

Plan van aanpak voor de Pilot NIRS-bepaling stikstof en fosfaat in mest

Commissie Deskundigen Meststoffenwet (CDM)

Inleiding

De huidige procedure voor het vaststellen van het stikstof- en fosfaatgehalte van een vracht drijfmest via bemonstering en analyse is een tijdrovend gebeuren. De totale periode van versturen en analyseren van de monsters en het terugkoppelen van de meetresultaten nemen doorgaans enkele weken in beslag. Hierdoor weet de afnemer van een vracht pas achteraf hoeveel stikstof en fosfaat hij heeft ontvangen en toegediend. Een snellere methode van bemonstering en analyse is daarom een wens die in de praktijk leeft.

Near Infra Red Spectroscopy (NIRS) lijkt op basis van een proof-of-principle, deels in het laboratorium uitgevoerd, een methode die veel sneller een analyseresultaat van een vracht drijfmest levert. Dit is een analysemethode op basis van sensortechnologie, waarmee zonder monsternamen online het stikstof- en fosfaatgehalte in dierlijke mest kan worden gemeten. Het grote voordeel is dan dat het stikstof- en fosfaatgehalte van een vracht mest direct na het laden bekend is. De NIRS-technologie kan in een volledig automatisch systeem, gekoppeld aan AGR-GPS, op transportvoertuigen worden ingezet. NIRS is daarmee in potentie een aantrekkelijk alternatief voor de huidige procedure van bemonstering en analyse. NIRS kan ook op mesttoedieningsapparatuur toegepast worden ter ondersteuning van precisiebemesting.

Toepassing van NIRS voor mest/mineralen is nog niet in de praktijk onderzocht. Er is wel onderzoek onder gecontroleerde omstandigheden en in een testopstelling uitgevoerd waarin deze techniek veelbelovend lijkt. Het is echter niet duidelijk of NIRS ook onder praktijkomstandigheden tot resultaten met de gewenste nauwkeurigheid leidt.

Als gebleken is in een pilot dat NIRS in de praktijk ook toepasbaar is, dan kan worden nagegaan of NIRS als alternatief voor het huidige meetsysteem toelaatbaar is. Uiteindelijk zal het systeem voldoende nauwkeurig, betrouwbaar en fraudebestendig moeten zijn, ten opzichte van het bestaande systeem in het kader van de Meststoffenwet.

Adviesvraag

Het ministerie van EZ vraagt de Commissie Deskundigen Meststoffenwet een advies uit te brengen over het opzetten van een pilot waarin wordt nagegaan of het stikstof- en fosfaatgehalte van vrachten drijfmest met NIRS kunnen worden bepaald. Indien de pilot aantoont dat NIRS in de praktijk kan worden toegepast, zal het ministerie de CDM in een apart verzoek advies vragen over aspecten van toelating en beheer. EZ wil aan de hand van dit advies nagaan of meetsystemen op basis van NIRS ingezet kunnen worden als volwaardig alternatief voor de huidige bemonstering en analyse, dat wil zeggen voldoende nauwkeurig, betrouwbaar en fraudebestendig zijn.

De hoofdvraag van het advies over het opzetten van een NIRS pilot in de praktijk is:

Hoe ziet een plan van aanpak eruit voor een proef, een pilot tegen minimale kosten, waarin wordt nagegaan of het gebruik van NIRS als meetsysteem voor het vaststellen van de stikstof- en fosfaatgehalten van drijfmest in de praktijk voldoende robuust kan worden toegepast?

In het advies wil EZ in ieder geval graag de volgende aandachtspunten zien opgenomen:

- NIRS-apparatuur van verschillende fabrikanten;
- Meerdere transporteurs;
- De pilotorganisatie (o.a. wie rapporteert aan wie, hoe om te gaan met vertrouwelijkheid van data en beheer van ijklijnen);

- De minimum aantallen vrachten van welke (drijf)mestsoorten waarmee metingen moeten worden gedaan;
- De benodigde tijdsduur voor de pilot mede in relatie tot de seizoenen waarin in Nederland mest mag worden uitgereden op het land;
- Overige relevante voorwaarden die nodig zijn om het NIRS-systeem in de praktijk voldoende robuust toe te kunnen passen;
- Hoe periodieke aanscherping van voorwaarden vormgegeven kan worden;
- De aspecten betreffende toelating en beheer van het systeem, voor zover ze volgens u relevant zijn in de pilot¹.

