1.1	Ammoniumlactaat extraheerbaar fosfor (P-Al)	4
3.2	<i>Evalueren van verschillen via z-score</i>	4
3.2.1	Berekening van z-scores	4
3.2.2	Evaluatie en interpretatie van resultaten	4
3.3	<i>Opmerking</i>	5

1 PRINCIPE EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure beschrijft het testen en de interpretatie van her-metingen van het nitraatresidu en de plantbeschikbare fosfor (P-Al) van landbouwpercelen zoals vermeld in BAM deel 1.

De testen hebben als doel om na te gaan of het verschil tussen metingen in lijn is met de meetonzekerheid die voor de methode beschreven in BAM deel 1/01 (monsternamen) en BAM delen 1/02, 03, 04 en 11 (bepaling) verwacht kan worden.

Deze procedure wordt gebruikt voor het evalueren van metingen in het kader van tweedelijscontrole, evalueren van contra stalen, ...

Voor de parameter nitraatstikstof is de hier beschreven evaluatie enkel toepasbaar voor het evalueren van bepalingen over de volledige bemonsterde diepte en niet voor de deelmonsters per laag.

2 WERKWIJZE

2.1 REPRODUCEERBAARHEID VAN MONSTERNAMEN EN METING

2.1.1 NITRAAT-N

De reproduceerbaarheid van de meting conform BAM werd bepaald door ruim duizend percelen, verspreid over het volledige landbouwareaal, in duplo te bemonsteren en analyseren tijdens de nitraatresiducampagnes tussen 2011 en 2013. De dataset bevatte dan ook een groot aantal verschillende situaties voor wat betreft teelt(en), de bodemgesteldheid, grootte van het nitraatresidu, weersomstandigheden, tijdsverloop tussen de monsternamen, De twee monsternamen én analyses werden hierbij binnen de termijn van de nitraatresiducampagne uitgevoerd door verschillende, weliswaar erkende, laboratoria. De berekende reproduceerbaarheden moeten dan ook als maximale waarden beschouwd worden gezien ze bijdragen van zowel monsternamen, analyse als een interlaboratorium en een temporele component bevatten.

Uit variantieanalyse blijkt dat de factor met de grootste invloed op verschillen tussen twee opeenvolgende metingen de laatste teelt is. In onderstaande tabel worden de gepoolde variatiecoëfficiënten gegeven voor deze teeltgroepen waartussen een statistisch significant verschil kon worden aangetoond.

Teeltgroep(en)	CVR
Aardappelen	0,22
Granen	0,29
Maïs	0,26
Gras	0,32
Andere ¹	0,30

Tabel 1: variatiecoëfficiënt per teeltgroep(en)

2.1.1 Ammoniumlactaat extraheerbaar fosfor (P-AI)

Voor P-AI werd de variantiecoëfficiënt gepoold uit resultaten van ringtesten met monsternamen sinds 2014 en een veldproef op een dozijn percelen uitgevoerd n.a.v. een studie naar optimalisatie van de monsternamen. Hier is geen invloed van de laatste teelt, er wordt een vaste variatiecoëfficiënt van 0,12 gebruikt.

2.2 EVALUEREN VAN VERSCHILLEN VIA Z-ZCORE

2.2.1 Berekening van z-scores

De verschillen tussen twee of meer metingen kunnen geëvalueerd worden via het berekenen van z-scores als:

$$z_i = \left| \frac{(x_i - \mu)}{CV \cdot \mu} \right|$$

Met:

z_i : de z-score voor de i-de meting

x_i : de i-de meting

μ : rekenkundig gemiddelde van alle metingen

CV: de variatiecoëfficiënt volgens Tabel 1 in geval van NO₃-N, of gelijk aan 0,12 voor P-AI

2.2.2 Evaluatie en interpretatie van resultaten

Na berekening worden z-scores geëvalueerd als:

$$z = \begin{cases} \leq 2 & \text{verwacht} \\ 2 < z \leq 3 & \text{twijfelachtig} \\ > 3 & \text{onwaarschijnlijk} \end{cases}$$

- Wanneer de z-score kleiner dan of gelijk is aan 2 kan het verschil toegewezen worden aan de te verwachten variantie veroorzaakt door monsternamen en analyse. De meting kan zonder meer aanvaard worden.
- Wanneer de z-score groter is dan 2 maar kleiner dan of gelijk aan 3 is er nog maar 5% kans dat het verschil verklaard wordt door de te verwachten variantie veroorzaakt door monsternamen en analyse. De meting is *twijfelachtig*. Er kan verder onderzoek en/of

¹ Sierplanten, fruit, bloemen, suiker- en voederbieten, groenten, aardbeien, ...

interpretatie van de randvoorwaarden uitgevoerd worden maar de meting kan niet zonder meer aanvaard worden.

- Wanneer de z-score groter is dan 3 is er minder dan 1% kans dat het verschil veroorzaakt werd door de te verwachten variantie veroorzaakt door monsternamen en analyse. De meting is *onwaarschijnlijk* en kan niet aanvaard worden.

Wanneer bij evaluatie van twee analyseresultaten een niet verklaarbaar groot verschil blijkt (z-score >2) is het zeker aangeraden om een derde monsternamen en meting uit te voeren.

Waarden die onderling resulteren in z-score(s) kleiner of gelijk aan twee mogen uitgemiddeld worden.

2.3 OPMERKING

Lokale omstandigheden zoals de aan- of afwezigheid van oogstresten, de heersende temperatuur en bodemvochtigheid, regenval, het tijdsverloop tussen de metingen, ... kunnen een invloed hebben op de verschillen tussen twee opeenvolgende metingen. Hierdoor kan de werkelijke variantie voor het perceel in kwestie verschillen van de waarden zoals weergegeven weergegeven in Tabel 1.

Verwerking van persoonsgegevens naar aanleiding van bemonsteringen en analyses van mest, bodem of veevoeder in het kader van het Mestdecreet

INHOUD

1	Principe	3
2	Bemonstering en analyse van bodem	3
2.1	<i>Nitraatresidubepaling</i>	3
2.1.1	Voormelden van de monstername	3
2.1.2	Opladen van de analyseresultaten en GPS-dataloggegevens	4
2.2	<i>Overige bodemstalen</i>	4
2.2.1	Melden van de monstername	4
2.2.2	Melden van de resultaten	4
3	Bemonstering en analyse van mest	5

1 PRINCIPE

Deze procedure bepaalt welke monsternames moeten aangemeld worden via het Staalname Melding Internet Loket (SMIL), een internetapplicatie beschikbaar gesteld door de Mestbank, en de wijze waarop zowel de monstername, de resultaten alsook de gps datalog gegevens gemeld moeten worden.

