



WAGENINGEN
UNIVERSITY & RESEARCH

Bepaling van het stikstof- en fosfaatgehalte van een vracht drijfmest door middel van Nabij Infra Rood Spectroscopie (NIRS)

Resultaten van een pilot

Animal Sciences
Group

Livestock Research

DATUM
23 augustus 2017

AUTEUR
Paul Hoeksma
André Aarnink

VERSIE
0.3

STATUS
definitief

Inhoudsopgave

Samenvatting	5
1 Inleiding	6
2 Opzet van de pilot	7
3 Data analyse	8
4 Resultaten Bedrijf A	11
5 Resultaten Bedrijf B	17
6 Resultaten Bedrijf C	23
7 Resultaten Bedrijf D	30
8 Discussie	35
9 Conclusie en aanbevelingen	37

Samenvatting

Het ministerie van Economische Zaken heeft de Commissie Deskundigen Meststoffenwet (CDM) verzocht om een pilot uit te voeren waarin getest wordt of de bepaling met Nabij Infra Rood Spectroscopie (NIRS) tot gelijkwaardige stikstof- en fosfaatgehalten van een vracht drijfmest leidt als meting volgens het huidige systeem van bemonstering en nat-chemische analyse. Door de CDM is een ad hoc werkgroep ingesteld om het werkplan op te stellen, de resultaten van de pilot NIRS te beoordelen en vragen over het beheer van een mogelijk systeem op basis van NIRS te beantwoorden. De werkgroep bestaat uit Paul Hoeksma (Wageningen Livestock Research), Rick van de Zedde (Wageningen Food & Biobased Research), Jaap Schröder (Wageningen Plant Research) en Gerard Velthof (Wageningen Environmental Research en secretaris van de CDM). De CDM heeft Wageningen Livestock Research gevraagd om de pilot te begeleiden en de resultaten te rapporteren.

In de pilot zijn vier bedrijven betrokken elk met een afzonderlijk type NIRS-apparaat. Voorafgaande aan de pilot werd de apparatuur door de bedrijven getest en gekalibreerd. De bedrijven dienden zelf aan te geven wanneer hun NIRS-apparaat 'klaar' was voor de pilot.

Op basis van een statistische analyse werd bepaald dat minimaal 260 vrachten mest moesten worden bemonsterd voor een statistisch betrouwbare beoordeling van elk afzonderlijk NIRS-apparaat. Het uitgangspunt was dat alle soorten drijfmest met NIRS moeten kunnen worden geanalyseerd.

De resultaten van de pilot laten zien dat de NIRS-apparatuur van geen van de vier deelnemers voldoet aan de nauwkeurigheidseisen die wettelijk worden gesteld aan de bepaling van het stikstof- en fosfaatgehalte van een vracht drijfmest. Deze conclusie is gebaseerd op de metingen waarbij de NIRS-meting op dezelfde momenten heeft plaatsgevonden als de monsternomenten bij automatische bemonstering volgens het huidige voorgeschreven protocol.

Aanbevolen wordt om:

- aanvullende analyses uit te voeren van de NIRS-metingen over hele vrachten om vast te stellen of op deze wijze een grotere nauwkeurigheid van NIRS kan worden bereikt
- een data-analyse uit te voeren per mestsoort, mits voldoende waarnemingen beschikbaar zijn, om vast te stellen of NIRS voor bepaalde mestsoorten wel aan de vereiste nauwkeurigheid kan voldoen
- een bijeenkomst te beleggen met de vier deelnemers aan de pilot om de toekomstperspectieven van NIRS te bespreken

1 Inleiding

Het ministerie van Economische Zaken heeft de Commissie Deskundigen Meststoffenwet (CDM) verzocht om een pilot uit te voeren waarin getest wordt of de bepaling met Nabij Infra Rood Spectroscopie (NIRS) tot gelijkwaardige stikstof- en fosfaatgehalten van een vracht drijfmest leidt als meting volgens het huidige systeem van bemonstering en nat-chemische analyse (zie Bijlagen 1 en 2). Het huidige systeem van bemonstering en analyse is beschreven in de uitvoeringsregeling Meststoffenwet¹. Door de CDM is een ad hoc werkgroep ingesteld om het werkplan op te stellen, de resultaten van de pilot NIRS te beoordelen en vragen over het beheer van een mogelijk systeem op basis van NIRS te beantwoorden. De werkgroep bestaat uit Paul Hoeksma (Wageningen Livestock Research), Rick van de Zedde (Wageningen Food & Biobased Research), Jaap Schröder (Wageningen Plant Research) en Gerard Velthof (Wageningen Environmental Research en secretaris van de CDM). De CDM heeft Wageningen Livestock Research gevraagd om de pilot te begeleiden en de resultaten te rapporteren. Dit rapport geeft de resultaten van de pilot NIRS die in 2015 en 2016 is uitgevoerd.

De huidige procedure voor het vaststellen van het stikstof- en fosfaatgehalte van een vracht drijfmest via bemonstering en analyse is tijdrovend; 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 vanuit de praktijk.

NIRS is een meetmethode op basis van optische sensortechnologie, waarmee zonder monsternamen in-line het stikstof- en fosfaatgehalte in dierlijke mest kan worden vastgesteld. Het grote voordeel hiervan is 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 en kan ook op mesttoedieningsapparatuur worden toegepast ter ondersteuning van precisiebemesting. NIRS is daarmee in potentie een aantrekkelijk alternatief voor de huidige procedure van bemonstering en analyse.

NIRS is tot nu toe voor mineralen in drijfmest nog niet in de praktijk onderzocht. Wel is onderzoek onder gecontroleerde omstandigheden in een testopstelling uitgevoerd waarin deze technologie veelbelovend lijkt (Van de Zedde et al., 2014)². Deze pilot zal moeten uitwijzen of NIRS ook onder praktijkomstandigheden tot resultaten met de gewenste nauwkeurigheid leidt.

Als gebleken is dat NIRS in de praktijk toepasbaar is, kan worden nagegaan of NIRS als alternatief voor het huidige meetsysteem toelaatbaar is. Uiteindelijk zal NIRS voldoende nauwkeurig, betrouwbaar en fraudebestendig moeten zijn om ingezet te kunnen worden in het kader van de Meststoffenwet.

¹ Uitvoeringsregeling Meststoffenwet, Bijlagen E en H.

² Van de Zedde, R., K. van Kekem, E. Boer (2014) Bemonsteren en analyseren van dierlijke mest op vrachtauto - BO-12.07-006-004 Food & Biobased Research nummer - 1432
<http://library.wur.nl/WebQuery/wurpubs/fulltext/304191>

2 Opzet van de pilot

In Bijlage 2 is het werkplan van de pilot beschreven.

Het doel van de pilot was aan te tonen dat bemonstering en analyse van stikstof en fosfaat van drijfmest via een NIRS-systeem op een vrachtauto tot gelijkwaardige stikstof- en fosfaatgehalten in mest leidt als het huidige systeem van bemonstering van mest en nat-chemische analyse op een laboratorium. Daartoe zijn in de pilot vier bedrijven betrokken elk met een afzonderlijk type NIRS-apparaat. Voorafgaande aan de pilot werd de apparatuur door de bedrijven getest en gekalibreerd. De bedrijven dienden zelf aan te geven wanneer hun NIRS-apparaat 'klaar' was voor de pilot.

De pilot was gericht op het analyseren van vrachten drijfmest met NIRS. Het was belangrijk dat alle deelnemers gelijke aantallen vrachten bemonsterden en dat de variabiliteit binnen een mestsoort zo goed mogelijk meegenomen werd in de geselecteerde vrachten. Ook moest voorkomen worden dat mest werd bemonsterd van bedrijven waarvan vrachten gebruikt waren 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 moest er op verschillende tijdstippen in een jaar worden bemonsterd, omdat de temperatuur een effect heeft op de NIRS bepaling.

Op basis van een statistische analyse werd bepaald dat er 260 vrachten moesten worden bemonsterd voor een statistisch betrouwbare beoordeling van elk afzonderlijk NIRS-apparaat. Voor de wijze waarop de steekproefomvang is bepaald wordt verwezen naar Bijlage 3. Het uitgangspunt was dat alle soorten drijfmest met NIRS moeten kunnen worden geanalyseerd. Er is als eis gesteld dat de 260 vrachten, proportioneel naar getransporteerde hoeveelheid, waren verdeeld over zes categorieën drijfmest:

- Code 50. Drijfmest vleesvarkens: minimaal 100 vrachten.
- Code 14. Drijfmest rundvee: minimaal 50 vrachten.
- Code 46. Drijfmest fokzeugen: minimaal 50 vrachten.
- Code 18. Kalveren, witvlees: minimaal 20 vrachten.
- Code 19. Kalveren, rosévelees: minimaal 20 vrachten.
- Minimaal 5 vrachten digestaat en minimaal 4 overige mestsoorten (waaronder dunne fracties, mineralenconcentraten) of mengsels van verschillende mestsoorten: tezamen minimaal 20 vrachten.

Verder is als eis gesteld dat de vrachten zoveel mogelijk over een jaar waren verdeeld, zodat per mestcategorie het minimale aantal monsters op verschillende tijdstippen in het jaar werden verkregen. Dit is uiteindelijk niet gelukt; de bemonstering heeft vooral plaatsgevonden in het voorjaar en de zomer van 2015.

Er moest worden geborgd dat de te bemonsteren vrachten afkomstig waren van bedrijven waarvan de mest niet is gebruikt om de ijklijnen vast te stellen. Daarom werd geëist dat de deelnemers het resultaat van de NIRS-bepaling binnen 12 uur na bemonstering van een vracht in het afgesproken format naar de CDM stuurden. Deze eis voorkomt dat een nat-chemische analyse van een vrachtmonster beschikbaar is voordat de betreffende NIRS-bepaling verstuurd is. Monsters waarvan het resultaat later dan 12 uur na monsternamen en NIRS-bepaling naar de CDM werd gestuurd, werden niet meegenomen in de pilot.

De deelnemers konden zelf bepalen naar welk, voor mest geaccrediteerd, laboratorium de monsters werden gestuurd voor nat-chemische analyses. Livestock Research heeft van RVO.nl de stikstof- en fosfaatgehalten gekregen van de vrachten waarvan NIRS-bepalingen zijn uitgevoerd.

Er is een statistische analyse uitgevoerd om de gelijkwaardigheid van de metingen met NIRS ten opzichte van het huidige systeem te toetsen (zie volgend hoofdstuk).

De ijklijnen werden beheerd door de deelnemers en maakten geen deel uit van de evaluatie door de CDM.

3 Data analyse

In de pilot werden vier NIRS-systemen vergeleken met een referentiemethode voor de analyse van N en P₂O₅ in drijfmest. De referentiemethode bestaat uit de wettelijk voorgeschreven methode voor bepaling van het N en P₂O₅ gehalte van een vracht drijfmest door middel van automatische bemonstering en nat-chemische analyse in het laboratorium. Elk van de vier NIRS-systemen werd ingezet op minimaal 260 vrachten mest en vergeleken met de referentiemethode.

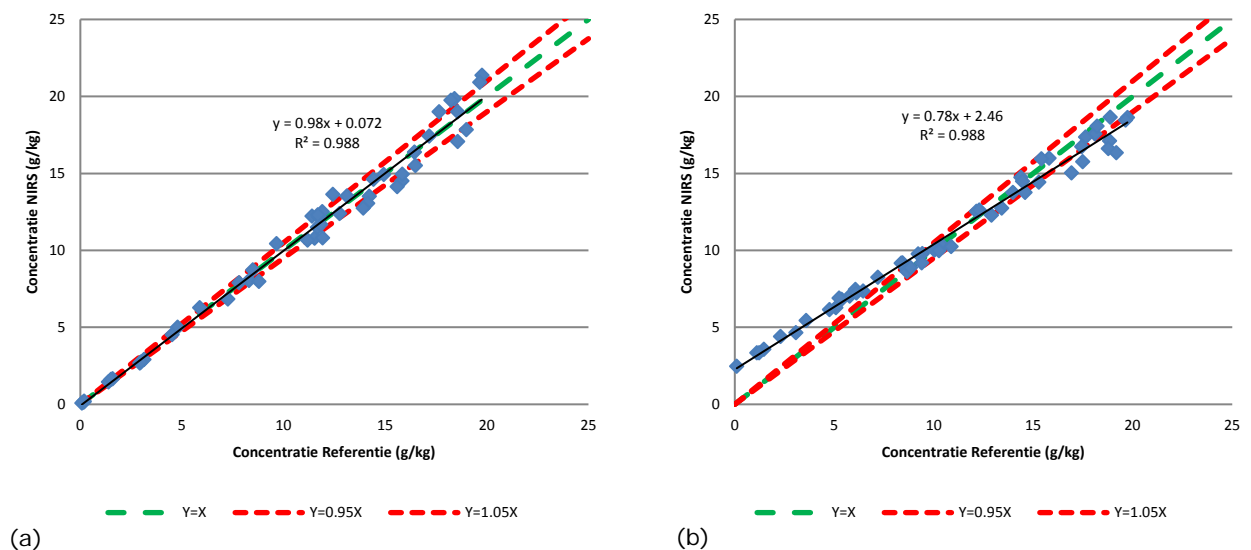
Het uitgangspunt in dit vergelijkend onderzoek was dat de relatieve fout van de NIRS-methode kleiner moet zijn dan de eis die in de regelgeving aan de relatieve fout wordt gesteld, namelijk 15% (2 x standaarddeviatie (s.d.)) voor zowel N als P₂O₅³. Het uitgangspunt is tevens dat de analyse plaatsvindt op vrachten van verschillende mestsoorten. In de analyse is tevens onderscheid gemaakt tussen systematische en toevallige verschillen. Eerst is vastgesteld of er geen systematische verschillen zijn tussen de NIRS-methode en de referentiemethode. Vervolgens is getoetst of de relatieve verschillen kleiner zijn dan de vereiste 15% in 95% van de waarnemingen. Zeer duidelijke uitbijters zijn in de analyse buiten beschouwing gelaten. Een NIRS-waarde is als een uitbijter beschouwd als het verschil tussen de NIRS-waarde en de referentiewaarde groter was dan 5 x s.d. Dit gold slechts voor enkele waarnemingen (voor 1 stikstofwaarde en voor 4 fosfaatwaarden).