CDM advies

Een werkgroep van de CDM bestaande uit Paul Hoeksma (WUR Livestock Research), Rick van de Zedde (WUR Food & Biobased Research), René Rietra (WUR Alterra), Wouter Saeys (KU Leuven - Dept. Biosystems), Gerard Velthof (secretaris CDM) heeft een advies opgesteld over de opzet van de praktijkproef met NIRS. Een concept advies is op 23 mei besproken met een klankbordgroep bestaande uit mogelijke deelnemers, het ministerie van EZ, RVO.nl en Cumela.

Het advies over de opzet van de praktijkproef wordt op de volgende pagina's weergegeven.

¹ Voor de toelating van het systeem:

- *De nauwkeurigheid waarmee het N- en P-gehalte van alle mestsoorten/-codes van een vracht (drijf)mest d.m.v. NIRS moet worden vastgesteld;*
- *De wijze waarop de NIRS-apparatuur gevalideerd dient te worden;*
- *De wijze waarop de NIRS-apparatuur (automatisch) aangestuurd moet worden zodat altijd dezelfde procedure van sampling en dataverwerking plaatsvindt;*
- *De manier waarop de NIRS-apparatuur moet worden gekoppeld aan AGR-apparatuur;*

Voor het beheer van het systeem:

- *De wijze waarop kalibratiemodellen (ijklijnen) periodiek gecontroleerd en verbeterd kunnen worden;*
- *De wijze waarop kalibratiemodellen beheerd en onderhouden dienen te worden;*
- *De manier waarop NIRS-data automatisch naar DR moeten worden verzonden;*
- *De fraudebestendigheid en de wijze waarop deze moet worden geborgd;*
- *De wijze waarop de NIRS-apparatuur op een vrachtwagen moet worden opgebouwd zodat te allen tijde alle geladen/geloste mest de NIRS-sensor passeert;*
- *De procedure waarop de NIRS-apparatuur dient te worden geëvalueerd (typegoedkeuring).*

Advies Plan van Aanpak praktijkproef NIRS (pilot)

Doel

Het doel van het advies is het opzetten van een pilot (tegen minimale kosten) waarin wordt nagegaan of het gebruik van NIRS als meetsysteem gekoppeld op een vrachtwagen voor het vaststellen van de stikstof- en fosfaatgehalten van vrachten drijfmest in de praktijk voldoende robuust kan worden toegepast. De pilot levert resultaten op basis waarvan het ministerie van EZ kan bepalen of meetsystemen op basis van NIRS ingezet kunnen worden als volwaardig alternatief voor de huidige bemonstering en analyse, dat wil zeggen voldoende nauwkeurig, betrouwbaar en fraudebestendig zijn.

Het doel van de pilot is dus om aan te tonen dat een bepaling met een NIRS-systeem tot gelijkwaardige stikstof- en fosfaatgehalten leidt als het huidige systeem van bemonstering en analyse. Het huidige systeem is de referentie.

Deelnemers en eisen aan deelnemers

In de adviesvraag geeft EZ aan dat NIRS-apparatuur van verschillende fabrikanten moet worden getest en dat meerdere transporteurs in de pilot moeten participeren.

De CDM werkgroep adviseert dat er minimaal twee NIRS-systemen in de pilot moeten meedraaien. Met een NIRS-systeem wordt hier de gehele combinatie van "leverancier – type sensor (fabrikant) – instellingen van sensor – ijklijnen – transporteur - methode van toepassing (bv. aantal metingen)" bedoeld. Het ministerie EZ bepaalt hoe verder te handelen indien er minder dan twee systemen in de pilot kunnen meedraaien.