2 BEMONSTERING EN ANALYSE VAN BODEM

Alle aanvragen voor bemonstering en analyse van landbouwpercelen worden door de landbouwer ingediend via de staalname-aanvraag applicatie op het Mestbankloket (SNapp). Het erkende labo ontvangt deze aanvragen via SMIL en kan een aanvraag aanvaarden of weigeren. Door het aanvaarden van de aanvraag geeft het labo te kennen dat ze de bemonstering(en) en analyse(s) zullen uitvoeren. Wanneer een aanvaarde bemonstering niet uitgevoerd werd, moet deze afgemeld worden met vermelding van de reden.

2.1 NITRAATRESIDUBEPALING

2.1.1 VOORMELDEN VAN DE MONSTERNAME

Elke monstername voor de bepaling van het nitraatresidu moet **uiterlijk de dag voor de monstername** voorgemeld worden via SMIL. Bij de voormelding worden volgende gegevens vermeld:

- a. de geplande datum van monstername
- b. het tijdsblok waarin de monstername van het perceel of desgevallende het deelperceel zal uitgevoerd worden.
- c. de identiteit van de monsternemer die de monstername zal uitvoeren (als de voormelding via xml gebeurt, wordt hiervoor het staalnummer van de geregistreerde monsternemer gebruikt).

Het tijdsblok wordt gekozen uit de lijst met tijdsblokken zoals beschikbaar in SMIL. Bemonsteringen voor zonsopgang en na zonsondergang zijn niet toegestaan. Een voorgemelde bemonstering moet aangevat worden binnen het gekozen tijdsblok; binnen één tijdsblok kunnen meerdere bemonsteringen voorgemeld worden.

Als de monstername niet uitgevoerd werd op de voorgemelde datum dan moet deze uiterlijk de dag na de voorgemelde bemonsteringsdatum hetzij uitgesteld worden naar een later tijdstip hetzij afgemeld worden wanneer de bemonstering niet opnieuw zal ingepland worden. Wanneer de monstername opnieuw ingepland wordt, moet de nieuwe geplande monstername en tijdsblok opnieuw uiterlijk de dag voor de monstername gemeld worden.

De voormelding, en desgevallend het uitstellen, gebeurt hetzij door het erkende laboratorium hetzij door de geregistreerd monsternemer zelf.

Als de monstername niet uitgevoerd werd door de monsternemer die opgegeven werd bij de voormelding moet het erkende laboratorium uiterlijk de dag na de monstername de naam van de monsternemer die de bemonstering effectief uitgevoerd heeft melden (tussenmelden).

2.1.2 OPLADEN VAN DE ANALYSERESULTATEN EN GPS-DATALOGGEGEVENS

Uiterlijk de 14^{de} dag na de bemonstering worden de analyseresultaten gerapporteerd via SMIL. Hierbij worden volgende gegevens vermeld:

- a. het staalnummer
- b. nitraatstikstof¹, uitgedrukt in kg N/ha en afgerond tot op het gehele getal, per bemonsterde laag en de einddiepte van de bemonsterde laag
- c. de datum van analyse

Uiterlijk de 3^{de} werkdag na de bemonstering worden de GPS-dataloggegevens, gekoppeld aan het staalnummer van de geregistreerde monsternemer, in gps exchange format (gpx) ingeladen in smil.

2.2 OVERIGE BODEMSTALEN

2.2.1 MELDEN VAN DE MONSTERNAME

Elke monstername voor het bepalen van de fosfaatklaas, voor derogatie-stikstofstalen, voor derogatie-fosfaatstalen of voor een verplicht stikstofstaal met bemestingsadvies moet **uiterlijk de dag dat de monstername uitgevoerd wordt**, gemeld worden via SMIL. Deze melding ontstaat door het aanvaarden van de aanvraag die de landbouwer hiervoor indiende via SNapp. De aanvraag van de landbouwer moet dus uiterlijk de dag dat de bemonstering uitgevoerd wordt, door het laboratorium aanvaard worden in SMIL.

2.2.2 MELDEN VAN DE RESULTATEN

2.2.2.1 ALGEMENE BEPALINGEN VOOR HET MELDEN VAN DE RESULTATEN

Uiterlijk de 30^{ste} dag na de bemonstering wordt het resultaat van de bemonstering gemeld via SMIL. Hierbij worden steeds volgende gegevens vermeld:

- a. het staalnummer
- b. de datum van monstername
- c. de identiteit van de monsternemer die de monstername uitgevoerd heeft (als de melding via xml gebeurt, wordt hiervoor het staalnummer van de geregistreerde monsternemer gebruikt)

2.2.2.2 MONSTERNAME VOOR HET BEPALEN VAN DE FOSFAATKLASSE

Voor monsternames in het kader van aanvragen voor het bepalen van de fosfaatklaas worden naast de gegevens vermeld onder 2.2.2.1 ook volgende gegevens gerapporteerd:

- a. plantbeschikbaar fosfaat (P-AL)¹, uitgedrukt in mg P/100 g luchtdroge grond afgerond tot op het gehele getal
- b. de bemonsteringsdiepte

¹ Voor waarden beneden de rapportagegrens wordt de rapportagegrens gerapporteerd. Wanneer dit zich voordoet, kan dit gerapporteerd worden in het opmerkingenveld bijvoorbeeld met het symbool "<"

2.2.2.3 MONSTERNAME VOOR VERPLICHTE STIKSTOFSTALEN MET BEMESTINGSADVIES

Voor monsternames in het kader van aanvragen voor verplichte stikstofstalen met bemestingsadvies bevestigt het laboratorium door middel van een aanmelding dat het gehalte aan nitraatstikstof en ammoniumstikstof bepaald werd. Bij deze aanmelding worden naast de gegevens vermeld onder 2.2.2.1 ook volgende gegevens gerapporteerd:

- a. of er een bemestingsadvies gegeven werd
- b. het intern monsternummer waarmee het laboratorium het monster uniek identificeert

2.2.2.4 MONSTERNAMES VOOR DEROGATIE-STIKSTOFSTALEN

Voor monsternames in het kader van aanvragen voor derogatie-stikstofstalen bevestigt het laboratorium door middel van een aanmelding:

- a. of het gehalte aan nitraatstikstof en ammoniumstikstof bepaald werd
- b. of er een stikstofbemestingsadvies gegeven werd

Deze aanmelding bevat ook steeds de gegevens vermeld onder 2.2.2.1.

2.2.2.5 MONSTERNAMES VOOR DEROGATIE-FOSFAATSTALEN

Voor monsternames in het kader van aanvragen voor derogatie-stikstofstalen bevestigt het laboratorium door middel van een aanmelding of de plantbeschikbare fosfor (P-AL) bepaald werd. Deze aanmelding bevat ook steeds de gegevens vermeld onder 2.2.2.1.