Systematisch verschil tussen NIRS en referentiemethode

De NIRS-methode en de referentiemethode zijn vergeleken door middel van een regressieanalyse:

$$Y = \beta_1 X + \beta_0$$

met X= de gemeten waarde met de referentiemethode en Y= de gemeten waarden met NIRS (Y-as). Er is een regressieanalyse uitgevoerd omdat de NIRS-methode over de gehele onderzochte concentratie-range geen systematisch verschil mag laten zien. Een regressieanalyse toont aan of aan deze eis wordt voldaan. Getoetst is of het intercept (β_0) van de regressielijn significant afwijkt van 0 en of de helling (β_1) valt binnen de range van 0,95 – 1,05. Als beide het geval is dan voldoet de NIRS-methode aan de eis van geen systematisch verschil met de referentiemethode. Een illustratie van het al dan niet voldoen aan de eis van systematische verschillen wordt gegeven in Figuur 3.1.



Figuur 3.1 Illustratie van het voldoen (a) of het niet voldoen (b) aan de eis van geen systematisch verschil tussen de NIRS methode en de referentiemethode.

³ Uitvoeringregeling Meststoffenwet. Bijlage E, Prestatiekenmerken bemonsteringsparratuur.

Nauwkeurigheid van NIRS

Naast de systematische fout werd ook de relatieve fout (toevallige fout, oftewel nauwkeurigheid) van de NIRS-methode ten opzichte van de referentiemethode vastgesteld. Het uitgangspunt hierbij was dat de relatieve fout van de NIRS-methode kleiner moet zijn dan de eis die in de regelgeving wordt gesteld, namelijk 15% (dit is tweemaal de relatieve standaard deviatie) voor zowel stikstof als fosfaat.

De relatieve fout zou het beste bepaald kunnen worden door herhaalde waarnemingen aan hetzelfde object (dezelfde vracht). In de pilot is dit om praktische redenen niet gedaan. Er kan echter wel een schatting gemaakt worden van de relatieve fout van de NIRS-methode, aangezien de variantie van de verschillen tussen NIRS- en referentiemethode kan worden berekend en de variantie van de referentiemethode bekend is. Door te kijken naar het verschil tussen twee metingen aan hetzelfde monster speelt de variantie tussen de monsters geen rol meer. De algemene regel $\text{var}(y-x) = \text{var}(y) + \text{var}(x) - 2\text{covar}(y,x)$ is van toepassing. Als een monster zowel met de referentiemethode als met de NIRS methode wordt gemeten geven beide methoden een (toevallige) meetfout. Deze meetfouten zullen onafhankelijk zijn omdat de metingen onafhankelijk worden uitgevoerd en daarmee is de covariantie per definitie nul. Dit resulteert in de volgende formule:

$$\sigma^2\Delta = \sigma^2REF + \sigma^2NIRS$$

Waarin: $\sigma^2\Delta$ is de variantie van de verschillen tussen NIRS en REF (referentie-methode)

σ^2REF is de variantie van de meetfouten in de referentie-methode (Hoeksma en Boer, 2005)

σ^2NIRS is de variantie van de meetfouten in de NIRS-methode

De variantie $\sigma^2\Delta$ is de som van de verschillen tussen de NIRS- en de referentiemethode en kan als volgt worden berekend: $(\sum (\Delta_i - \bar{\Delta})^2)/(n - 1)$ en σ^2REF door het kwadraat te nemen van de bekende standaard deviatie (s.d.). Aangezien de s.d. van de referentiemethode, uitgedrukt als een percentage, toeneemt met de hoogte van de concentratie is bovenstaande berekening gedaan voor verschillende concentratieniveaus (van laag naar hoog). Alle gepaarde waarnemingen die gekoppeld zijn aan een bepaald concentratieniveau van de referentiemethode zijn gebruikt voor het berekenen van de variantie voor NIRS bij dat concentratieniveau. De variantie, de s.d. (wortel uit de variantie) en de relatieve fout (2 x s.d. in % van het concentratieniveau) van de NIRS-methode kunnen vervolgens voor de verschillende concentratieniveaus worden berekend. De relatieve fout moet voor N en P₂O₅ bij elk concentratieniveau kleiner zijn dan 15%.

Beoordeling van de resultaten

Als aan de eisen van systematische en toevallige verschillen wordt voldaan dan worden de NIRS-methode en de referentiemethode equivalent verondersteld. Als dit niet het geval is kunnen de volgende situaties zich voordoen:

- De regressielijn tussen NIRS- en referentiemethode valt geheel of gedeeltelijk buiten de tweezijdige acceptatiegrens. De toevallige fout ten opzichte van de regressielijn valt wel binnen de gestelde voorwaarden. In deze situatie kan overwogen worden om op basis van de omgekeerde relatie (X = NIRS, Y = referentie) een correctielijn vast te stellen. Voor het voorbeeld in figuur 3.1b zou dit de volgende correctie opleveren: Referentie = (NIRS - 2,46)/0,78. Deze correctie achteraf valt buiten de pilot.
- De regressielijn tussen NIRS- en referentie-methode valt geheel binnen de tweezijdige acceptatiegrens, echter de toevallige fout ten opzichte van de regressielijn valt niet binnen de gestelde voorwaarden. De

conclusie zal dan zijn dat de NIRS-methode niet equivalent is aan de referentiemethode, omdat de NIRS-methode te onnauwkeurig is. In dit geval is er geen mogelijkheid om de NIRS-methode via correctie equivalent te maken met de referentiemethode.

- De regressielijn tussen NIRS- en referentiemethode valt geheel of gedeeltelijk buiten de tweezijdige acceptatiegrens en de toevallige fout ten opzichte van de regressielijn valt niet binnen de gestelde voorwaarden. De conclusie zal dan zijn dat de NIRS-methode niet equivalent is aan de referentiemethode, vanwege zowel een te groot systematisch verschil als een te grote onnauwkeurigheid. Er is geen mogelijkheid om de NIRS-methode via correctie equivalent te maken met de referentiemethode.
- Er is een kromlijngig verband tussen beide methoden. De conclusie is dat de methoden niet equivalent zijn. Als de lijn voldoet aan de eis van nauwkeurigheid kan overwogen worden om een correctielijn vast te stellen, vergelijkbaar met het eerste punt.

We danken Ir. Saskia Burgers van de Biometris groep van Wageningen University and Research voor haar adviezen bij de statistische analyse.

4 Resultaten Bedrijf A

Gerealiseerde vrachten

Bedrijf A heeft in eerste helft 2016 320 vrachten drijfmest met NIRS geanalyseerd en de analyses binnen de gestelde termijn van 12 uur naar CDM gestuurd. Van RVO.nl zijn de lab-analyses van de betreffende vrachten ontvangen. Tabel 4.1 toont de verdeling van de gerealiseerde vrachten over de mestsoorten, waarbij tevens het voor een betrouwbare statistische analyse vereiste aantal vrachten per mestsoort is aangegeven. Bedrijf A voldoet aan de eis van minimale aantallen vrachten per mestsoort.

Tabel 4.1 Verdeling van de gerealiseerde vrachten over mestsoorten

Mestsoort	Mestcode	Vereiste aantal	Gerealiseerde aantal
Vleesvarkens	50	100	117
Rundvee	14	50	69
Zeugen	46	50	58
Kalveren (wit)	18	20	22
Kalveren (rose)	19	20	25
Overig		20	29
Waarvan:			
Dunne fractie rdm	11		7
Bewerkte kalvergier	17		
Dunne fractie vdm	41		11
Nertsen drijfmest	76		4
Mineralenconcentraat	120		4
Mengsel	116		3
Onbekend			
		Totaal 260	Totaal 320

Individuele vrachtmonsters en mengmonsters

De laboratoriumgegevens laten zien dat 84 van de 320 vrachtmonsters individueel zijn geanalyseerd en dat bij 236 vrachten sprake is van een mengmonster, d.w.z. één labmonster dat is samengesteld uit monsters van meerdere vrachten. Het was niet de bedoeling met mengmonsters te werken, maar door onduidelijke instructie naar transporteurs is dit bij drie deelnemers toch gebeurd. Bij mengmonsters is een één op één vergelijking tussen NIRS en referentiemethode niet mogelijk omdat NIRS dan op de afzonderlijke vrachten wordt uitgevoerd en de nat-chemische analyse op een enkel mengmonster.

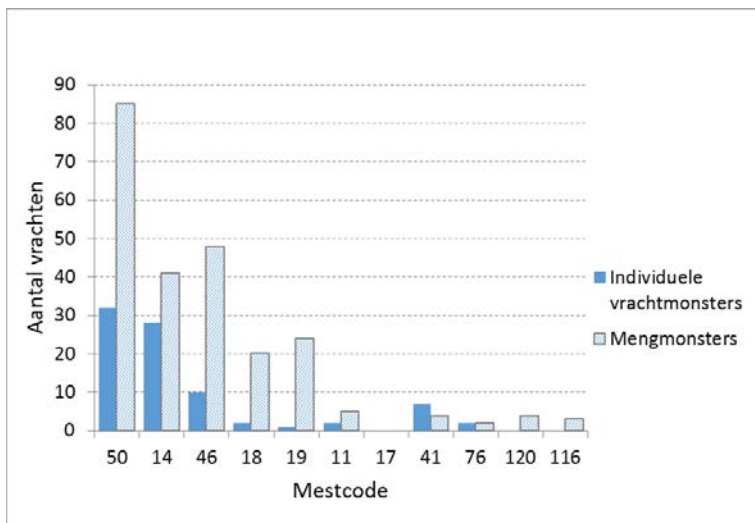
Tabel 4.2 vermeldt het aantal individuele vrachtmonsters, het aantal mengmonsters en het aantal vrachten per mengmonster verdeeld naar het aantal monsters waaruit het mengmonster is samengesteld. Het aantal monsters waarvan een lab-analyse beschikbaar is bedraagt 198 (84 + 114).

Figuur 4.1 toont de frequentieverdeling van de vrachten met een individueel lab-monster en de vrachten met een mengmonster over de mestsoorten.

Tabel 4.2 Aantal bemonsterde vrachten, aantal individueel geanalyseerde vrachten, aantal niet individueel geanalyseerde vrachten en verdeling van de mengmonsters naar aantal vrachten per mengmonster.

Aantal vrachten	Aantal individueel geanalyseerd	Aantal niet-individueel geanalyseerd	Aantal mengmonsters	Aantal vrachten per mengmonster*											
				2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
320	84	236	114	110	3	1	0	0	0	0	0	0	0	0	

* getal geeft aantal sub-monsters per mengmonster weer; er waren dus 110 vrachten met mengmonsters van twee monsters etc.



Figuur 4.1 Frequentieverdeling over mestsoorten van individueel geanalyseerde vrachten en van mengmonstervrachten

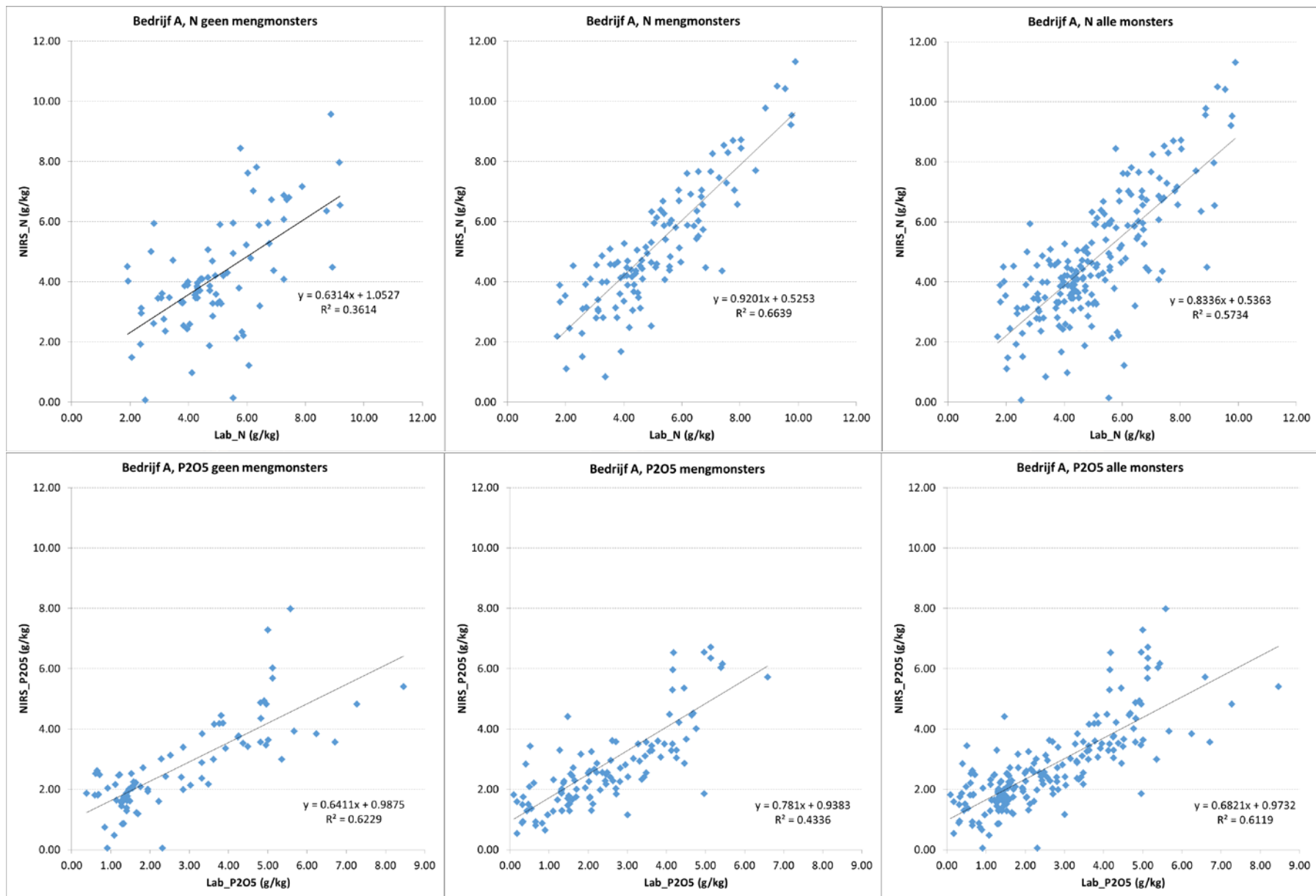
Systematisch verschil tussen NIRS en Lab

De NIRS- en Lab-analyses zijn vergeleken middels lineaire regressie (X/Y-analyse) op basis van de individuele monsters, op basis van de mengmonsters en op basis van alle monsters. Bedrijf A had 1 uitbijter voor N en 2 uitbijters voor P. Deze uitbijters zijn buiten de analyse gelaten.