Uit de pilot komt naar voren of het mogelijk is dat NIRS in de praktijk kan worden toegepast. Dit geldt dan alleen voor de in pilot geteste systemen. Indien er nieuwe systemen op de markt komen, dan zal getoetst moeten worden of deze systemen gelijkwaardig zijn aan het huidige systeem van bemonstering en analyse van mest.

Er wordt van de deelnemers geëist dat de NIRS-apparatuur geïjkt is en toepasbaar voor alle drijfmestsoorten in de praktijk. Dit wil zeggen dat de deelnemers NIRS opgebouwd op een transportvoertuig in de praktijk kunnen toepassen. Er wordt uitgegaan dat de deelnemers bij aanvang van de pilot in staat zijn om alle drijfmestsoorten te analyseren. Gedurende de pilot mogen de systemen softwarematig worden doorontwikkeld en verbeterd, maar de resultaten vanaf het begin van de pilot worden meegenomen in de evaluatie.

Idealiter zou de NIRS moeten worden gekoppeld aan AGR-GPS-apparatuur. RVO.nl zal voor deze pilot echter geen technische aanpassingen maken om NIRS-gegevens via AGR-GPS te kunnen ontvangen. Er zal daarom met de deelnemers een transparante methode voor data-levering moeten worden afgesproken, waarbij de NIRS-resultaten binnen één dag (en vóór het beschikbaar komen van analyses door laboratorium) aan de CDM-werkgroep worden doorgegeven. De NIRS-analyses vinden plaats bij het laden van de mest. Verder moet bij het laden ook een monster genomen worden voor nat-chemische mestanalyse. Dus de vrachtwagens die in de pilot worden betrokken moeten ook de huidige monsterapparatuur bevatten, evenals AGR-GPS apparatuur. In de pilot worden de reguliere bemonstering/analyses via AGR-GPS naar RVO.nl gestuurd.

De deelnemers geven een (technische) beschrijving van het NIRS systeem (inclusief kwaliteitsborging) dat zij gaan toepassen in de pilot. Van de volgende aspecten dient door de deelnemers minimaal een aanzet gegeven te worden in de pilot:

- Onder welke omstandigheden kan het meetsysteem werken, en wanneer niet. Hoe worden storingen geregistreerd en wat wordt gedaan met foutieve bepalingen?

- Geef aan hoe de kwaliteitsborging van de NIRS-bepalingen wordt verricht? (Nb. NIRS wordt ook toegepast bij analyses van granen; mogelijk liggen hier voor de kwaliteitsborging aanknopingspunten).

De deelnemers geven een demonstratie van hun systeem aan de onderzoekers die de pilot begeleiden en zijn bereid om vragen van onderzoekers over technische aspecten te beantwoorden.

Organisatie van de pilot

De evaluatie van gegevens moet onafhankelijk gebeuren. Het wordt voorgesteld dat een werkgroep van de CDM bestaande uit verschillende onderzoekers verantwoordelijk wordt voor de begeleiding van de pilot, analyse van de data en de rapportage.

Om de kosten te beperken worden de NIRS-metingen uitgevoerd bij reguliere mesttransporten, waarbij de voorgeschreven procedures voor afhandeling van monsters, analyse in het lab en overdracht van gegevens tussen betrokken partijen worden gevolgd. De CDM-werkgroep krijgt resultaten van de NIRS-bepalingen binnen één dag na bemonstering. Hierover worden afspraken gemaakt tussen de deelnemers en de werkgroep. De resultaten van reguliere bemonstering/analyses via AGR-GPS worden via de normale procedure naar RVO.nl gestuurd. Er moeten afspraken gemaakt worden tussen de deelnemers, RVO.nl en de CDM-werkgroep over codering en koppeling van NIRS-gegevens en gegevens reguliere bemonstering en analyse.

De ijklijnen worden door de deelnemers zelf afgeleid en beheerd, worden niet beschikbaar gesteld aan de onderzoekers, worden niet opgenomen in een data-base en komen niet in het rapport. Het NIRS-systeem wordt als een black-box beschouwd, inclusief de ijklijnen. Er wordt uitgegaan dat de ijklijnen voldoende onderbouwd zijn. Als dit niet zo is, dan zal dit blijken uit een vergelijking met de laboratorium analyses (de referentie).