3 BEMONSTERING EN ANALYSE VAN MEST

Elke monstername voor het bepalen van het stikstof en fosforgehalte van mest moet bij voorkeur op de dag van ontvangst van het monster op het laboratorium en uiterlijk bij aanvang van de analyse² aangemeld worden via SMIL.

Bij deze aanmelding worden volgende gegevens vermeld:

- a. de datum van monstername
- b. de identiteit van de monsternemer die de monstername uitgevoerd heeft (als de aanmelding via xml gebeurt, wordt hiervoor het staalnummer van de monsternemer gebruikt)
- c. nummer van de landbouwer of uitbater
- d. nummer van de exploitatie of uitbating
- e. de mestcode (te kiezen uit de lijst met mestcodes beschikbaar in SMIL)
- f. de plaats van monstername (Vracht bij laden, Opslag, Vracht bij lossen)
- g. groepering indien deze van toepassing is voor het bedrijf

Uiterlijk de 14^{de} dag na de bemonstering worden de resultaten gerapporteerd via SMIL. Hierbij worden volgende gegevens vermeld:

- a. het staalnummer
- b. de plaats van monstername (Vracht bij laden, Opslag, Vracht bij lossen)
- c. totaal stikstof uitgedrukt in kg N/1000 kg VM³

² Aangezien mestmonsters ten laatste de 7de dag na monstername in bewerking genomen moeten worden voor analyse, moet de monstername dus uiterlijk de 7de dag na monstername aangemeld zijn in SMIL

- d. totaal fosfor, uitgedrukt in kg P_2O_5 /1000 kg VM³

³ De gerapporteerde waarden worden afgerond tot op twee decimalen voor waarden ≤ 1 en tot op één decimaal voor waarden > 1 . Voor waarden beneden de rapportagegrens wordt de rapportagegrens gerapporteerd. Wanneer dit zich voordoet, kan dit gerapporteerd worden in het opmerkingenveld bijvoorbeeld met het symbool "<"

GPS-datalogging

INHOUD

1	Principe	3
2	Vereisten voor de gps-datalogger	3
3	Gebruik van de logger	3
3.1	<i>Gebruik van de logger bij bemonstering van bodem</i>	3
3.1.1	Gebruik van de logger bij bemonstering van mest	3
4	Opslaan van de gps-dataloggegevens	3

1 PRINCIPE

Bij elke monstername moet een gps-datalogger gebruikt worden. Deze procedure beschrijft hoe de gps-datalogger gebruikt moet worden bij de verschillende monsternames.

2 VEREISTEN VOOR DE GPS-DATALOGGER

De gps-datalogger registreert minstens de datum, de tijd en de bijbehorende coördinaten onder de vorm van wereldcoördinaten volgens het WGS84 referentiesysteem, in decimale graden tot op 5 graden.

De GPS-datalogger moet zo ingesteld worden dat het tijdsinterval tussen twee registraties:

- a. maximaal 10 seconden bedraagt bij monstername van bodem met het oog op nitraatresidubepaling
- b. maximaal 5 seconden bedraagt voor alle andere monsternames.

3 GEBRUIK VAN DE LOGGER

Het erkende laboratorium stelt een gps-datalogger ter beschikking van elke monsternemer.

De goede werking van de gps-datalogger wordt dagelijks gecontroleerd. Een gps-datalogger die (mogelijks) niet naar behoren werkt, wordt niet opnieuw in gebruik genomen tot wanneer is vastgesteld dat hij opnieuw naar behoren werkt.

Een bemonstering mag pas aangevat worden als de gps-datalogger actief is en dus effectief gps signalen ontvangt en opslaat.

3.1 GEBRUIK VAN DE LOGGER BIJ BEMONSTERING VAN BODEM

Voor bodemstalen wordt voor elk (deel)perceel het volledige bemonsteringstraject gelogd. De monsternemer houdt de gps-datalogger dus gedurende het hele bemonsteringstraject bij en begint minstens met loggen op het ogenblik dat hij het te bemonsteren perceel betreedt en stopt pas ten vroegste met loggen wanneer hij het perceel verlaat.

3.1.1 GEBRUIK VAN DE LOGGER BIJ BEMONSTERING VAN MEST

Voor meststalen logt de monsternemer bij de start van elke bemonstering de gps-coördinaat van de bemonsterings-plaats (stal, opslag, laad- of losplaats).

4 OPSLAAN VAN DE GPS-DATALOGGEGEVENS

De geregistreerde loggegevens worden opgeslagen als een gpx-bestand en bevatten voor elk datapunt minstens de datum, de tijd en de bijbehorende coördinaten onder de vorm van wereldcoördinaten volgens het WGS84 referentiesysteem, in decimale graden tot op 5 graden. Elk gelogd bemonsteringstraject (bodem) of gelogde bemonsteringsplaats (mest) wordt eenduidig gekoppeld aan het staalnemernummer van de monsternemer die de bemonstering uitvoerde.

Voorwaarden voor rapportering van monsternamegegevens en analyseresultaten door een erkend laboratorium

INHOUD

1	Doel en toepassingsgebied	3
2	Definities	3
3	Principes	4
4	Rapportering van de gegevens van de opdracht	5
4.1	<i>Omschrijving monster</i>	5
4.2	<i>Toetsingskader</i>	5
5	Rapportering van de monsternamegegevens	6
5.1	<i>Minimale gegevens over de monstername</i>	6
5.2	<i>Erkenningslogo VLAREL en verwijzing naar de erkenningsstatus voor monsternames</i>	7
5.3	<i>Gebruik van opmerkingen over de monstername</i>	7
6	Rapportering over kritische termijnen in het analyseproces	8
6.1	<i>Minimale gegevens</i>	8
6.2	<i>Omgang met de voorgeschreven houdbaarheidstermijnen van monsters</i>	8
6.3	<i>Gebruik van opmerkingen over de kritische termijnen</i>	9
7	Rapportering van de analyseresultaten en informatie over de toegepaste methode	9
7.1	<i>Minimale gegevens</i>	9
7.2	<i>Erkenningslogo VLAREL en verwijzing naar de erkenningsstatus per parameter</i>	10
7.3	<i>Berekening van somgehalten of verschilgehalten</i>	10
7.4	<i>Gebruik van opmerkingen op analyseverslagen</i>	10
8	Rapportering in geval van (gedeeltelijke) uitbesteding	12

1 DOEL EN TOEPASSINGSGEBIED

Deze procedure schrijft voor hoe laboratoria, die erkend zijn in het Vlaamse Gewest volgens het VLAREL of over een nog geldende erkenning beschikken volgens eerdere regelgeving, monsternamegegevens en analyseresultaten moeten rapporteren, van opdrachten die zijn uitgevoerd in de hoedanigheid van erkend laboratorium.