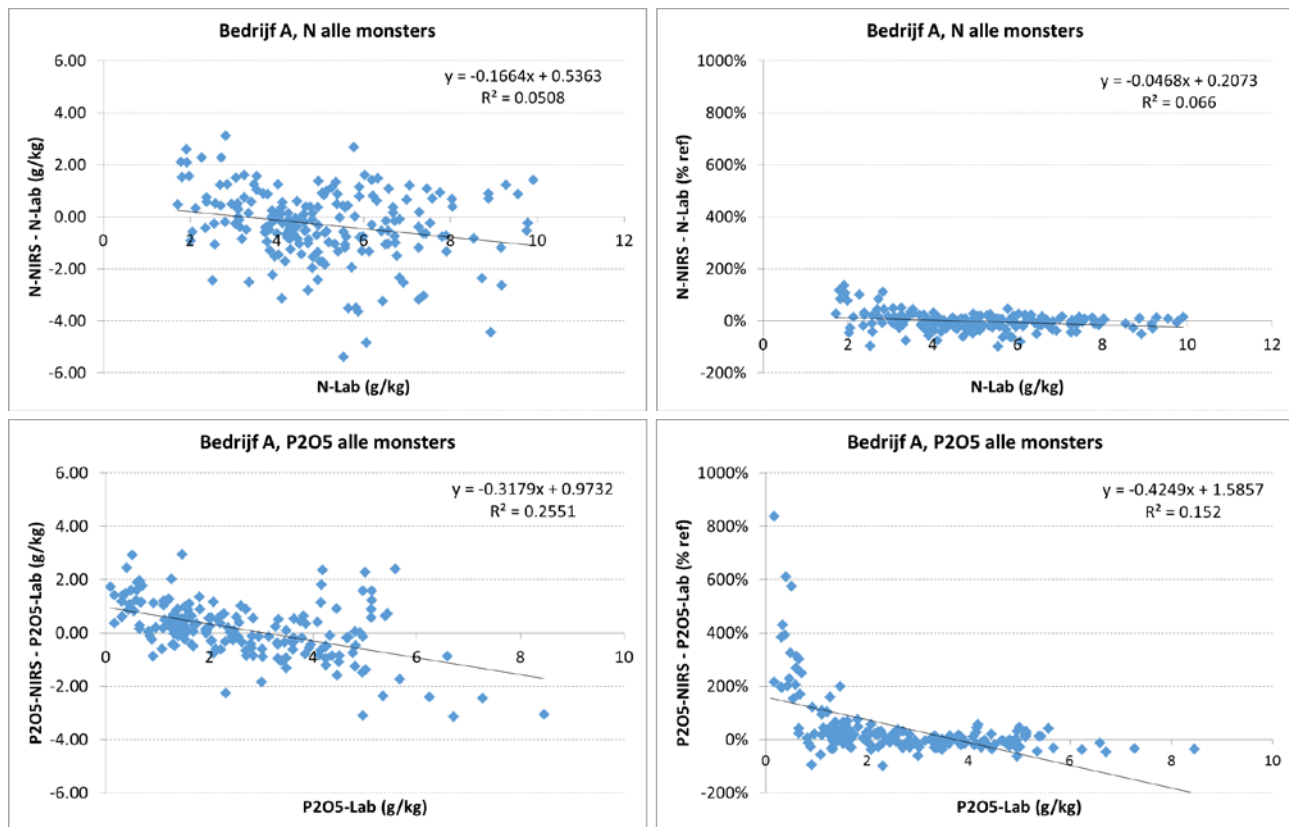
De vrachten met mengmonsters zijn als volgt behandeld. Per mengmonster is een gemiddelde NIRS-analyse berekend, waarbij rekening is gehouden met de monstergewichten (verkregen van RVO.nl) waarvan het mengmonster werd samengesteld. Er is een 'gewogen' gemiddelde NIRS-resultaat berekend door elke NIRS-analyse te vermenigvuldigen met het monstergewicht en vervolgens te delen door de som van de monstergewichten.

In Figuur 4.2 zijn de NIRS-analyses uitgezet tegen de lab-analyses voor stikstof en fosfaat. De figuur laat zien dat NIRS systematisch afweek van de lab-analyse en dat dit gold voor zowel de individueel geanalyseerde vrachten als de vrachten met mengmonsters en zowel voor stikstof als voor fosfaat; de regressiecoëfficiënten vielen buiten de range 0,95-1,05 en de intercepten weken voor 'alle monsters N' en 'enkelvoudige monsters N' significant af van nul ($P \leq 0,05$); voor de 'mengmonsters N' was dit niet het geval ($P = 0,12$); de intercepten voor P_2O_5 verschilden alle significant van 0 ($P < 0,001$).

In Figuur 4.3 is het absolute en het relatieve verschil tussen de NIRS-analyse en de lab-analyse (NIRS - Lab) uitgezet tegen de Lab-analyse voor stikstof en fosfaat. Deze figuur toont dat NIRS bij lage niveaus het stikstof- en fosfaatgehalte overschat en bij hoge niveaus onderschat. Dit geldt met name voor fosfaat. De figuur laat ook zien dat het relatieve verschil tussen NIRS- en Lab-analyse bij lage niveaus groter is dan bij hoge niveaus.



Figuur 4.2 Resultaten X/Y analyse voor stikstof (boven) en fosfaat (onder) voor individuele vrachtmonsters, voor mengmonsters en voor alle monsters.



Figuur 4.3 Absolute en relatieve verschillen tussen NIRS en Lab-analyse (NIRS - Lab) uitgezet tegen de lab-analyse voor stikstof (boven) en fosfaat (onder).

(Opm.: Bij één vracht was het relatieve verschil tussen NIRS en Lab voor fosfaat 1928%)

Nauwkeurigheid van NIRS

Tabel 4.3 vermeldt de berekende toevallige fout (1 x s.d. en 2 x s.d.) voor 4 ranges van het stikstofgehalte gemeten in het lab.

Tabel 4.3 Systematische en toevallige fout van NIRS voor 4 N-ranges gemeten in het lab.

Range N-gehalte (g/kg)	n ¹⁾	Gem. Lab (g/kg)	Gem. NIRS (g/kg)	Syst. fout ²⁾ (g/kg)	s.d. Lab ³⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁴⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁵⁾ (%)	2s.d. NIRS (%)
<= 4,0	58	3,03	3,31	0,28	0,227	1,178	38,5	77,1
> 4,0 <= 6,0	86	4,89	4,32	-0,57	0,366	1,199	26,0	52,0
> 6,0 <= 8,0	41	6,86	6,33	-0,53	0,515	1,330	21,3	42,5
> 8,0	14	9,04	8,61	-0,43	0,678	1,575	19,5	39,0

¹⁾ n is aantal lab-analyses

²⁾ Syst. fout is de systematische fout berekend als gem. NIRS – gem. Lab in de betreffende range

³⁾ s.d. Lab is de standaarddeviatie van het verschil tussen de Lab-waarde en de werkelijke waarde; deze is ingeschat op 7,5% van de Gem. Lab waarde (toevallige fout Lab)

⁴⁾ s.d. NIRS is de standaarddeviatie van het verschil tussen NIRS- en Lab-waarde (toevallige fout NIRS)

⁵⁾ de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

⁶⁾ 2x de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

Tabel 4.3 laat zien dat de toevallige fout van NIRS afneemt met toenemend stikstofgehalte. De relatieve fout van NIRS is in alle N-ranges groter dan de vereiste 15% voor 2 x s.d.

Tabel 4.4 vermeldt de berekende toevallige fout (1 x s.d. en 2 x s.d.) voor 4 ranges van het fosfaatgehalte gemeten in het lab.

Tabel 4.4 Systematische en toevallige fout van NIRS voor 4 P₂O₅-ranges gemeten in het lab.

Range P ₂ O ₅ -gehalte (g/kg)	n ¹⁾	Gem. Lab (g/kg)	Gem. NIRS (g/kg)	Syst. fout ²⁾ (g/kg)	s.d. Lab ³⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁴⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁵⁾ (%)	2s.d. NIRS (%)
<= 1,5	67	0,98	1,71	0.73	0,073	0,780	47,6	95,1
> 1,5 <= 3,0	61	2,10	2,26	0.16	0,158	0,615	25,5	51,1
> 3,0 <= 4,5	42	3,77	3,48	-0.29	0,283	0,802	22,6	45,3
> 4,5	29	5,39	4,90	-0.49	0,404	1,557	33,5	67,0

¹⁾ n is aantal lab-analyses

²⁾ Syst. fout is de systematische fout berekend als gem. NIRS – gem. Lab in de betreffende range

³⁾ s.d. Lab is de standaarddeviatie van het verschil tussen de Lab-waarde en de werkelijke waarde; deze is ingeschat op 7,5% van de Gem. Lab waarde (toevallige fout Lab)

⁴⁾ s.d. NIRS is de standaarddeviatie van het verschil tussen NIRS- en Lab-waarde (toevallige fout NIRS)

⁵⁾ de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

⁶⁾ 2x de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

Tabel 4.4 laat zien dat NIRS in alle P₂O₅-ranges niet voldoet aan de nauwkeurigheidseis van 15% voor 2 x s.d. In het lage concentratiegebied toont NIRS een grotere toevallige fout.

5 Resultaten Bedrijf B

Gerealiseerde vrachten

Bedrijf B heeft in de eerste helft van 2016 NIRS analyses uitgevoerd bij 310 vrachten drijfmest en deze binnen de gestelde termijn van 12 uur naar CDM gestuurd. Van RVO.nl zijn de lab-analyses van de betreffende vrachten ontvangen.

Tabel 5.1 toont de verdeling van de vrachten over de mestsoorten, waarbij tevens het vereiste aantal vrachten per mestsoort voor een betrouwbare statistische analyse is aangegeven. De tabel laat zien dat Bedrijf B voor een aantal mestsoorten niet voldoet aan de eis van het minimaal aantal vrachten.

Tabel 5.1 Verdeling van de gerealiseerde vrachten over mestsoorten

Mestsoort	Mestcode	Vereiste aantal	Gerealiseerde aantal
Vleesvarkens	50	100	93
Rundvee	14	50	134
Zeugen	46	50	37
Kalveren (wit)	18	20	0
Kalveren (rosé)	19	20	11
Overig		20	35
Waarvan:			
Dunne fractie rdm	11		
Bewerkte kalvergiel	17		
Dunne fractie vdm	41		23
Nertsen drijfmest	76		
Mineralenconcentraat	120		
Mengsel	116		6
Onbekend			6
		Totaal 260	310

Individuele vrachtmonsters en mengmonsters

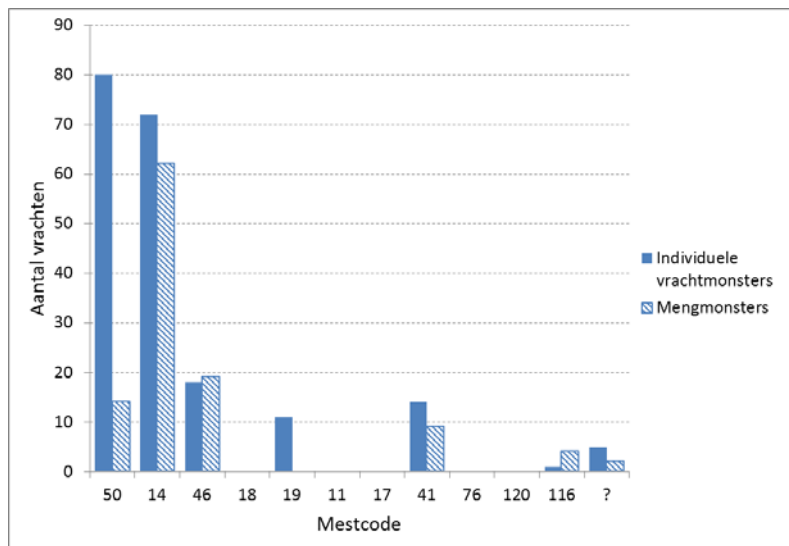
De laboratorium gegevens laten zien dat 200 vrachtmonsters individueel zijn geanalyseerd en dat bij 110 vrachten sprake is van een mengmonster.