De CDM-werkgroep gebruikt de resultaten voor het opstellen van een rapport. Het rapport wordt naar het ministerie van EZ gestuurd en wordt openbaar. In het rapport worden de resultaten gegeven (NIRS versus chemische analyses) per deelnemer. Er worden geen namen genoemd in het syntheserapport; de deelnemers krijgen een code. EZ wordt op de hoogte gesteld van deelnemers die bij de codes horen.

Uitvoering

In deze pilot is gericht op analyses van drijfmesten. Mogelijkheden voor de bepaling met NIRS van gehalten in vaste mesten zouden eventueel in een aparte pilot kunnen worden bepaald, maar er is nog geen voorgeschreven bemonsteringsmethode voor vaste mest die als referentie kan dienen. De deelnemers analyseren vrachten met drijfmest op N en P volgens de huidige methode en het door hen ontwikkelde NIRS-systeem.

Het is hierbij belangrijk dat alle deelnemers gelijke aantallen vrachten bemonsteren en dat de variabiliteit binnen een mestsoort zo goed mogelijk meegenomen wordt in de geselecteerde ladingen. Ook moet voorkomen worden dat mest wordt bemonsterd van bedrijven waarvan de vrachten gebruikt zijn om de ijklijnen af te leiden. Anders zou een sensor die enkel in staat is om een bepaalde mestsoort te herkennen, zeer goed kunnen scoren door als voorspelling de gemiddelde samenstelling voor deze mestsoort te geven.

Ook moet er op verschillende tijdstippen in een jaar worden bemonsterd, omdat de temperatuur een effect heeft op de NIRS bepaling. De CDM-werkgroep zal in overleg met de deelnemers een schema opstellen over de tijdstippen waarop moet worden bemonsterd.

In de bijlage 1 wordt een statistische analyse gegeven van het aantal vrachten dat moet worden bemonsterd om een bepaalde nauwkeurigheid te realiseren. Het totale aantal benodigde monsters bedraagt 260 om te voldoen aan de volgende randvoorwaarden: i) een alfa van 0,05 (bij een

hypothese H0 dat nat-chemisch en NIRS niet systematisch van elkaar verschillen), ii) een systematisch verschil tussen nat-chemisch en NIRS, uitgedrukt als relatief verschil, van ten minste 5% wordt relevant geacht en iii) er is geen kans op het ten onrechte verwerpen van de H0-hypothese. Hierbij moet worden opgemerkt dat bij deze randvoorwaarden het aantal monsters wordt bepaald door de P-analyse (voor alleen N zou 50 monsters voldoende zijn).

Alle soorten drijfmest moeten kunnen worden geanalyseerd. In de pilot worden vrachten geanalyseerd, maar geen mengmonsters van verschillende vrachten. Er wordt voorgesteld om in de pilot vijf categorieën mestsoorten en één mengsel te onderscheiden, waarbij in elke categorie een minimum aantal vrachten worden bemonsterd. In totaal worden er minimaal 260 vrachten geanalyseerd verdeeld over zes categorieën:

- Code 50. Drijfmest van vleesvarkens: minimaal 100 vrachten.
- Code 14. Runderdrijfmest: minimaal 50 vrachten.
- Code 46. Zeugenmest: minimaal 50 vrachten.
- Code 18. Witvleeskalveren: minimaal 20 vrachten.
- Code 19. Rosékalveren: minimaal 20 vrachten.
- Overige mestsoorten (waaronder dunne fracties, digestaat, mineralenconcentraten) en mengsels van verschillende mestsoorten: minimaal 20 vrachten.

Reguliere transporten bij een transporteur worden gedurende ongeveer één jaar gevolgd, zodat per mestcategorie het minimale aantal monsters worden verkregen, bemonsterd op verschillende tijdstippen in het jaar. Er moet worden geborgd dat bedrijven worden bemonsterd waarvan de mest niet is gebruikt om de ijklijnen vast te stellen; minimaal 50% van de te bemonsteren vrachten moet afkomstig zijn van bedrijven waarvan geen mest is bemonsterd en geanalyseerd voor het vaststellen van de ijklijnen. De selectie van bedrijven zal in overleg met deelnemers plaatsvinden zodat aan de randvoorwaarden van de pilot wordt voldaan. Het zal erop neerkomen dat de pilot wordt uitgevoerd met 'gestuurde reguliere transporten'.