Het doel van deze procedure is het vastleggen van uniforme vereisten voor de rapportering. De voorwaarden in deze procedure zijn te beschouwen als minimale vereisten, die voorrang hebben op eventuele bilaterale afspraken tussen het erkende laboratorium en zijn opdrachtgever, tenzij de bevoegde overheid anders bepaalt.

Het toepassingsgebied van deze procedure omvat alle laboratoria die erkend zijn in het Vlaamse Gewest voor een of meer van de volgende disciplines: water; lucht; mest; diervoeder; bodem; afvalstoffen en andere materialen. Inhoudelijk heeft deze procedure zowel betrekking op monsternames als analyses, voor zover daarvoor voorzien is in de erkenning van laboratoria.

De ISO/IEC 17025-norm, die algemene eisen bevat voor de bekwaamheid van laboratoria en door de erkende laboratoria toegepast moet worden, bevat reeds eisen over de rapportering, maar die zijn eerder algemeen geformuleerd en onvoldoende toegespitst op de typische problematiek van milieuanalyses (bijvoorbeeld beperkte houdbaarheid van monsters ...). Eisen in de ISO/IEC 17025-norm in verband met rapportering, die niet expliciet in deze procedure zijn opgenomen, blijven voor de erkende laboratoria onverminderd van toepassing. Dat geldt ook voor instructies over rapportering die van toepassing zijn voor een specifieke discipline (eventueel deeldomein), bijvoorbeeld:

- Code van Goede Praktijk Bodembescherming (zie <http://www.emis.vito.be/line-erkenningen-bodem> - meest recente versie);
- methodes BAM/deel n/20 over rapportering (zie <http://www.emis.vito.be/referentielabo-vlm>);
- ministerieel besluit van 19 maart 2004 houdende vaststelling van de lijst van ammoniakemissiearme stalsystemen (zie <http://navigator.emis.vito.be>).

Deze procedure geldt zowel voor rapportering via papier als via een elektronisch bestand. Als een elektronisch bestand wordt gebruikt, moet dat aan alle vereisten van deze procedure voldoen; zoniet moet steeds een klassiek analyseverslag op papier, dat aan alle vereisten van deze procedure voldoet, nagestuurd worden.

Bepalingen die weergegeven worden tussen vierkante haken [], behoren niet strikt tot deze procedure, maar worden ter verduidelijking toegevoegd.

2 DEFINITIES

Voor de toepassing van deze procedure wordt verstaan onder:

- 1° VLAREL: besluit van de Vlaamse Regering van 19 november 2010 tot vaststelling van het Vlaams reglement inzake erkenningen met betrekking tot het leefmilieu;
- 2° “fit for purpose”: geschikt voor gebruik binnen de context die door de opdrachtgever is vooropgesteld (bijvoorbeeld specifieke behoeften) of die geacht mag worden gekend te zijn door een erkend laboratorium (bijvoorbeeld geldende regelgeving);

- 3° erkend laboratorium: laboratorium, erkend door het Vlaamse Gewest, dat in overeenstemming met de bepalingen in het VLAREL monsternames, metingen, analyses of beproevingen uitvoert;
- 4° opdrachtnemer: erkend laboratorium waarmee de opdrachtgever een contractuele relatie heeft;
- 5° eindverslag: het analyseverslag dat de opdrachtgever ontvangt vanwege de opdrachtnemer;
- 6° rapportagegrens: de waarde beneden welke een component als niet kwantificeerbaar (" $<$ ") wordt gerapporteerd; deze bedraagt minimaal de bepalingsgrens, tenzij anders is vastgelegd in de regelgeving die van toepassing is.

3 PRINCIPES

Bij het vastleggen van de voorwaarden voor rapportering werd uitgegaan van de volgende basisprincipes:

- de door een erkend laboratorium gerapporteerde monsternamegegevens en analyseresultaten moeten "fit for purpose" zijn, met andere woorden geschikt voor gebruik binnen een vooropgestelde context;
- het erkende laboratorium moet deze "fit for purpose" monsternamegegevens en analyseresultaten op een zo efficiënt mogelijke wijze kunnen verkrijgen.

Om dat waar te kunnen maken, is het van essentieel belang dat gedurende het volledige analyseproces in zijn breedste betekenis - van het definiëren van de behoefte aan analyses door de opdrachtgever tot en met de rapportering van de resultaten door de opdrachtnemer, dit is het erkende laboratorium aan wie de opdracht werd toevertrouwd - voldoende overleg gebeurt en duidelijke afspraken gemaakt worden.

Zowel de opdrachtgevers als de erkende laboratoria dragen een deel van de verantwoordelijkheid om op een efficiënte wijze "fit for purpose" analyseresultaten te kunnen verkrijgen.

Een erkend laboratorium mag van de opdrachtgever verwachten, en zal de opdrachtgever zo nodig vragen, dat die:

- de context van de analyseopdracht (aard van het monster, doel) in een zo vroeg mogelijk stadium communiceert naar het laboratorium;
- de analyseopdracht tijdig bevestigt, dit is uiterlijk bij de monstername (als die uitgevoerd wordt door het laboratorium) of bij de aflevering van het monster aan het laboratorium;
- specifieke eisen zoveel mogelijk afstemt op de eisen voor het gebruik van de erkenning waaraan de laboratoria onderworpen zijn via het VLAREL (bijvoorbeeld het verplicht toepassen van de compendiummethode indien beschikbaar ...).

Cruciaal is daarbij dat de opdrachtgever de aard van het monster correct aangeeft, evenals de doelstellingen in het kader waarvan de analyse gebeurt.

Van de opdrachtnemer en desgevallend de overige erkende laboratoria die bij de uitvoering van de opdracht betrokken zijn, wordt verwacht dat ze:

- de opdrachtgever zo nodig ondersteunen bij het definiëren van een monstername- of analyseopdracht die overeenstemt met de regelgeving die van toepassing is;
- over de nodige organisatie/voorzieningen beschikken om de houdbaarheid van monsters te respecteren;
- het nodige analytisch werk uitvoeren tot een "fit for purpose" resultaat beschikbaar is, ook als dat een bijkomende meting/analyse vergt;

- de eigen organisatie/methodes optimaliseren met het oog op een minimaal gebruik van opmerkingen op monstername- en analyseverslagen.

De eindverantwoordelijkheid voor het juist formuleren van het uit te voeren onderzoek en het aangeven van de regelgeving die van toepassing is, ligt bij de opdrachtgever.