Tabel 5.2 geeft een overzicht van het aantal individuele vrachtmonsters, het aantal mengmonster en het aantal vrachten per mengmonster. Het aantal monsters waarvan een lab-analyse beschikbaar is bedraagt 238 (200 individuele monsters + 38 mengmonsters).

Tabel 5.2 Aantal bemonsterde vrachten, aantal individueel geanalyseerde vrachten, aantal niet individueel geanalyseerde vrachten en verdeling van de mengmonsters naar aantal vrachten per mengmonster

Aantal vrachten	Aantal individueel geanalyseerd	Aantal niet-individueel geanalyseerd	Aantal mengmonsters	Aantal vrachten per mengmonster											
				2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	
310	200	110	38	25	5	2	3	1	0	2	0	0	0	0	

Figuur 5.1 toont de frequentieverdeling over de mestsoorten van de vrachten met een individueel lab-monster en de vrachten met een mengmonster.



Figuur 5.1 Frequentieverdeling over mestsoorten van individueel geanalyseerde vrachten en van mengmonstervrachten

De individueel geanalyseerde vrachten betreffen grotendeels vleesvarkens- en rundveedrijfmest in ongeveer even grote aantallen. De vrachten waarbij sprake is van mengmonsters betreffen overwegend rundveedrijfmest.

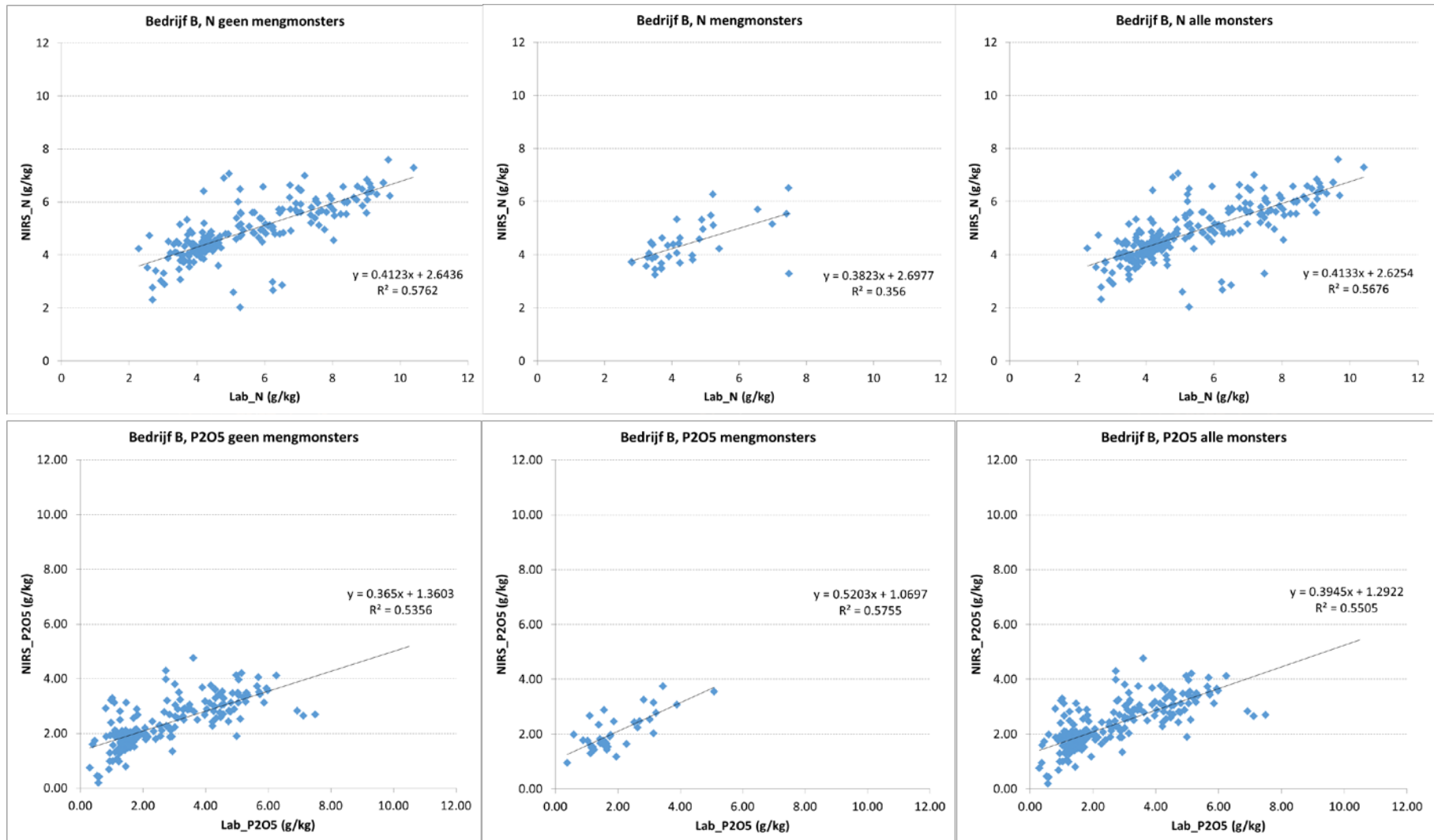
Systematisch verschil tussen NIRS en Lab

De NIRS-methode en Lab-methode zijn vergeleken middels lineaire regressie (X/Y-analyse) op basis van de individuele monsters, op basis van de mengmonsters en op basis van alle monsters. Eén uitbijter (voor P_2O_5) is buiten de analyse gelaten.

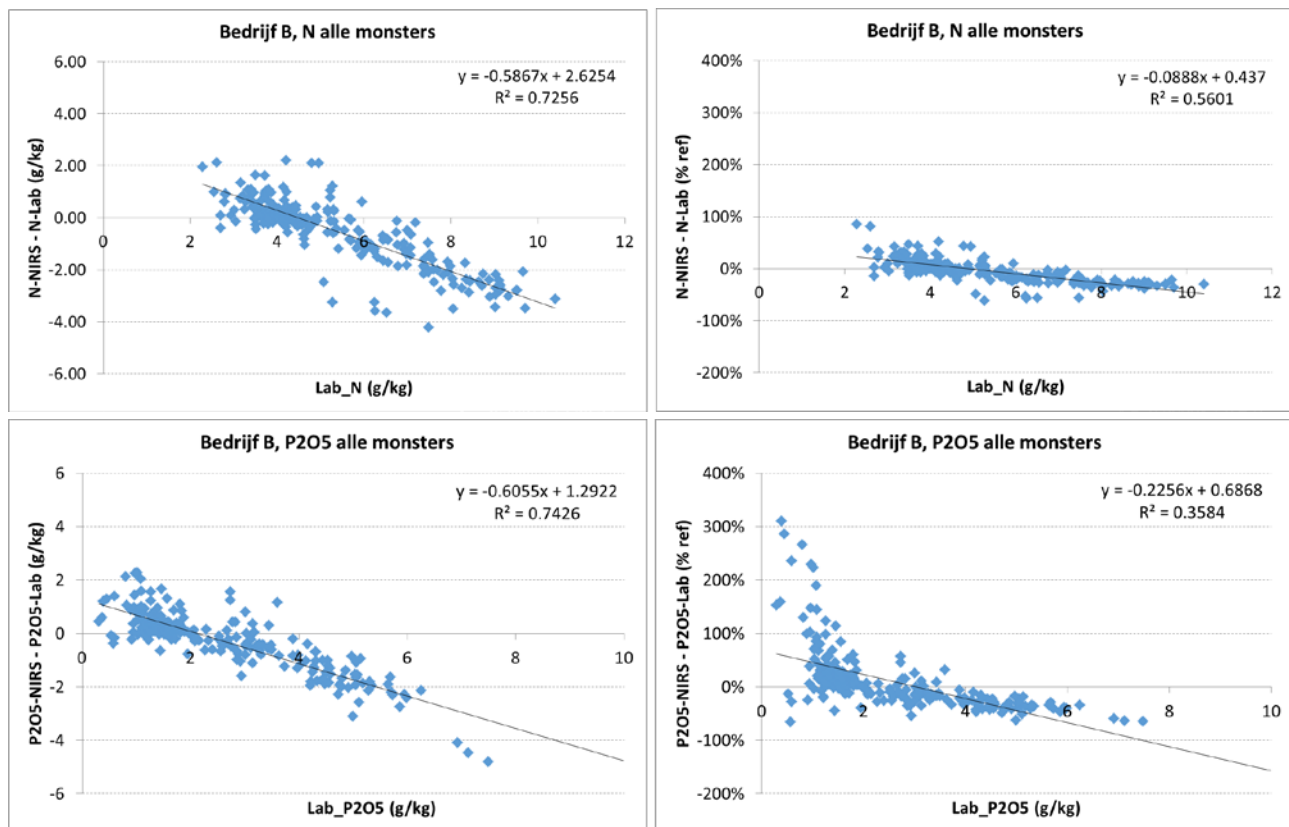
De vrachten met mengmonsters zijn als volgt behandeld. Per mengmonster is een gemiddelde NIRS analyse berekend waarbij rekening is gehouden met de monstergewichten waarvan het mengmonster werd samengesteld; er is een 'gewogen' gemiddelde NIRS-resultaat berekend door elke NIRS-analyse te vermenigvuldigen met het monstergewicht en vervolgens te delen door de som van de monstergewichten.

In Figuur 5.2 zijn de NIRS-analyses uitgezet tegen de lab-analyses voor stikstof en fosfaat. De figuur laat zien dat NIRS systematisch afweek van de lab-analyse en dat dit zowel gold voor de individueel geanalyseerde vrachten als voor de vrachten met mengmonsters en zowel voor stikstof als voor fosfaat; de regressiecoëfficiënten vielen buiten de range 0,95-1,05 en de intercepten weken significant af van nul ($P < 0,001$).

In Figuur 5.3 is het absolute en relatieve verschil tussen de NIRS-analyse en de lab-analyse (NIRS - Lab) uitgezet tegen de lab-analyse voor stikstof en fosfaat. Deze figuur toont dat NIRS bij lage niveaus het stikstof- en fosfaatgehalte overschat en bij hoge niveaus onderschat. Dit geldt met name voor fosfaat. De figuur laat ook zien dat het relatieve verschil tussen NIRS en Lab bij lage niveaus groter is dan bij hoge niveaus.



Figuur 5.2 Resultaten X/Y analyse voor stikstof (boven) en fosfaat (onder) voor individuele vrachtmonsters, voor mengmonsters en voor alle monsters.



Figuur 5.3 Absolute en relatieve verschillen tussen NIRS-analyse en Lab-analyse (NIRS - Lab) uitgezet tegen de lab-analyse voor stikstof (boven) en fosfaat (onder).

Nauwkeurigheid van NIRS

Tabel 5.3 vermeldt de berekende toevallige fout (1 x s.d. en 2 x s.d.) voor 4 ranges van het stikstofgehalte gemeten in het lab.

Tabel 5.3 Systematische en toevallige fout van NIRS voor 4 N-ranges gemeten in het lab.

Range N-gehalte (g/kg)	n ¹⁾	Gem. Lab (g/kg)	Gem. NIRS (g/kg)	Syst. fout ²⁾ (g/kg)	s.d. Lab ³⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁴⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁵⁾ (%)	2s.d. NIRS (%)
<= 4,0	68	3,48	3,99	0.51	0,261	0,477	11,7	23,5
> 4,0 <= 6,0	92	4,72	4,70	-0.02	0,354	0,673	14,7	29,4
> 6,0 <= 8,0	48	6,98	5,42	-1.56	0,524	0,701	12,7	25,5
> 8,0	28	8,89	6,23	-2.66	0,666	*	*	*

¹⁾ n is aantal lab-analyses

²⁾ Syst. fout is de systematische fout berekend als gem. NIRS – gem. Lab in de betreffende range

³⁾ s.d. Lab is de standaarddeviatie van het verschil tussen de Lab-waarde en de werkelijke waarde; deze is ingeschat op 7,5% van de Gem. Lab waarde (toevallige fout Lab)

⁴⁾ s.d. NIRS is de standaarddeviatie van het verschil tussen NIRS- en Lab-waarde (toevallige fout NIRS)

⁵⁾ de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

⁶⁾ 2x de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

Tabel 5.3 laat zien dat NIRS in het gebied met de hoogste stikstofconcentraties voldoet aan de vereiste nauwkeurigheid voor de toevallige fout. In de lagere concentratiegebieden is de toevallige fout groter dan 15% voor 2 x s.d.

Tabel 5.4 vermeldt de berekende toevallige fout (1 x s.d. en 2 x s.d.) voor 4 ranges van het fosfaatgehalte gemeten in het lab.

Tabel 5.4 Systematische en toevallige fout van NIRS voor 4 P₂O₅-ranges gemeten in het lab.

Range P ₂ O ₅ -gehalte (g/kg)	n ¹⁾	Gem. Lab (g/kg)	Gem. NIRS (g/kg)	Syst. fout ²⁾ (g/kg)	s.d. Lab ³⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁴⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁵⁾ (%)	2s.d. NIRS (%)
<= 1,5	76	1,15	1,69	0.54	0,086	0,607	34,8	69,6
> 1,5 <= 3,0	79	2,01	2,05	0.04	0,151	0,482	23,1	46,3
> 3,0 <= 4,5	44	3,70	2,99	-0.71	0,278	0,630	22,9	45,8
> 4,5	37	5,30	3,27	-2.03	0,398	0,801	23,7	47,3

¹⁾ n is aantal lab-analyses

²⁾ Syst. fout is de systematische fout berekend als gem. NIRS – gem. Lab in de betreffende range

³⁾ s.d. Lab is de standaarddeviatie van het verschil tussen de Lab-waarde en de werkelijke waarde; deze is ingeschat op 7,5% van de Gem. Lab waarde (toevallige fout Lab)

⁴⁾ s.d. NIRS is de standaarddeviatie van het verschil tussen NIRS- en Lab-waarde (toevallige fout NIRS)

⁵⁾ de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

⁶⁾ 2x de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

Tabel 5.4 laat zien dat NIRS in alle P₂O₅-ranges niet voldoet aan de nauwkeurigheidseis voor de toevallige fout van 15% voor 2 x s.d.