De deelnemers bepalen zelf naar welk voor mest geaccrediteerd laboratorium de monsters worden gestuurd voor nat-chemische analyses.

Er zal een statistische analyse worden uitgevoerd om de gelijkwaardigheid van de metingen met NIRS ten opzichte van het huidige systeem te toetsen. Deze statistiek is in de bijlage nader uitgewerkt.

Een deel van de resultaten uit de pilot kunnen worden gebruikt voor beantwoording vragen over aspecten betreffende toelating en beheer van het systeem (zie voetnoot op pagina 2), zoals vragen over nauwkeurigheid, koppeling van AGR-GPS en dataverwerking. De ijklijnen worden beheerd door deelnemers en maken geen deel uit van de evaluatie door de CDM.

Indien de pilot slaagt dan houdt dat in dat een NIRS meetsysteem perspectief heeft om gebruikt te worden naast of in plaats van het huidige meetsysteem. Het systeem kan dan nog niet toegepast worden conform de wetgeving. Het NIRS-meetsysteem kan naar verwachting pas toegepast worden als wetgeving daarvoor is aangepast en de gebruiker hiervoor geaccrediteerd is zoals nu ook is voorgeschreven voor bemonsteraars en laboratoria. De metingen in de pilot kunnen door de deelnemers mogelijk wel gebruikt worden in een traject om geaccrediteerd te worden.

Kosten

Alle mestanalyses via het reguliere spoor worden gefinancierd door de bedrijven waarvan de mest bemonsterd is en kosten voor de NIRS-analyses door de deelnemers.

Er zijn daarnaast kosten voor de CDM-werkgroep voor opzet en begeleiding pilot, analyse van de resultaten, rapportage, overleg met deelnemers en EZ en advisering van EZ. Deze kosten komen ten laste van het ministerie van EZ.

Bijlage 1.

Vergelijking van de NIRS-methode en de nat-chemische methode voor bepaling van N- en P-gehalten in ladingen mest.

Advies over de benodigde steekproefomvang

Dick Brus en Martin Knotters,
Alterra, onderdeel van Wageningen UR,
14 juli 2014

Inleiding

Om te beoordelen of de NIRS-methode een betrouwbaar alternatief is voor de nat-chemische methode (NC) bij het bepalen van N- en P-gehalten in ladingen mest moet een steekproef worden uitgevoerd, waarbij ladingen worden geselecteerd waarop beide methoden worden toegepast.

De onderzoeksvraag is: verschillen de bepalingen van de NIRS- en de NC-methode systematisch van elkaar? Voor de beantwoording stellen we een gepaarde t-toets voor, met

$$H_0: \mu_{NIRS} = \mu_{NC}$$

$$H_a: \mu_{NIRS} \neq \mu_{NC}$$

De toets geeft geen uitsluitsel over systematische fouten van de NIRS- of NC-methode, alleen over systematische verschillen tussen beide.

Wij gaan uit van de voorinformatie over varianties van totale fouten die Hoeksma en Boer (2005) en Van de Zedde et al. (2014) geven voor resp. de NC- en de NIRS-methode. Zij drukken die uit als **relatieve fouten**: de halve breedte van het 95%-betrouwbaarheidsinterval, relatief aan de gemiddelde waarde. Een meetwaarde + of - x% van die meetwaarde geeft dus het 95%-betrouwbaarheidsinterval aan, waarbij x de relatieve fout is. Voor de NC-methode gaan we uit van een relatieve fout van 7 % voor N en van 16 % voor P (tabel 2 in Hoeksma en Boer, 2005²). Voor de NIRS-methode gaan we uit van een relatieve fout van 13,5 % voor N en 31.1 % voor P (blz. 25 in Van de Zedde et al., 2014³, uitgaande van een meetinterval van 1 minuut en een laadtijd van 15 minuten).