De eindverantwoordelijkheid voor de volledige en correcte rapportering conform deze procedure wordt toegewezen aan het erkende laboratorium dat als opdrachtnemer fungeert. Dat kan ofwel het laboratorium zijn dat de monstername uitvoert, ofwel het laboratorium dat de metingen/analyses (of ten minste een deel ervan) uitvoert, afhankelijk van wie een contractuele relatie heeft met de opdrachtgever. Als de opdrachtgever voor een bepaalde opdracht met twee of meer verschillende opdrachtnemers een contractuele relatie aangaat, is elk van die erkende laboratoria verantwoordelijk voor het eigen deel van de opdracht.

De eindverantwoordelijkheid voor de rapportering houdt de verantwoordelijkheid in voor de nodige afstemming tussen alle betrokken erkende laboratoria: het zorgen voor de nodige afspraken over de kritische termijnen in het analyseproces, de beschikbaarheid van een monsternameverslag ...

Als de monstername door een andere daarvoor bevoegde instantie (bijvoorbeeld inspectiedienst; boorbedrijf onder toezicht van een erkend bodemsaneringsdeskundige; exploitant als daarin is voorzien in de regelgeving ...) of door de opdrachtgever zelf wordt uitgevoerd, blijft de eindverantwoordelijkheid van het erkende laboratorium beperkt tot het sensibiliseren voor het naleven van de voorwaarden in deze procedure. In dergelijk geval zal het erkende laboratorium bij de analyseresultaten naar de erkenningsstatus verwijzen, maar niet bij de monsternamegegevens.

4 RAPPORTERING VAN DE GEGEVENS VAN DE OPDRACHT

4.1 OMSCHRIJVING MONSTER

De omschrijving van het monster op het analyseverslag moet coherent zijn met de context van de analyseopdracht en met de karakteristieken van het monster (in elk geval de visueel waarneembare karakteristieken). Het erkende laboratorium mag van de opdrachtgever verwachten dat die de aard van het monster correct omschrijft, evenals de doelstellingen in het kader waarvan de analyse gebeurt. Bij ontvangst van het monster moet het erkende laboratorium wel verifiëren of de verstrekte gegevens overeenkomen met de aard en het uitzicht van het monster. Bij twijfel of het monster overeenkomt met de omschrijving, of als vastgesteld wordt dat een monster niet zonder meer kan geanalyseerd worden zoals een normaal monster van het type in de omschrijving (bijvoorbeeld monster bevat meer fasen), moet het erkende laboratorium de opdrachtgever contacteren om de inconsistenties uit te klaren. De daarbij gemaakte afspraken moeten worden geregistreerd.

4.2 TOETSINGSKADER

Als dienstverlening naar de opdrachtgever of op expliciet verzoek kan een erkend laboratorium toetsingswaarden opnemen in het analyseverslag. In dat geval moet ook eenduidig aangegeven worden uit welke regelgeving of ander document die toetsingswaarden afkomstig zijn.

5 RAPPORTERING VAN DE MONSTERNAMEGEGEVENS

Opmerking: onderstaande voorwaarden zijn enkel van toepassing als de monstername door een erkend laboratorium uitgevoerd is; dat kan het erkende laboratorium zijn dat ook instaat voor de analyses, of een ander erkend laboratorium.

5.1 MINIMALE GEGEVENS OVER DE MONSTERNAME

In het analyseverslag, of in een monsternameverslag dat bij het analyseverslag gevoegd is, moeten minimaal de volgende gegevens in verband met de monstername opgenomen worden:

- datum van monstername;
- uur van monstername als het afvalwater, oppervlaktewater, grondwater, lucht of afvalstoffen en andere materialen betreft;
- naam van de monsternemer;
- identificatie (bij voorkeur via gps-coördinaten) of een gedetailleerde beschrijving van de plaats waar het monster genomen is, zo nodig met schets of foto's als bijlage;
- registratie van de karakteristieken van de meetplaats en, indien van toepassing, aftoetsing ervan naar conformiteit met het compendium of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL;
- in geval van bemonstering van een partij: beschrijving van de bemonsterde partij, inclusief partijafbakening of gemengde partij indien van toepassing; daarbij moeten ook de gemaakte keuzes gemotiveerd worden;
- verwijzing naar de monsternamemethode, bestaande uit ten minste de code van de compendium- of normmethode die van toepassing is en de specificatie van de toegepaste monsternametechniek;
- bijkomende informatie als de monsternamemethode of de regelgeving dat vereist; bijvoorbeeld voor afvalstoffen en andere materialen: aantal genomen grepen, greepgrootte, aantal en grootte (in liter) van laboratoriummonsters, cfr. CMA/1/A.14;
- als voor de erkenning als laboratorium in de betreffende discipline meerdere deeldomeinen bepaald zijn: het deeldomein waarop de monstername betrekking heeft

Als voor de rapportering van hoger vermelde gegevens gebruik gemaakt wordt van een monsternameverslag, waarvan de gegevens niet overgenomen worden in het analyseverslag, moet in het analyseverslag eenduidig naar dat monsternameverslag worden verwezen; het analyse- en monsternameverslag worden dan beide aan de opdrachtgever bezorgd en gearhiveerd. In de praktijk kunnen het monsternameverslag en het analyseverslag ook deel uitmaken van een geïntegreerd onderzoeksrapport, dat bijvoorbeeld ook een bespreking van de resultaten of technologisch advies bevat.

Als de monstername is uitgevoerd op verzoek van een ander erkend laboratorium dat als opdrachtnemer optreedt, staat het laboratorium dat de monstername uitvoert in voor het ter beschikking stellen van een monsternameverslag dat ten minste de eerder vermelde gegevens bevat, aan het andere laboratorium, en dat uiterlijk bij het aanleveren van de monsters.

De opdrachtnemer die zelf de monstername uitvoert, maar voor de analyses, of een deel ervan, een beroep doet op een ander erkend laboratorium, hoeft geen volledig monsternameverslag aan dat laboratorium te bezorgen, want de opdrachtnemer staat in voor de eindrapportering. In dergelijk geval volstaat het doorgeven van de datum van de monstername en desgevallend het deeldomein waarop de monstername betrekking heeft.

Als bij de monstername een bevoegde instantie aanwezig is die bepaalde van de minimale gegevens zelf vastlegt, moet de monsternemer door de vertegenwoordiger van die bevoegde instantie laten verifiëren of de genoteerde gegevens overeenstemmen.

De naam en het adres van het erkende laboratorium dat de monstername heeft uitgevoerd, moeten eenduidig kunnen worden afgeleid uit het analyseverslag, of een monsternameverslag dat bij het analyseverslag gevoegd is, en overeenkomen met die waarop de erkenning is uitgereikt.