6 Resultaten Bedrijf C

Gerealiseerde vrachten

Bedrijf C heeft in de eerste helft van 2016 NIRS-analyses uitgevoerd bij 335 vrachten drijfmest en deze binnen de gestelde termijn van 12 uur naar CDM gestuurd. Van RVO zijn de lab-analyses van de betreffende vrachten ontvangen.

Tabel 6.1 toont de verdeling van de vrachten over de mestsoorten, waarbij tevens het vereiste aantal vrachten per mestsoort voor een betrouwbare statistische analyse is aangegeven. Bedrijf C voldoet aan de eis van het minimale aantal vrachten per mestsoort.

Tabel 6.1 Verdeling van het aantal vrachten over de verschillende mestsoorten waarbij NIRS analyses zijn uitgevoerd

Mestsoort	Mestcode	Vereiste aantal	Gerealiseerde aantal
Vleesvarkens	50	100	127
Rundvee	14	50	97
Zeugen	46	50	51
Kalveren (wit)	18	20	20
Kalveren (rose)	19	20	20
Overig		20	20
Waarvan:			
Dunne fractie rdm	11		
Bewerkte kalvergier	17		
Dunne fractie vdm	41		
Nertsen drijfmest	76		
Mineralenconcentraat	120		
Mengsel	116		20
Onbekend			
		Totaal 260	335

Individuele vrachtmonsters en mengmonsters

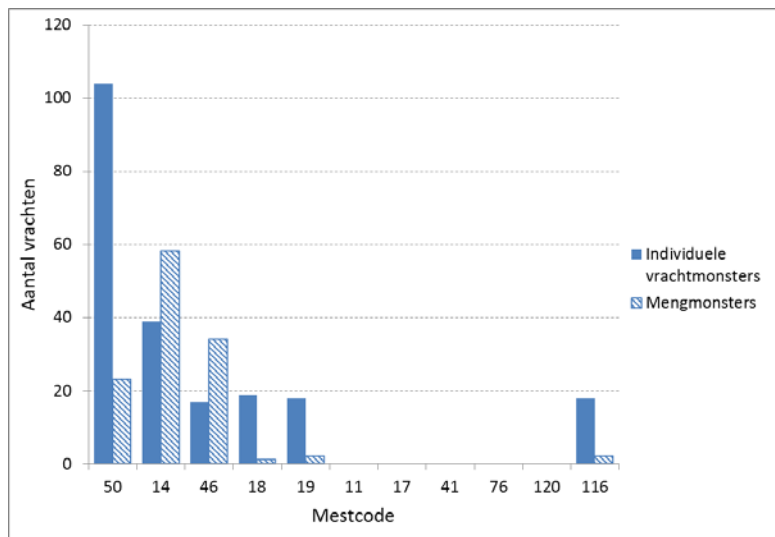
De laboratorium gegevens laten zien dat 236 vrachtmonsters individueel zijn geanalyseerd en dat bij 99 vrachten sprake is van een mengmonster.

Tabel 6.2 geeft een overzicht van het aantal individuele vrachtmonsters, het aantal mengmonsters en het aantal vrachten per mengmonster. Het aantal monsters waarvan een lab-analyse beschikbaar is bedraagt 263 (236 individuele monsters + 27 mengmonsters).

Figuur 6.1 toont de frequentieverdeling over de mestsoorten van de vrachten met een individueel lab-monster en de vrachten met een mengmonster.

Tabel 6.2 Aantal bemonsterde vrachten, aantal individueel geanalyseerde vrachten, aantal niet individueel geanalyseerde vrachten en verdeling van de mengmonsters naar aantal vrachten per mengmonster

Aantal vrachten	Aantal individueel geanalyseerd	Aantal niet-individueel geanalyseerd	Aantal mengmonsters	Aantal vrachten per mengmonster										
				2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
335	236	99	27	15	5	0	3	1	2	0	0	0	1	0



Figuur 6.1 Frequentieverdeling over mestsoorten van individueel geanalyseerde vrachten en van mengmonstervrachten

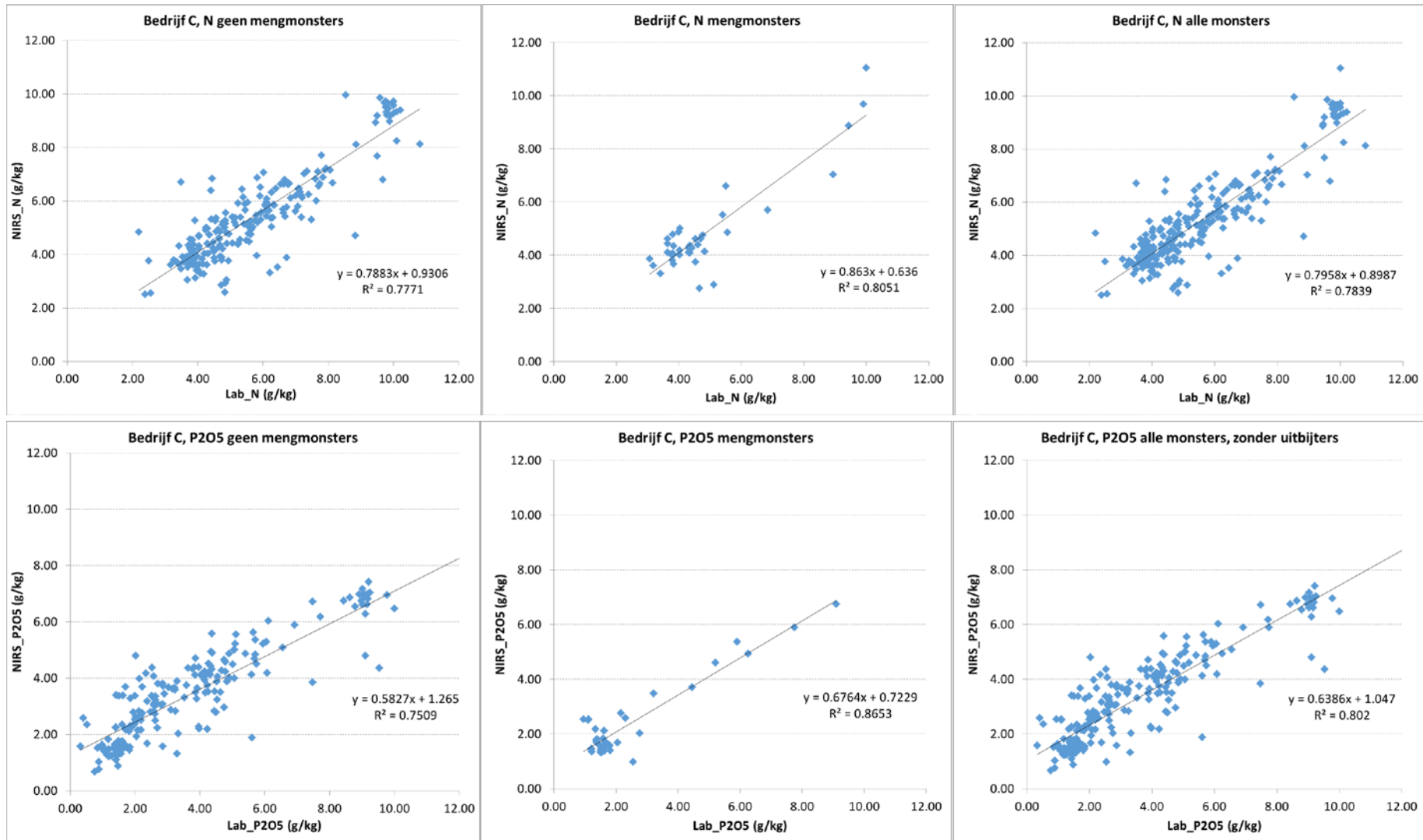
Systematisch verschil tussen NIRS en Lab

De NIRS-methode en de Lab-methode zijn vergeleken middels lineaire regressie (X/Y-analyse) op basis van de individuele monsters, op basis van de mengmonsters en op basis van alle monsters. Bedrijf C had 0 uitbijters voor N en 1 uitbijter voor P₂O₅. Deze uitbijter is buiten de analyse gelaten.

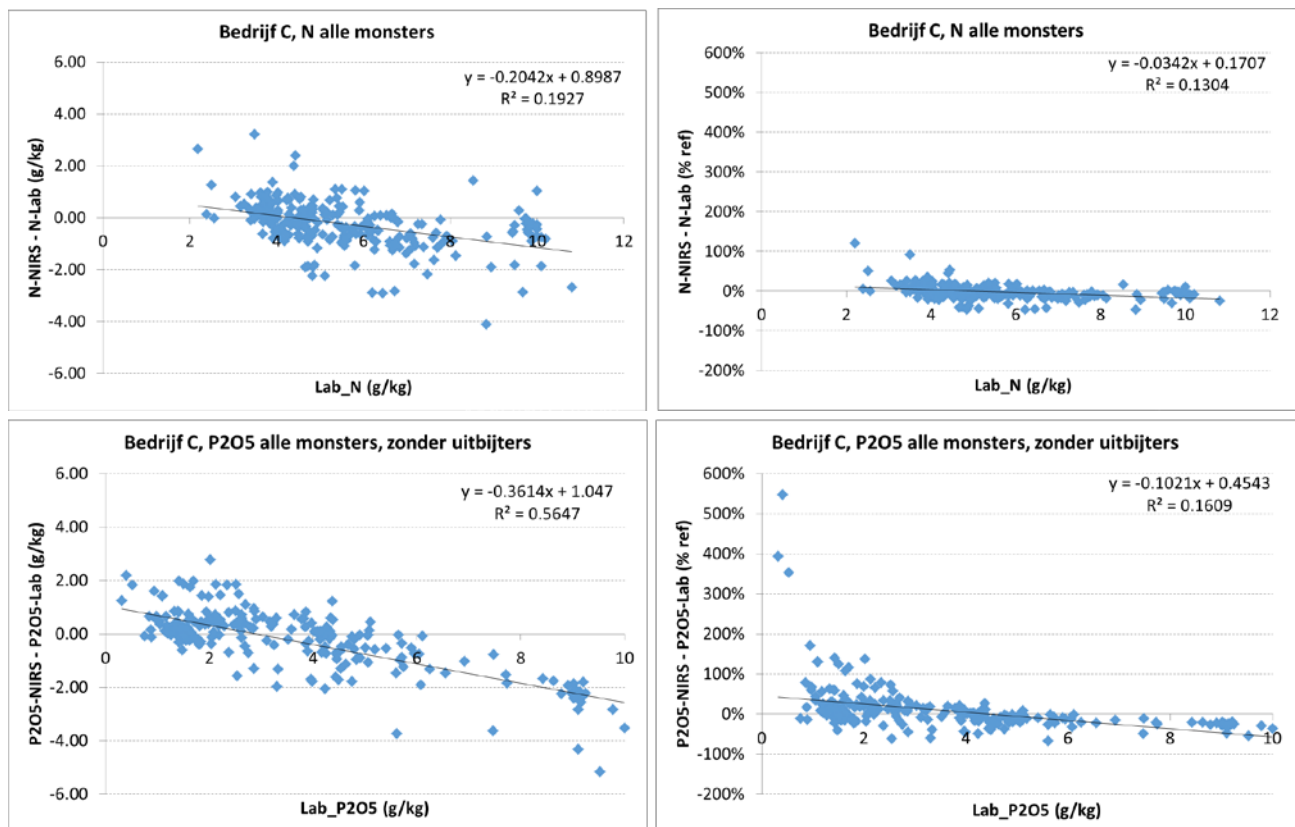
De vrachten met mengmonsters zijn als volgt behandeld. Per mengmonster is een gemiddelde NIRS analyse berekend waarbij rekening is gehouden met de monstergewichten waarvan het mengmonster werd samengesteld; er is een 'gewogen' gemiddelde NIRS-resultaat berekend door elke NIRS-analyse te vermenigvuldigen met het monstergewicht en vervolgens te delen door de som van de monstergewichten.

In Figuur 6.2 zijn de NIRS-analyses uitgezet tegen de lab-analyses voor stikstof en fosfaat. De figuur laat zien dat NIRS systematisch afweek van de lab-analyse en dat dit zowel gold voor de individueel geanalyseerde vrachten als voor de vrachten met mengmonsters en zowel voor stikstof als voor fosfaat; de regressiecoëfficiënten vielen buiten de range 0,95-1,05 en de intercepten van alle regressielijnen voor N en P₂O₅ weken significant af van nul, behalve voor 'mengmonsters N' (P=0,08).

In Figuur 6.3 is het absolute en relatieve verschil tussen NIRS en de lab-analyse (NIRS - Lab) uitgezet tegen de lab-analyse voor stikstof en fosfaat. De figuur toont dat NIRS bij lage niveaus het stikstof- en fosfaatgehalte overschat en bij hoge niveaus onderschat. De figuur laat ook zien dat het relatieve verschil (in %) tussen NIRS en Lab-analyse bij lage niveaus groter is dan bij hoge niveaus, met name voor fosfaat.



Figuur 6.2 Resultaten X/Y analyse voor stikstof (boven) en fosfaat (onder) voor individuele vrachtmonsters, voor mengmonsters en voor alle monsters.



Figuur 6.3 Absolute en relatieve verschillen tussen NIRS en Lab-analyse (NIRS - Lab) uitgezet tegen de lab-analyse voor stikstof (boven) en fosfaat (onder).