Benodigde steekproefomvang voor toets op systematische verschillen

Wij gaan uit van de volgende randvoorwaarden:

- Kans op fout van eerste soort (ten onrechte verwerpen H_0) $\alpha=0.05$;
- Een systematisch verschil, uitgedrukt als relatief verschil, van ten minste 5% wordt relevant geacht.

Tabel 1 geeft het onderscheidingsvermogen (power) van de toets bij steekproefomvang. De power is $1-\beta$, met β de kans op een fout van de tweede soort. Dat is de kans dat ten onrechte H_0 niet wordt verworpen: er is dan wel een systematisch verschil tussen NIRS- en NC-metingen, maar je merkt het niet op bij je onderzoek.

Duidelijk blijkt dat naarmate de steekproefomvang toeneemt ook de power toeneemt, oftewel het risico dat je een systematisch verschil niet opmerkt afneemt. Figuur 1 en 2 geven dit grafisch weer.

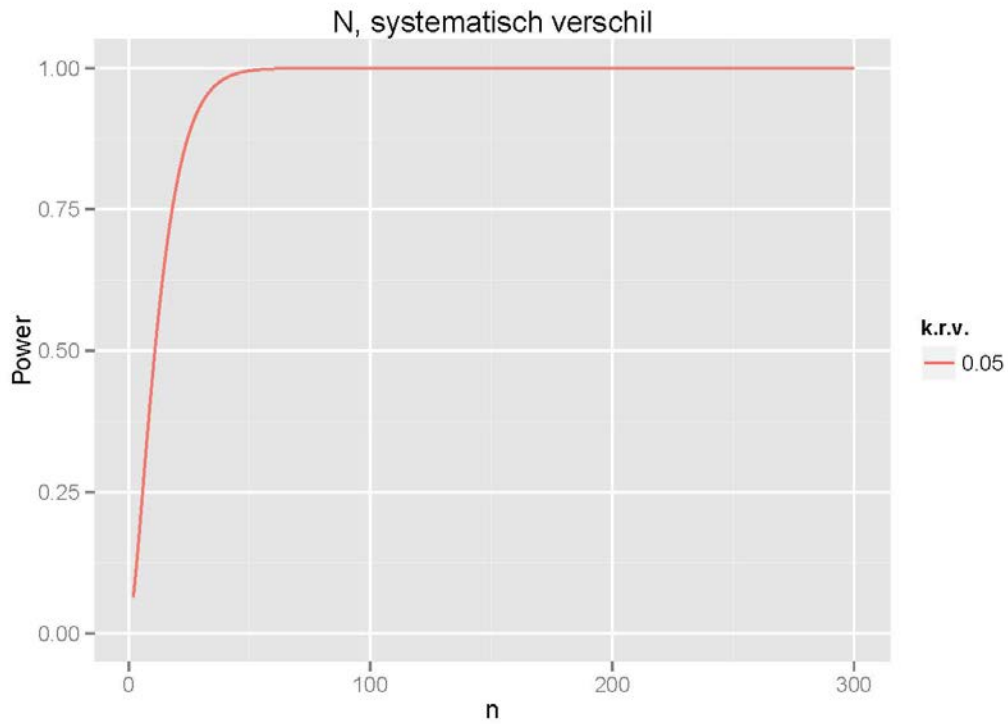
Als het risico dat een systematisch verschil van 5 % niet wordt opgemerkt niet groter mag zijn dan 0.2, dan is een power nodig van $1-0.2=0.8$. De benodigde steekproefomvang voor N is dan 20 en voor P 100.

² Hoeksma, P.; Boer, E. (2005) Vaststellen van de bemonsteringsnauwkeurigheid van drijfmest. Wageningen UR, Agrotechnology & Food Innovations, Rapport 532.