5.2 ERKENNINGSLOGO VLAREL EN VERWIJZING NAAR DE ERKENNINGSSTATUS VOOR MONSTERNAMES

Conform artikel 49 van het VLAREL moet een erkend laboratorium op het analyseverslag of monsternameverslag het erkenningslogo VLAREL aanbrengen:



Het laboratorium moet bovendien duidelijk vermelden voor welke monsternames het erkend is en voor welke niet. Daarvoor gelden de volgende regels:

- bij elke monsternamemethode in een analyse- of monsternameverslag moet duidelijk, via een code/symbool naar keuze, aangegeven worden of deze al dan niet tot het toepassingsgebied van de erkenning van het laboratorium behoort;
- de gebruikte code of het gebruikte symbool moet toegelicht worden, bijvoorbeeld in een voetnoot van het analyse- of monsternameverslag.

Als voor de erkenning als laboratorium in de betreffende discipline meerdere deeldomeinen bepaald zijn, moet daarmee rekening gehouden worden bij de verwijzing naar de erkenningsstatus.

Voor de verwijzing naar de erkenningsstatus voor metingen, beproevingen en analyses wordt verwezen naar punt 7.2.

5.3 GEBRUIK VAN OPMERKINGEN OVER DE MONSTERNAME

In de volgende gevallen is een opmerking op het monstername- of analyseverslag noodzakelijk:

- a) *als, op vraag van de opdrachtgever, de monstername niet volledig conform het compendium of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL werd uitgevoerd.*

In dit geval moet duidelijk aangegeven worden dat het een afwijking op vraag van de opdrachtgever betreft; verder moet gespecificeerd worden op welke punten werd afgeweken van het compendium of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL. Als de opdrachtgever heeft meegedeeld waarom hij de aanpassing noodzakelijk achtte, kan dit eveneens worden vermeld.

- b) *als, door de plaatselijke omstandigheden, de monstername niet volledig conform het compendium of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL kon worden uitgevoerd.*

In dit geval moet gespecificeerd worden op welke punten werd afgeweken van het compendium of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL en door welke plaatselijke omstandigheden dat noodzakelijk was.

Van een erkend laboratorium wordt verwacht dat het eventuele gebreken aan een installatie van de opdrachtgever, die een conforme monstername onmogelijk maken, duidelijk aangeeft. Het remediëren daarvan is de verantwoordelijkheid van de opdrachtgever.

- c) *als abnormaliteiten in verband met de bedrijfsvoering van de te bemonsteren installatie gemeld werden door de opdrachtgever of vastgesteld werden.*

In dit geval moet gespecificeerd worden over welke abnormaliteiten in verband met de bedrijfsvoering het gaat en of ze door de opdrachtgever gemeld werden dan wel zelf vastgesteld/bevestigd werden door het erkende laboratorium.

Een erkend laboratorium mag geen uitspraak doen over het al dan niet gegrond zijn van gemelde abnormaliteiten of over de impact die de abnormaliteiten kunnen gehad hebben op de representativiteit van de monstername.

In het volgende geval is een opmerking op het analyseverslag noodzakelijk:

- d) *als bij ontvangst in het analyselaboratorium een monster niet conform het compendium of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL blijkt qua conservering, recipiënt of hoeveelheid.*

In dit geval moet gespecificeerd worden op welke punten niet voldaan was aan de voorschriften van het compendium of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL.

Het vermelden van opmerkingen over de monstername mag niet leiden tot het weglaten van de verwijzing naar de erkenning en ontslaat het erkende laboratorium dus niet van de overige vereisten in deze procedure.

6 RAPPORTERING OVER KRITISCHE TERMIJNEN IN HET ANALYSEPROCES

6.1 MINIMALE GEGEVENS

In het analyseverslag moet minimaal de datum van ontvangst van het monster door het laboratorium opgenomen worden.

6.2 OMGANG MET DE VOORGESCHREVEN HOUDBAARHEIDSTERMIJNEN VAN MONSTERS

Bij de interpretatie van houdbaarheidstermijnen wordt de datum van monstername als dag 0 beschouwd. Als door het erkende laboratorium een mengmonster moet bereid worden uit verschillende aangeleverde monsters, is dag 0 de datum van monstername van het oudste monster. Bij 24 uur-mengmonsters die via een geautomatiseerd systeem gegenereerd worden is er pas sprake van een monster wanneer het volledig samengestelde monster uit het geautomatiseerd systeem wordt genomen.

Daarnaast is, in het kader van de interpretatie van houdbaarheidstermijnen, de datum van de start van de analyse van belang. Bij analyses die een ontsluiting, extractie of andere voorbereidende

handeling vereisen is dit normaal de datum waarop voormelde handeling uitgevoerd werd. In de andere gevallen is het de datum waarop het gehalte werd gemeten.

De opdrachtnemer is verantwoordelijk voor het respecteren van de voorgeschreven houdbaarheidstermijn van de monsters voor elke te bepalen parameter. Ingeval de opdrachtgever voor een bepaalde opdracht met twee of meer verschillende opdrachtnemers een contractuele relatie aangaat, is elk van deze erkende laboratoria verantwoordelijk voor het eigen deel van de opdracht.

[Van een erkend laboratorium dat eindverantwoordelijke is voor de rapportering wordt verwacht dat het per parameter(groep) monitort hoe vaak de houdbaarheidstermijn wordt overschreden en dat het gebruik maakt van de resultaten van deze monitoring bij de continue verbetering van zijn processen of organisatie in het kader van het ISO/IEC 17025 kwaliteitssysteem.]

6.3 GEBRUIK VAN OPMERKINGEN OVER DE KRITISCHE TERMIJNEN

In de volgende gevallen is een opmerking op het analyseverslag noodzakelijk:

- a) *als de houdbaarheidstermijn van het monster voor een bepaalde parameter(groep) werd overschreden*

In dit geval moet duidelijk aangegeven worden welke parameter(groep) het betreft.

Het laboratorium moet op verzoek aan de opdrachtgever meedelen of de overschrijding te wijten is aan het laboratorium zelf, het voorafgaand traject (= het laattijdig bezorgen van het monster of de analyseopdracht) of een combinatie van beide.

- b) als de datum van monsternamen niet gekend is door het laboratorium dat het analyseverslag opstelt.

In dit geval moet duidelijk aangegeven worden dat de monsternamedatum niet werd doorgegeven aan het laboratorium en dat daardoor de uitvoering van de analyses binnen de voorgeschreven houdbaarheidstermijnen niet kon gegarandeerd worden.

7 RAPPORTERING VAN DE ANALYSERESULTATEN EN INFORMATIE OVER DE TOEGEPASTE METHODE

7.1 MINIMALE GEGEVENS

In het analyseverslag moeten minimaal de volgende gegevens in verband met de analytische resultaten en methodes opgenomen te worden:

- het analyseresultaat en de eenheid waarin dit uitgedrukt is;
- een verwijzing naar de toegepaste ontsluitings-, uitlogings- en analysemethode;
- bijkomende informatie als de analysemethode of de regelgeving dit vereist;
- relevante afwijkingen of toelichting bij de analyse.