Nauwkeurigheid van NIRS

Tabel 6.3 vermeldt de berekende toevallige fout (1 x s.d. en 2 x s.d.) voor 4 ranges van het stikstofgehalte gemeten in het lab.

Tabel 6.3 Systematische en toevallige fout van NIRS voor 4 N-ranges gemeten in het lab.

Range N-gehalte (g/kg)	n ¹⁾	Gem. Lab (g/kg)	Gem. NIRS (g/kg)	Syst. fout ²⁾ (g/kg)	s.d. Lab ³⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁴⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁵⁾ (%)	2s.d. NIRS (%)
<= 4,0	54	3,59	3,96	0.37	0,269	0,619	16,5	33,0
> 4,0 <= 6,0	112	4,84	4,69	-0.15	0,363	0,689	14,5	29,0
> 6,0 <= 8,0	55	6,83	6,09	-0.74	0,512	0,567	9,0	17,9
> 8,0	31	9,60	8,84	-0.76	0,720	0,827	9,7	19,4

¹⁾ n is aantal lab-analyses

²⁾ Syst. fout is de systematische fout berekend als gem. NIRS – gem. Lab in de betreffende range

³⁾ s.d. Lab is de standaarddeviatie van het verschil tussen de Lab-waarde en de werkelijke waarde; deze is ingeschat op 7,5% van de Gem. Lab waarde (toevallige fout Lab)

⁴⁾ s.d. NIRS is de standaarddeviatie van het verschil tussen NIRS- en Lab-waarde (toevallige fout NIRS)

⁵⁾ de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

⁶⁾ 2x de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

Tabel 6.3 laat zien dat NIRS in alle vier ranges van stikstofgehalten niet voldoet aan de vereiste nauwkeurigheid voor de toevallige fout van 15% voor 2x s.d. In de lagere concentratiegebieden is de toevallige fout groter dan in de hogere concentratiegebieden.

Tabel 6.4 vermeldt de berekende toevallige fout (1 x s.d. en 2 x s.d.) voor 4 ranges van het fosfaatgehalte gemeten in het lab.

Tabel 6.4 Systematische en toevallige fout van NIRS voor 4 P₂O₅-ranges gemeten in het lab.

Range P ₂ O ₅ -gehalte (g/kg)	n ¹⁾	Gem. Lab (g/kg)	Gem. NIRS (g/kg)	Syst. fout ²⁾ (g/kg)	s.d. Lab ³⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁴⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁵⁾ (%)	2s.d. NIRS (%)
<= 1,5	51	1,22	1,62	0.40	0,091	0,593	32,5	65,0
> 1,5 <= 3,0	92	2,05	2,40	0.35	0,154	0,684	29,0	58,1
> 3,0 <= 4,5	48	3,92	3,74	-0.18	0,294	0,727	20,5	40,9
> 4,5	61	6,75	5,31	-1.44	0,506	1,040	19,4	38,8

¹⁾ n is aantal lab-analyses

²⁾ Syst. fout is de systematische fout berekend als gem. NIRS – gem. Lab in de betreffende range

³⁾ s.d. Lab is de standaarddeviatie van het verschil tussen de Lab-waarde en de werkelijke waarde; deze is ingeschat op 7,5% van de Gem. Lab waarde (toevallige fout Lab)

⁴⁾ s.d. NIRS is de standaarddeviatie van het verschil tussen NIRS- en Lab-waarde (toevallige fout NIRS)

⁵⁾ de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

⁶⁾ 2x de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

Tabel 6.4 laat zien dat NIRS in alle P₂O₅-ranges niet voldoet aan de nauwkeurigheidseis voor de toevallige fout van 15% voor 2x s.d. De toevallige fout van NIRS neemt af naarmate het fosfaatgehalte hoger is.

Effect van ijklijnaanpassingen

Bedrijf C heeft aangegeven dat het op 2 momenten de ijklijn heeft aangepast op basis van de resultaten die tot dan toe zijn verkregen uit de pilot. Op basis van dit zogenoemde 'leereffect' verwacht dit bedrijf dat de nauwkeurigheid belangrijk is toegenomen. Om dit effect te laten zien zijn de berekeningen die uitgevoerd zijn voor invulling van tabel 6.3 en tabel 6.4 uitgevoerd voor 3 perioden:

- Periode 1: voor de 1^e aanpassing; vrachten t/m 31 mei 2016
- Periode 2: na de 1^e aanpassing, maar voor de 2^e aanpassing; vrachten van 1 t/m 30 juni 2016
- Periode 3: na de 2^e aanpassing; vrachten vanaf 1 juli 2016

In tabel 6.5 worden de resultaten weergegeven voor de 3 perioden voor N. Hieruit blijkt dat de fout in de 2^e periode beduidend lager is dan in de 1^e periode en lijkt er dus een duidelijk leereffect te zijn opgetreden. Voor elke range in N-gehalten ligt de 2 s.d. onder de vereiste maximum van 15%. Voor de 3^e periode lijkt de fout weer enigszins toe te nemen. Hier ligt bij 3 van de 4 ranges in N-gehalten de 2 s.d. boven de vereiste maximum van 15%. De toename van de fout in de 3^e periode kan samenhangen met de mestsoorten die zijn bemonsterd. In perioden 1 en 2 zijn vooral vleesvarkensmest, rundveemest en in wat mindere mate zeugenmest bemonsterd, terwijl in periode 3 ook een aantal monsters zijn genomen van kalvergiervier en gemengde mest van pluimveemest (mestband en drijfmest) en vleesvarkensmest.

In tabel 6.6 worden de resultaten weergegeven voor de 3 perioden voor P₂O₅. Hieruit blijkt dat de fout voor de hogere P₂O₅-gehalten lijkt af te nemen in perioden 2 en 3 ten opzichte van periode 1. Voor de lagere P₂O₅-gehalten is dat niet of nauwelijks het geval. In perioden 2 en 3 blijft de 2 s.d. in vrijwel alle gevallen (op één na) hoger dan de vereiste maximum van 15%.

Tabel 6.5 Systematische en toevallige fout van NIRS voor 4 N-ranges gemeten in het lab en voor 3 verschillende meetperioden.

Range N-gehalte (g/kg)	n ¹⁾	Gem. Lab (g/kg)	Gem. NIRS (g/kg)	Syst. fout ²⁾ (g/kg)	s.d. Lab ³⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁴⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁵⁾ (%)	2s.d. NIRS (%)
Periode 1								
<= 4,0	13	3,23	3,96	0,73	0,242	0,736	21,2	42,4
> 4,0 <= 6,0	26	4,65	4,20	-0,45	0,349	1,216	26,4	52,9
> 6,0 <= 8,0	14	7,02	5,66	-1,36	0,526	0,772	11,9	23,8
> 8,0	6	9,62	7,57	-2,05	0,722	1,574	18,4	36,8
Periode 2								
<= 4,0	23	3,77	3,91	0,14	0,283	0,276	7,1	14,1
> 4,0 <= 6,0	59	4,92	4,79	-0,13	0,369	0,355	7,4	14,7
> 6,0 <= 8,0	25	6,68	6,02	-0,66	0,501	0	0	0
> 8,0	3	9,20	8,12	-1,08	0,69	0,053	0,6	1,3
Periode 3								
<= 4,0	18	3,61	4,02	0,41	0,271	0,743	19,7	39,4
> 4,0 <= 6,0	27	4,83	4,93	0,10	0,362	0,420	8,9	17,7
> 6,0 <= 8,0	16	6,89	6,56	-0,33	0,517	0,543	8,5	17,0
> 8,0	22	9,65	9,28	-0,37	0,724	0	0	0

¹⁾ n is aantal lab-analyses

²⁾ Syst. fout is de systematische fout berekend als gem. NIRS – gem. Lab in de betreffende range

³⁾ s.d. Lab is de standaarddeviatie van het verschil tussen de Lab-waarde en de werkelijke waarde; deze is ingeschat op 7,5% van de Gem. Lab waarde (toevallige fout Lab)

⁴⁾ s.d. NIRS is de standaarddeviatie van het verschil tussen NIRS- en Lab-waarde (toevallige fout NIRS)

⁵⁾ de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

⁶⁾ 2x de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

Tabel 6.6 Systematische en toevallige fout van NIRS voor 4 P₂O₅-ranges gemeten in het lab en voor 3 verschillende meetperioden.

Range P ₂ O ₅ -gehalte (g/kg)	n ¹⁾	Gem. Lab (g/kg)	Gem. NIRS (g/kg)	Syst. fout ²⁾ (g/kg)	s.d. Lab ³⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁴⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁵⁾ (%)	2s.d. NIRS (%)
Periode 1								
<= 1,5	18	1,14	1,76	0,621	0,086	0,685	38,5	77
> 1,5 <= 3,0	17	1,78	1,65	-0,130	0,133	0,535	24,5	49
> 3,0 <= 4,5	9	4,00	3,27	-0,726	0,300	1,079	29,9	60
> 4,5	14	7,06	5,24	-1,817	0,529	2,396	43,1	86
Periode 2								
<= 1,5	21	1,28	1,62	0,344	0,096	0,572	30,7	61
> 1,5 <= 3,0	40	2,01	2,54	0,526	0,151	0,766	32,9	66
> 3,0 <= 4,5	29	4,00	3,87	-0,133	0,300	0,636	17,7	35
> 4,5	20	5,25	4,29	-0,956	0,394	0,552	12,5	25
Periode 3								
<= 1,5	12	1,22	1,42	0,195	0,091	0,391	21,4	43
> 1,5 <= 3,0	33	2,18	2,59	0,408	0,164	0,532	21,8	44
> 3,0 <= 4,5	10	3,64	3,78	0,144	0,273	0,233	6,9	14
> 4,5	27	7,99	6,11	-1,884	0,599	1,118	18,2	36

¹⁾ n is aantal lab-analyses

²⁾ Syst. fout is de systematische fout berekend als gem. NIRS – gem. Lab in de betreffende range

³⁾ s.d. Lab is de standaarddeviatie van het verschil tussen de Lab-waarde en de werkelijke waarde; deze is ingeschat op 7,5% van de Gem. Lab waarde (toevallige fout Lab)

⁴⁾ s.d. NIRS is de standaarddeviatie van het verschil tussen NIRS- en Lab-waarde (toevallige fout NIRS)

⁵⁾ de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

⁶⁾ 2x de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

7 Resultaten Bedrijf D

Gerealiseerde vrachten en lab-analyses

Bedrijf D heeft in eerste helft 2016 NIRS-analyses uitgevoerd bij 301 vrachten drijfmest en deze binnen de gestelde termijn van 12 uur naar CDM gestuurd. Van 250 vrachten zijn van RVO lab-analyses ontvangen. Van de resterende 51 vrachten zijn geen lab-analyses ontvangen omdat van deze vrachten geen VDM is opgeemaakt en dus geen gegevens naar RVO.nl zijn gestuurd; deze vrachten zijn daarom niet meegenomen bij de verdere gegevensverwerking.

Tabel 7.1 toont de verdeling over de mestsoorten van alle vrachten waarvan een NIRS-analyse beschikbaar is en van de vrachten waarvan een NIRS-analyse en een lab-analyse beschikbaar zijn. Tevens is het voor een betrouwbare statistische analyse vereiste aantal vrachten per mestsoort is aangegeven. Bedrijf D voldoet niet voor alle mestsoorten aan de eis van het minimaal aantal vrachten.

Tabel 7.1 Frequentieverdeling van de vrachten over mestsoorten

Mestsoort	Mestcode	Vereiste aantal	Aantal vrachten met NIRS-analyse	Aantal vrachten met NIRS-analyse en lab-analyse
Vleesvarkens	50	100	117	107
Rundvee	14	50	53	41
Zeugen	46	50	67	44
Kalveren (wit)	18	20	20	18
Kalveren (rose)	19	20	24	20
Overig		20	20	20
Waarvan:				
Dunne fractie rdm	11			
Bewerkte kalvergier	17		3	3
Dunne fractie vdm	41			
Nertsen drijfmest	76		11	11
Mineralenconcentraat	120		2	2
Mengsel	116		4	4
Onbekend				
		Totaal 260	301	250

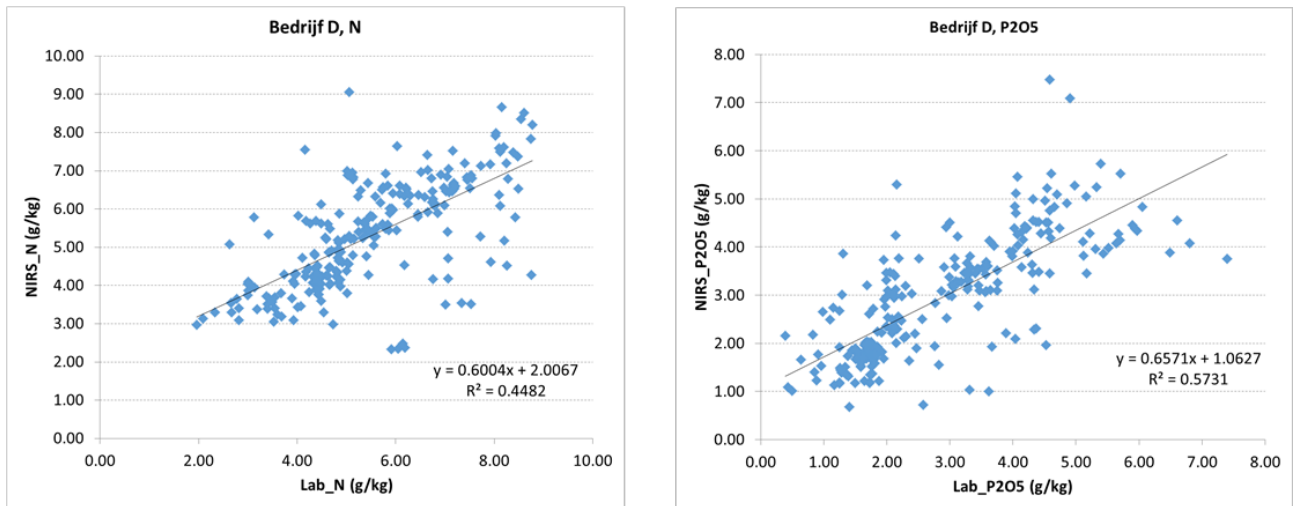
Systematisch verschil tussen NIRS en Lab

De NIRS-methode en de Lab-methode zijn vergeleken middels lineaire regressie (X/Y-analyse) op basis van alle vrachtmonsters.