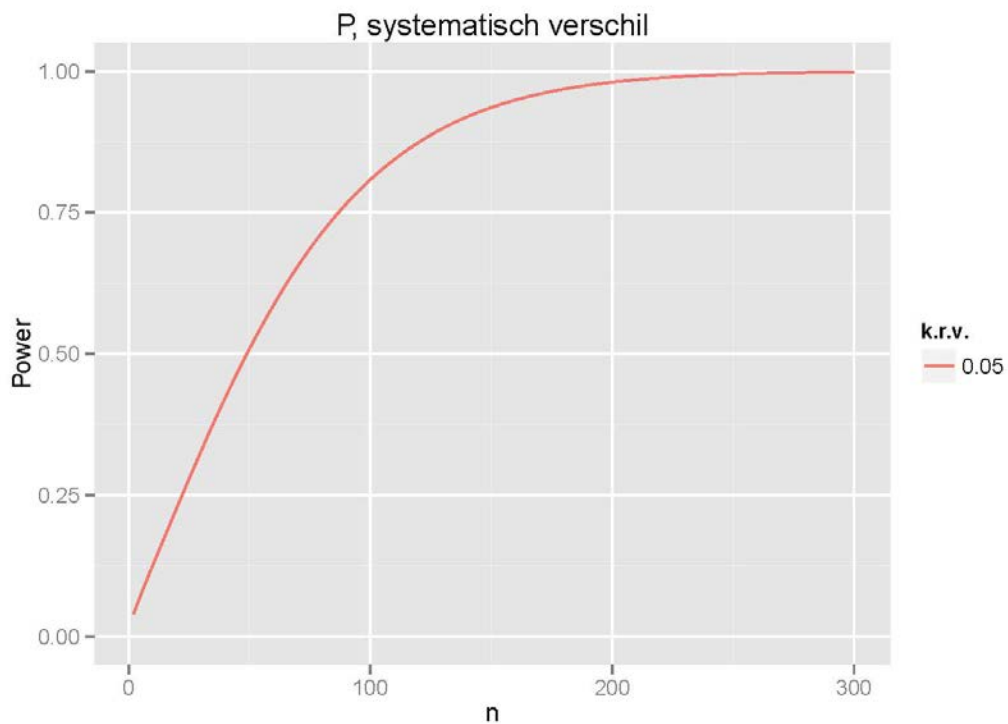
³ Zedde, H.J. van de; Kekem, C. van; Boer, E.P.J. (2014) Bemonsteren en analyseren van dierlijke mest op een vrachtauto. Wageningen UR Food & Biobased Research, Rapport 1432.

Tabel 1 Powers van toetsen op systematische verschillen tussen de NIRS- en de NC-methode, bij verschillende steekproefomvang, een alfa van 0.05 en bij een systematisch verschil van ten minste 5 % dat nog relevant wordt geacht.

Steekproefomvang	N	P
10.00	0.46	0.13
20.00	0.80	0.23
30.00	0.94	0.33
40.00	0.98	0.42
50.00	1.00	0.51
60.00	1.00	0.59
70.00	1.00	0.65
80.00	1.00	0.71
90.00	1.00	0.77
100.00	1.00	0.81
110.00	1.00	0.84
120.00	1.00	0.87
130.00	1.00	0.90
140.00	1.00	0.92
150.00	1.00	0.94
160.00	1.00	0.95
170.00	1.00	0.96
180.00	1.00	0.97
190.00	1.00	0.98
200.00	1.00	0.98
210.00	1.00	0.98
220.00	1.00	0.99
230.00	1.00	0.99
240.00	1.00	0.99
250.00	1.00	0.99
260.00	1.00	1.00
270.00	1.00	1.00
280.00	1.00	1.00
290.00	1.00	1.00
300.00	1.00	1.00



Figuur 1 Power-grafieken voor de benodigde steekproefomvang n bij het toetsen op systematische verschillen tussen de NIRS- en de NC-methode voor N . $\alpha=0.05$, kleinste relevant geachte relatieve verschil (k.r.v.) is 5 %.



Figuur 2 Power-grafieken voor de benodigde steekproefomvang n bij het toetsen op systematische verschillen tussen de NIRS- en de NC-methode voor P . $\alpha=0.05$, kleinste relevant geachte relatieve verschil (k.r.v.) is 5 %.