De eenheid waarin het - finale - analyseresultaat uitgedrukt wordt, moet in overeenstemming zijn met het toetsingskader. Ook de naamgeving van de parameters moet zoveel mogelijk afgestemd worden op de regelgeving.

De verwijzing naar de ontsluitings-, uitlogings- en analysemethode, zoals opgenomen in het analyseverslag, moet ten minste de code van de van toepassing zijnde compendiummethode of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL te bevatten.

Onder relevante afwijkingen of toelichting bij de analyse wordt alle bijkomende informatie verstaan die noodzakelijk is voor een correcte interpretatie van de analyseresultaten door de opdrachtgever en een eventuele eindgebruiker. Zie ook verder punt 7.4 Gebruik van opmerkingen op analyseverslagen.

De naam en het adres van het erkende laboratorium dat de analyse heeft uitgevoerd moeten eenduidig kunnen worden afgeleid uit het analyseverslag en overeen komen met deze waarop de erkenning is afgeleverd.

7.2 ERKENNINGSLOGO VLAREL EN VERWIJZING NAAR DE ERKENNINGSSTATUS PER PARAMETER

Conform artikel 49 van het VLAREL moet een erkend laboratorium op het analyseverslag het erkenningslogo VLAREL aanbrengen:



Het laboratorium moet bovendien duidelijk vermelden voor welke metingen, beproevingen en analyses het erkend is en voor welke niet. Daarvoor gelden de volgende regels:

- bij elk gerapporteerd analyseresultaat moet duidelijk, via een code/symbool naar keuze, aangegeven worden of het al dan niet tot het toepassingsgebied van de erkenning van het laboratorium behoort;
- de gebruikte code of het gebruikte symbool moet toegelicht worden, bijvoorbeeld in een voetnoot van het analyseverslag.

Als voor de erkenning als laboratorium in de betreffende discipline meerdere deeldomeinen bepaald zijn, moet daarmee rekening gehouden worden bij de verwijzing naar de erkenningsstatus.

Voor de verwijzing naar de erkenningsstatus voor monsternames wordt verwezen naar punt 5.2.

7.3 BEREKENING VAN SOMGEHALTEN OF VERSCHILGEHALTEN

Als voor de berekening van somgehalten of verschilgehalten een werkwijze is vastgelegd in de regelgeving in kwestie, het compendium in kwestie of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL, moet die werkwijze toegepast worden.

7.4 GEBRUIK VAN OPMERKINGEN OP ANALYSEVERSLAGEN

In de volgende gevallen is een opmerking op het analyseverslag noodzakelijk:

- a) Als geen resultaat verkregen kon worden of als het een component betreft die volgens het compendium of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL enkel indicatief of semikwantitatief bepaald kon worden.

In dat geval wordt, respectievelijk ter vervanging of ter verduidelijking van het resultaat, een symbool naar keuze gebruikt. Dat symbool moet toegelicht worden via een voetnoot of opmerking op het analyseverslag.

Een rapportagegrens in het resultaatveld wordt beschouwd als een resultaat; een opmerking is dan enkel noodzakelijk als een te hoge (dit is een hogere dan volgens de regelgeving vereiste) rapportagegrens wordt doorgegeven (zie punt c)). Ook ">"-waarden worden beschouwd als een resultaat, maar het gebruik daarvan is enkel toegelaten als dat expliciet vermeld wordt in het compendium of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL (bijvoorbeeld bij bepaling BZV in water).

Het laboratorium moet op verzoek bijkomende informatie, bijvoorbeeld waarom geen resultaat verkregen kon worden, ter beschikking stellen aan de opdrachtgever.

- b) Als een afwijking bij de kalibratie of kwaliteitscontrole de "fitness for purpose" van het resultaat mogelijk in het gedrang brengt en die afwijking niet kon weggewerkt worden via een hermeting/heranalyse met bijkomende voorzorgen, cfr. het compendium of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL.

In dat geval moet de afwijking duidelijk omschreven worden: op welke parameter(s) heeft ze betrekking, wat wijkt af en in welke richting.

Het laboratorium moet op verzoek bijkomende informatie, zoals de te verwachten impact op het gerapporteerde analyseresultaat (vermoedelijke onderschatting of overschatting ...) of wat ondernomen is om de afwijking weg te werken, ter beschikking stellen aan de opdrachtgever.

[Wat betreft het wegwerken van dergelijke afwijking wordt vooropgesteld dat een "redelijke" extra inspanning vanwege het erkende laboratorium (= 1 heranalyse) volstaat, mits daarbij voldoende bijkomende technische voorzorgen werden getroffen (bijvoorbeeld toepassing van een bijkomende zuiveringstechniek, gebruik van een aangepaste hoeveelheid monster ...).

Als, op het ogenblik dat de afwijking wordt vastgesteld, de houdbaarheidstermijn van het monster reeds verstreken is, hoeft geen heranalyse met bijkomende voorzorgen meer opgestart te worden.]

- c) Als een hogere dan de volgens de regelgeving of door de klant vereiste rapportagegrens als resultaat wordt doorgegeven.

In dat geval moet gespecificeerd worden dat de rapportagegrens werd verhoogd.

Het laboratorium moet op verzoek bijkomende informatie, zoals de reden (verdunding wegens niet te elimineren matrixeffecten, te hoge blancowaarde ...) of wat ondernomen is om die afwijking weg te werken (zie punt b)), ter beschikking te stellen aan de opdrachtgever.

[Het verdund inzetten van monsters met het oog op minder matrixeffecten is enkel aanvaardbaar als dat de “fitness for purpose” van het analyseresultaat niet in het gedrang brengt. Dat mag bijgevolg geen aanleiding geven tot een te hoge rapportagegrens als resultaat, tenzij andere technische mogelijkheden om de matrixeffecten te beperken (cfr. compendium of andere vereiste methode) onvoldoende zijn gebleken voor het monster in kwestie.

Als van een of meerdere van de via een specifieke analysemethode te bepalen reeks componenten extreem hoge gehalten in het monster aanwezig zijn, mogen de rapportagegrenzen voor de overige componenten in de regel niet hoger liggen dan de richt- of grenswaarde voor het gehalte van die componenten volgens de regelgeving die van toepassing is.]

- d) Als bij de uitvoering van de monstervoorbehandeling, analyse of bij de berekening van het gehalte afgeweken moest worden van het compendium of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL.

In dat geval moet de afwijking duidelijk omschreven worden, evenals de reden van de afwijking.