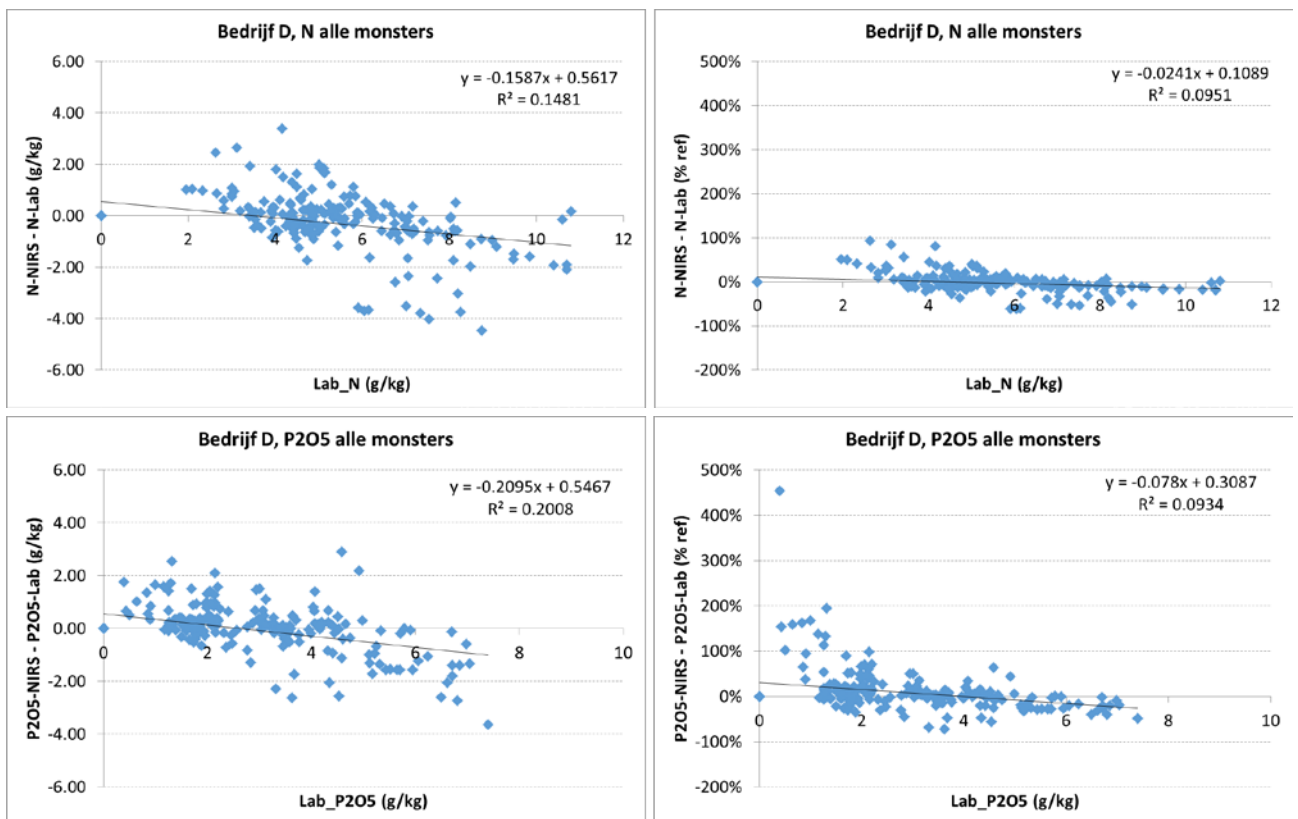
In Figuur 7.1 zijn de NIRS-analyses uitgezet tegen de lab-analyses voor stikstof en fosfaat.

De figuur laat zien dat NIRS systematisch afweek van de lab-analyse en dat dit gold voor zowel stikstof als fosfaat; de regressiecoëfficiënten vielen buiten de range 0,95-1,05 en de intercepten (snijpunten met de X-as) weken significant af van nul ($P < 0,001$).

In Figuur 7.2 is het absolute en relatieve verschil tussen NIRS en de lab-analyse (NIRS - Lab) uitgezet tegen de lab-analyse voor stikstof en fosfaat. De figuur toont dat NIRS bij lage niveaus het stikstof- en fosfaatgehalte overschat en bij hoge niveaus onderschat. Voor fosfaat geldt dat het relatieve verschil tussen NIRS en Lab bij lage niveaus groter is dan bij hoge niveaus.



Figuur 7.1 Resultaten X/Y analyse voor stikstof en fosfaat voor individuele vrachtmonsters, voor mengmonsters en voor alle monsters.



Figuur 7.2 Absolute en relatieve verschillen tussen NIRS en Lab-analyse (NIRS - Lab) uitgezet tegen de lab-analyse voor stikstof (boven) en fosfaat (onder).

Nauwkeurigheid van NIRS

Tabel 7.2 vermeldt de berekende toevallige fout (1 x s.d. en 2 x s.d.) voor 4 ranges van het stikstofgehalte gemeten in het lab.

Tabel 7.2 Systematische en toevallige fout van NIRS voor 4 N-ranges gemeten in het lab.

Range N-gehalte (g/kg)	n ¹⁾	Gem. Lab (g/kg)	Gem. NIRS (g/kg)	Syst. fout ²⁾ (g/kg)	s.d. Lab ³⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁴⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁵⁾ (%)	2s.d. NIRS (%)
<= 4,0	36	3,24	3,77	0.53	0,243	0,705	17,8	35,7
> 4,0 <= 6,0	122	4,95	5,10	0.15	0,371	0,840	16,9	33,7
> 6,0 <= 8,0	60	6,87	5,99	-0.88	0,515	1,177	19,2	38,4
> 8,0	21	8,33	7,04	-1.29	0,625	1,135	16,2	32,4

¹⁾ n is aantal lab-analyses

²⁾ Syst. fout is de systematische fout berekend als gem. NIRS – gem. Lab in de betreffende range

³⁾ s.d. Lab is de standaarddeviatie van het verschil tussen de Lab-waarde en de werkelijke waarde; deze is ingeschat op 7,5% van de Gem. Lab waarde (toevallige fout Lab)

⁴⁾ s.d. NIRS is de standaarddeviatie van het verschil tussen NIRS- en Lab-waarde (toevallige fout NIRS)

⁵⁾ de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

⁶⁾ 2x de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

Tabel 7.2 laat zien dat NIRS in alle vier ranges van stikstofgehalten niet voldoet aan de vereiste nauwkeurigheid voor de toevallige fout van 15% voor 2 x s.d.

Tabel 7.3 vermeldt de berekende toevallige fout (1 x s.d. en 2 x s.d.) voor 4 ranges van het fosfaatgehalte gemeten in het lab.

Tabel 7.3 Systematische en toevallige fout van NIRS voor 4 P₂O₅-ranges gemeten in het lab.

Range P ₂ O ₅ -gehalte (g/kg)	n ¹⁾	Gem. Lab (g/kg)	Gem. NIRS (g/kg)	Syst. fout ²⁾ (g/kg)	s.d. Lab ³⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁴⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁵⁾ (%)	2s.d. NIRS (%)
<= 1,5	30	1.11	1,76	0.65	0,084	0,734	40,9	81,8
> 1,5 <= 3,0	98	2.01	2,32	0.31	0,151	0,689	28,9	57,9
> 3,0 <= 4,5	72	3.72	3,58	-0.14	0,279	0,751	21,4	42,8
> 4,5	39	5.27	4,57	-0.70	0,396	1,242	27,4	54,8

¹⁾ n is aantal lab-analyses

²⁾ Syst. fout is de systematische fout berekend als gem. NIRS – gem. Lab in de betreffende range

³⁾ s.d. Lab is de standaarddeviatie van het verschil tussen de Lab-waarde en de werkelijke waarde; deze is ingeschat op 7,5% van de Gem. Lab waarde (toevallige fout Lab)

⁴⁾ s.d. NIRS is de standaarddeviatie van het verschil tussen NIRS- en Lab-waarde (toevallige fout NIRS)

⁵⁾ de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

⁶⁾ 2x de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

Tabel 7.3 laat zien dat NIRS in alle P₂O₅-ranges niet voldoet aan de nauwkeurigheidseis voor de toevallige fout van 15% voor 2 x s.d. De toevallige fout van NIRS is het grootst bij lage fosfaatgehalten.

Effect van ijklijnaanpassingen

Ook bedrijf D heeft aangegeven dat ze een duidelijk leereffect verwachten tijdens het verloop van het pilot-onderzoek. Om dit effect te laten zien zijn, net als voor bedrijf C, de berekeningen uitgevoerd zoals die gedaan zijn voor invulling van tabel 7.2 en 7.3, maar dan onderverdeeld naar de volgende 3 perioden (dezelfde als voor bedrijf C):

- Periode 1: vrachten t/m 31 mei 2016
- Periode 2: vrachten van 1 t/m 30 juni 2016
- Periode 3: vrachten vanaf 1 juli 2016

In tabel 7.4 worden de resultaten weergegeven voor de 3 perioden voor N. Hieruit komt een heel wisselend beeld naar voren. Er is echter geen duidelijke verkleining van de fout waar te nemen van periode 1 naar periode 2 en 3. Vrijwel alle 2 s.d. waarden (op 3 na) liggen boven het vereiste maximum van 15%.

In tabel 7.5 worden de resultaten weergegeven voor de 3 perioden voor P₂O₅. Ook hieruit komt een wisselend beeld naar voren en ook hier geldt dat er geen duidelijke verkleining van de fout is waar te nemen van periode 1 naar periode 2 en 3. Vrijwel alle 2 s.d. waarden (op 1 na) liggen boven het vereiste maximum van 15%.

Tabel 7.4 Systematische en toevallige fout van NIRS voor 4 N-ranges gemeten in het lab en voor 3 verschillende meetperioden.

Range N-gehalte (g/kg)	n ¹⁾	Gem. Lab (g/kg)	Gem. NIRS (g/kg)	Syst. fout ²⁾ (g/kg)	s.d. Lab ³⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁴⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁵⁾ (%)	2s.d. NIRS (%)
Periode 1								
<= 4,0	6	3,39	4,07	0,68	0,254	1,478	36,6	73,1
> 4,0 <= 6,0	13	4,45	4,87	0,42	0,334	0,829	17,7	35,4
> 6,0 <= 8,0	1	6,76	4,17	-2,59	0,507	0	0	0
> 8,0	3	8,65	5,90	-2,75	0,648	0,955	13,3	26,5
Periode 2								
<= 4,0	16	3,24	3,73	0,49	0,243	0,471	11,9	23,8
> 4,0 <= 6,0	70	4,96	5,01	0,05	0,372	0,882	17,7	35,4
> 6,0 <= 8,0	37	6,89	6,22	-0,67	0,517	0,816	13,3	26,6
> 8,0	19	9,05	7,93	-1,12	0,679	0,915	12,3	24,6
Periode 3								
<= 4,0	9	3,28	3,69	0,41	0,246	0,567	14,3	28,5
> 4,0 <= 6,0	19	5,05	5,19	0,14	0,379	0,213	4,20	8,4
> 6,0 <= 8,0	7	6,93	5,12	-1,81	0,520	1,908	30,9	61,9
> 8,0	1	9,85	8,26	-1,59	0,739	0	0	0

¹⁾ n is aantal lab-analyses

²⁾ Syst. fout is de systematische fout berekend als gem. NIRS – gem. Lab in de betreffende range

³⁾ s.d. Lab is de standaarddeviatie van het verschil tussen de Lab-waarde en de werkelijke waarde; deze is ingeschat op 7,5% van de Gem. Lab waarde (toevallige fout Lab)

⁴⁾ s.d. NIRS is de standaarddeviatie van het verschil tussen NIRS- en Lab-waarde (toevallige fout NIRS)

⁵⁾ de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

⁶⁾ 2x de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

Tabel 7.5 Systematische en toevallige fout van NIRS voor 4 P₂O₅-ranges gemeten in het lab en voor 3 verschillende meetperiodes.