- e) Als somgehalten of verschilgehalten worden gerapporteerd waarbij minstens één van de componenten een meetwaarde kleiner dan de rapportagegrens (<RG) heeft en de toe te passen werkwijze niet vastgelegd is in de regelgeving in kwestie, het compendium in kwestie of de andere vereiste methode volgens artikel 45 van het VLAREL.

In dat geval moet duidelijk toegelicht worden op welke wijze is omgegaan met de <RG-meetwaarden.

- f) Als meer dan één resultaat voor een te bepalen parameter gerapporteerd wordt en die resultaten significant verschillen, rekening houdend met de context van de analyse.

In dat geval moet het verschil tussen de resultaten nader toegelicht worden en moet aangegeven worden welk resultaat het laboratorium het meest betrouwbaar acht.

Het vermelden van opmerkingen over houdbaarheidstermijnen (cfr. punt 6.3) of analyses (cfr. punt 7.4) mag niet leiden tot het weglaten van de verwijzing naar de erkenning en ontslaat het erkende laboratorium dus niet van de overige vereisten in deze procedure.

8 RAPPORTERING IN GEVAL VAN (GEDEELTELIJKE) UITBESTEDING

Als monsternames of analyses, die volgens het VLAREL uitgevoerd moeten worden door een erkend laboratorium, uitbesteed worden aan een ander erkend laboratorium, gelden de volgende richtlijnen voor de rapportering (voor de definitie van de term eindverslag wordt verwezen naar punt 2):

- het monstername- of analyseverslag van het uitvoerend laboratorium wordt integraal als bijlage opgenomen bij het eindverslag; het eindverslag en de bijbehorende bijlagen vormen dus steeds één geheel;
- bij de erkenningsstatus voor de uitbestede monsternames of analyses wordt via een code/symbool naar keuze aangegeven dat het uitbestede verrichtingen betreft; de gebruikte

- code of het gebruikte symbool moet toegelicht worden, bijvoorbeeld in een voetnoot van het eindverslag;
- de methodeverwijzing voor de uitbestede monsternames of analyses in het eindverslag wordt vervangen door de term “uitbesteed” of door de methodeverwijzing van het uitvoerend laboratorium.

Een opdrachtnemer die een deel van de opdracht uitbesteedt, draagt de eindverantwoordelijkheid voor het geheel, conform de bepalingen van de ISO/IEC 17025 norm, en is dus aansprakelijk voor zowel de correcte overdracht van de monsters naar/vanuit het andere uitvoerend laboratorium als voor de door dat laboratorium verstrekte resultaten/gegevens.

Verwerking van persoonsgegevens naar aanleiding van bemonsteringen en analyses van mest, bodem of veevoeder in het kader van het Mestdecreet

INHOUD

1	Principe	3
2	Essentiële elementen van de gegevensverwerking	3
3	GPS-gegevens	3

1 PRINCIPE

De verwerking van persoonsgegevens naar aanleiding van bemonsteringen en analyses van mest, bodem of veevoeder in het kader van het Mestdecreet, gebeurt in overeenstemming met de bepalingen van Verordening (EU) 2016/679 van het Europees Parlement en de Raad van 27 april 2016 betreffende de bescherming van natuurlijke personen in verband met de verwerking van persoonsgegevens en betreffende het vrije verkeer van die gegevens en tot intrekking van Richtlijn 95/46/EG (hierna de AVG-verordening).

2 ESSENTIËLE ELEMENTEN VAN DE GEGEVENSVERWERKING

In het algemeen gebeurt de verwerking van persoonsgegevens naar aanleiding van bemonsteringen en analyses van mest, bodem of veevoeder in het kader van het Mestdecreet, met het oog op de realisatie van de doelstellingen van het Mestdecreet, vermeld in artikel 2 van het Mestdecreet. Voor het verwezenlijken van deze doelstellingen zijn correcte bemonsteringen en analyses noodzakelijk.

De persoonsgegevens die in het kader van bemonsteringen en analyses worden verwerkt, zijn essentieel om tot correcte bemonsteringen en analyses te komen. De verwerking van de persoonsgegevens in dit kader heeft een dubbel doel. Enerzijds de identificatie van de uitgevoerde bemonstering en analyse op een éénduidige manier mogelijk maken. Anderzijds zijn deze persoonsgegevens bedoeld om na te gaan of het monstername- en analyseproces correct is verlopen.

De persoonsgegevens die in het kader van bemonsteringen en analyses worden verwerkt, worden maximaal 5 kalenderjaren bewaard vanaf 1 januari die volgt op de datum van bemonstering.

Het erkende labo zorgt dat de toegang tot de persoonsgegevens beperkt wordt tot de personen die de gegevens nodig hebben voor de uitvoering van hun functie.

Het erkende labo zorgt dat de betrokkenen waarover persoonsgegevens verwerkt worden, hierover geïnformeerd worden, overeenkomstig de artikelen 12 tot en met 14 van de AVG-verordening. Het erkende labo zorgt er hierbij minstens voor dat elk analyseverslag of monsternameverslag, hetzij een privacyverklaring bevat, waarin de nodige gegevens opgenomen zijn, hetzij een heldere en duidelijke verwijzing naar een webadres waar de nodige gegevens teruggevonden kunnen worden.

3 GPS-GEGEVENS

De gps-datalogger die gebruikt moet worden voor het bepalen van de gps-gegevens bij de monstername, moet door de monsternemer zelf aan- en uitgeschakeld kunnen worden, zodat de monsternemer niet continu gevolgd wordt en de monsternemer zelf actief en bewust de gps-datalogger moet aanschakelen.

De gps-dataloggegevens mogen enkel gebruikt worden om het tijdstip van de bemonstering na te gaan en om de plaats van bemonstering en het bemonsteringspatroon te controleren.

Het erkend labo duidt een beperkt aantal medewerkers aan die de gps-dataloggegevens van de uitgevoerde bemonsteringen aan de Mestbank kunnen overmaken via SMIL. De monsternemer maakt de gps-dataloggegevens van de bemonsteringen die hij uitgevoerd heeft, over aan de door het erkend labo aangeduide verantwoordelijken. Enkel de binnen het erkend labo aangeduide verantwoordelijken hebben toegang tot de gps-dataloggegevens.

Voor inhoud bijlage – zie apart document, gelet op de omvang van de bijlage.

Gezien om gevoegd te worden bij het ministerieel besluit van 2020 houdende de goedkeuring van het compendium bemonsterings- en analysemethodes in het kader van het Mestdecreet (BAM).

Brussel, (datum).

De Vlaamse minister van Justitie en Handhaving, Omgeving, Energie en Toerisme,

Getekend door: Zuhail Demir (Signature)
Getekend op: 2020-09-02 11:42:07 +01:00
Reden: Ik keur dit document goed



Zuhail DEMIR