Range P ₂ O ₅ -gehalte (g/kg)	n ¹⁾	Gem. Lab (g/kg)	Gem. NIRS (g/kg)	Syst. fout ²⁾ (g/kg)	s.d. Lab ³⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁴⁾ (g/kg)	s.d. NIRS ⁵⁾ (%)	2s.d. NIRS (%)
Periode 1								
<= 1,5	4	1,18	1,65	0,472	0,088	0,669	36,5	73
> 1,5 <= 3,0	10	1,91	1,98	0,074	0,143	0,345	14,9	30
> 3,0 <= 4,5	3	3,65	3,35	-0,297	0,274	2,096	60,6	121
> 4,5	2	5,69	4,87	-0,82	0,426	1,326	27,6	55
Periode 2								
<= 1,5	10	1,08	1,85	0,768	0,081	0,638	36	72
> 1,5 <= 3,0	47	1,96	2,22	0,259	0,147	0,566	24,1	48
> 3,0 <= 4,5	39	3,74	3,78	0,041	0,28	0,474	13,5	27
> 4,5	28	5,63	4,83	-0,797	0,422	1,283	26,9	54
Periode 3								
<= 1,5	8	1,02	1,40	0,383	0,076	0,552	31,9	64
> 1,5 <= 3,0	21	1,97	2,29	0,319	0,148	0,645	27,4	55
> 3,0 <= 4,5	3	3,57	2,36	-1,21	0,268	1,630	47,8	96
> 4,5	1	7,04	5,70	-1,34	0,528	0	0	0

¹⁾ n is aantal lab-analyses

²⁾ Syst. fout is de systematische fout berekend als gem. NIRS – gem. Lab in de betreffende range

³⁾ s.d. Lab is de standaarddeviatie van het verschil tussen de Lab-waarde en de werkelijke waarde; deze is ingeschat op 7,5% van de Gem. Lab waarde (toevallige fout Lab)

⁴⁾ s.d. NIRS is de standaarddeviatie van het verschil tussen NIRS- en Lab-waarde (toevallige fout NIRS)

⁵⁾ de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

⁶⁾ 2x de relatieve s.d. (ten opzichte van de gemiddelde voorspelde NIRS-waarde in de betreffende range)

8 Discussie

Aan de eis dat de waarnemingen in het kader van de pilot zoveel mogelijk over een jaar werden verdeeld is niet voldaan. Dit had twee redenen. De eerste is dat geen van de NIRS-apparaten op tijd gereed was waardoor later dan de bedoeling was met het verzamelen van meetgegevens kon worden begonnen. De tweede reden is dat in de winterperiode slechts een zeer beperkt aantal mesttransporten hebben plaatsgevonden waardoor het praktisch onmogelijk was in deze periode waarnemingen te doen. Vooraf was afgesproken zoveel mogelijk gebruik te maken van reguliere mesttransporten en geen transporten te forceren alleen ten behoeve van de pilot teneinde de kosten te beperken.

Het feit dat de bemonstering vooral heeft plaatsgevonden in het voorjaar en de zomer kan betekenen dat een te gunstig dan wel ongunstig beeld van NIRS is verkregen. In welke mate de weersomstandigheden van invloed zijn geweest op de resultaten is niet bekend. Het is bekend dat de temperatuur van invloed is op de NIRS analyse (Van de Zedde et al., 2014)⁴. Omdat bij de NIRS-metingen een (ingebouwde) temperatuurcorrectie wordt toegepast mag worden aangenomen dat deze invloed beperkt is geweest.

Bij een groot aantal vrachten, tussen de deelnemende bedrijven variërend van 0 tot 75%, was sprake van een mengmonster hoewel de bedoeling was uitsluitend individueel geanalyseerde vrachtmonsters in de pilot te betrekken. Onduidelijke afspraken van de bedrijven met de mesttransporteurs was hiervan de belangrijkste oorzaak. Hoewel een zuivere vergelijking tussen NIRS en nat-chemische analyse alleen mogelijk is op basis van individuele monsters zijn omwille van het behouden van voldoende waarnemingen de mengmonsters wel meegenomen bij de evaluatie. Dit was naar onze mening gerechtvaardigd gezien de geringe verschillen tussen de analyses op basis van individuele monsters, van mengmonsters en van alle monsters.

De resultaten tonen dat de relatieve fout van NIRS afneemt bij toenemende gehalten aan stikstof en fosfaat. Verder blijkt dat NIRS bij lage referentiewaarden de N- en P₂O₅-concentraties overschat en bij hoge referentiewaarden deze concentraties onderschat. Deze trends worden bij alle NIRS-apparaten waargenomen. Hierin lijkt een mogelijkheid te zitten voor een ijklijncorrectie.

Bedrijven C en D hebben aangegeven dat in de loop van de pilot progressie is geboekt door verbetering van de kalibratiemodellen waarna de NIRS-analyses beter overeenkomen met de nat chemische analyses. Uit de aanvullende analyse die voor deze bedrijven is uitgevoerd blijkt dat er voor bedrijf C inderdaad een 'leereffect' lijkt te zijn opgetreden. Voor N werd in twee van de drie perioden voldaan aan de maximum fout (2 s.d.) van 15%. De fout lijkt gerelateerd te zijn aan de mestsoort, aangezien in periode 3, waar andere mestsoorten werden getransporteerd, weer een toename van de fout was waar te nemen. Ook voor P₂O₅ lijkt er voor dit bedrijf een leereffect te zijn opgetreden, dit gold echter alleen voor de hogere P₂O₅-gehalten. Maar ook dan blijft de fout in het algemeen hoger dan de maximum vereiste fout van 15%. Bedrijf D laat een heel wisselend beeld zien, maar uit de resultaten blijkt geen duidelijk leereffect te zijn opgetreden.

Voor de berekening van de toevallige fout van NIRS is verondersteld dat de fout van de referentiemethode voor zowel N- als P₂O₅-concentraties 15% is. Uit onderzoek van Hoeksma & Boer

⁴ Van de Zedde, R., K. van Kekem, E. Boer (2014) Bemonsteren en analyseren van dierlijke mest op vrachtauto - BO-12.07-006-004 Food & Biobased Research nummer - 1432
<http://library.wur.nl/WebQuery/wurpubs/fulltext/304191>

(2005)⁵ (Tabel 5 in voornoemd rapport) blijkt dat de bemonsteringsfout voor P₂O₅ bij toepassing van het 'Optimaal protocol', zoals in dit onderzoek is toegepast, beduidend kleiner is dan 15%. Voor vleesvarkensdrijfmest, zeugdrijfmest en rundveedrijfmest werden onnauwkeurigheden berekend van respectievelijk 4,2, 4,0 en 2,1%. Vleeskalverdrijfmest was hierop een uitzondering met een onnauwkeurigheid van 35,6%. Dit blijkt, volgens de hiervoor genoemde auteurs, echter vooral door één vracht te zijn veroorzaakt. Resultaten van Hoeksma et al. (1995)⁶ (Tabel 6 in voornoemd rapport) en Hoeksma & Boer (2005) (Tabel 3 in voornoemd rapport) laten tevens zien dat bemonstering en analyse van N in het algemeen nauwkeuriger is dan die van P₂O₅. Uit voorgaande kan geconcludeerd worden dat de berekende fout voor NIRS waarschijnlijk enigszins is onderschat, aangezien we voor berekening van de fout van NIRS de (veronderstelde) fout van 15% voor de referentie hebben afgetrokken van de totale fout. Het zou beter zijn geweest als we in dit onderzoek de fout van de referentiemethode hadden kunnen inschatten, b.v. door elke vracht in duplo te bemonsteren (wat met de huidige bemonsteringsmethode echter heel lastig is).

Omdat in dit onderzoek alleen de NIRS-waarden op de monsterniveaus voor het referentiemonster zijn gebruikt in de analyse zijn de resultaten van NIRS en de referentie niet op vrachtniveau met elkaar vergeleken, maar op monsterniveau. In Hoeksma et al. (1995) en Hoeksma & Boer (2005) is de fout van de referentiemethode bepaald op vrachtniveau. Als dit op monsterniveau was gebeurd zou de fout waarschijnlijk geringer zijn geweest.

Continuëtering van de hele vracht levert naar verwachting (Bedrijven C en D verwachten dit op basis van eigen metingen) een aanzienlijke reductie op van de toevallige fout van NIRS. Hoeksma en Boer (2005) laten het verband zien tussen het aantal monsters en de meetfout; hoe vaker gesampeld wordt hoe kleiner de meetfout. Het is zinvol na te gaan of dit inderdaad het geval is. Deze analyse kan gedaan worden voor drie van de vier bedrijven. Van het vierde bedrijf zijn geen NIRS-metdata over de hele vracht beschikbaar gekomen.

Het is mogelijk dat de NIRS-methode niet voor alle mestsoorten even accuraat is maar voor bepaalde mestsoorten nauwkeuriger is dan voor andere. Een analyse per mestsoort was geen onderdeel van de pilot maar is het onderzoeken waard. Hieruit zou naar voren kunnen komen dat een kalibratie per mestsoort betere resultaten oplevert dan NIRS in deze pilot heeft laten zien. Aan een NIRS-systeem dat gebruik maakt van aparte ijklijnen voor verschillende mestsoorten zou als eis gesteld moeten dat bij het laden van een vracht mest automatisch, d.w.z. zonder tussenkomst van menselijk handelen, de juiste ijklijn wordt ingesteld.

⁵ Hoeksma, P. en E. Boer (2005) Vaststellen van de bemonsteringsnauwkeurigheid van drijfmest. Wageningen UR Agrotechnology & Food Innovations, Rapport 532

⁶ Hoeksma, P., N.W.M. Ogink, P.J.L. Derikx en G.W.M. Willems (1995) Bemonstering van drijfmest in transportwagens. Wageningen DLO Instituut voor Milieu- en Agritechniek, Rapport 95-12

9 Conclusie en aanbevelingen

Resultaten van de pilot laten zien dat de NIRS-apparatuur van geen van de vier deelnemers voldoet aan de nauwkeurigheidseisen die wettelijk worden gesteld aan de bepaling van het stikstof- en fosfaatgehalte van een vracht drijfmest. Deze conclusie is gebaseerd op de metingen waarbij de NIRS-meting op dezelfde momenten heeft plaatsgevonden als de monsternomenten bij automatische bemonstering volgens het huidige voorgeschreven protocol.

Aanbevolen wordt om aanvullende analyses uit te voeren van de NIRS-metingen over hele vrachten om vast te stellen of op deze wijze een grotere nauwkeurigheid van NIRS kan worden bereikt. Van drie van de vier deelnemers zijn de gegevens daarvoor beschikbaar.

Aanbevolen wordt om een data-analyse uit te voeren per mestsoort, mits voldoende waarnemingen beschikbaar zijn, om vast te stellen of NIRS voor bepaalde mestsoorten wel aan de vereiste nauwkeurigheid kan voldoen.

Aanbevolen wordt om een bijeenkomst te beleggen met de vier deelnemers aan de pilot om de toekomstperspectieven van NIRS te bespreken.

Bijlage 1

Aan Commissie Deskundigen Meststoffenwet (CDM)
t.a.v. secretaris dr. ir. G. Velthof
Alterra
Wageningen

Geachte leden van de CDM,

Bij dezen verzoek ik u een advies uit te brengen in relatie tot het toepassen van *near infra red spectroscopy* (NIRS) voor het vaststellen van het stikstof- en fosfaatgehalte van een vracht drijfmest. 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, d.w.z. voldoende nauwkeurig, betrouwbaar en fraudebestendig zijn.

De vraag die wij aan u voorleggen om daarover van u uiterlijk op 16 juni 2014 een advies te krijgen, 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?

De context/achtergrond van dit verzoek

De huidige procedure voor het vaststellen van het N- en P₂O₅-gehalte van een vracht drijfmest via bemonstering en analyse is bemonstering en analyse een tijdrovend gebeuren. Want het versturen en analyseren van de monsters en terugkoppelen van de meetresultaten nemen doorgaans enkele weken in beslag. Hierdoor weet de afnemer van een vracht 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 ARG/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.

Gevraagde advisering

Het bovenstaande geeft aan dat toepassing van NIRS nog niet echt in de praktijk is onderzocht. Er is wel een proof-of-principle, waarin deze techniek veelbelovend lijkt, maar dan doet zich toch de vraag voor of een proef op grotere schaal, dus ook onder allerlei (onverwachte) omstandigheden tot dezelfde 'veelbelovende resultaten' leidt. Als duidelijk is of NIRS in de praktijk ook toepasbaar is, dan kan vervolgens worden nagegaan of NIRS als meetsysteem toelaatbaar is en hoe het beheer van NIRS invulling kan krijgen. Uiteindelijk zal het systeem voldoende nauwkeurig, betrouwbaar en fraudebestendig moeten zijn, natuurlijk vooral in relatie tot het bestaande systeem, om in de praktijk toe te laten passen in het kader van de Meststoffenwet.

Aspecten die van belang zijn in het totaal van de advisering:

1. Voor de toelating van het systeem:
 - a. De nauwkeurigheid waarmee het N- en P₂O₅-gehalte van alle mestsoorten/-codes van een vracht (drijf)mest d.m.v. NIRS moet worden vastgesteld;
 - b. De wijze waarop de NIRS-apparatuur gevalideerd dient te worden;
 - c. De wijze waarop de NIRS-apparatuur (automatisch) aangestuurd moet worden zodat altijd dezelfde procedure van sampling en dataverwerking plaatsvindt;

- d. De manier waarop de NIRS-apparatuur moet worden gekoppeld aan AGR-apparatuur;
2. Voor het beheer van het systeem:
 - a. De wijze waarop kalibratiemodellen (ijklijnen) periodiek gecontroleerd en verbeterd kunnen worden;
 - b. De wijze waarop kalibratiemodellen beheerd en onderhouden dienen te worden;
 - c. De manier waarop NIRS-data automatisch naar DR moeten worden verzonden;
 - d. De fraudebestendigheid en de wijze waarop deze moet worden geborgd;
 - e. De wijze waarop de NIRS-apparatuur op een vrachtwagen moet worden opgebouwd zodat te allen tijde alle geladen/geloste mest de NIRS-sensor passeert;
 - f. De procedure waarop de NIRS-apparatuur dient te worden geëvalueerd (typegoedkeuring).

Alvorens het systeem te kunnen beoordelen op de aspecten van toelating en beheer, is een proef nodig waarin op grotere schaal in de praktijk NIRS wordt onderzocht op toepasbaarheid. In relatie tot deze proef, een pilot om in de praktijk met mesttransporteurs die NIRS willen toepassen met apparatuur van verschillende fabrikanten, verzoek ik u een advies uit te brengen. Dit advies wil ik gebruiken om vervolgens na te gaan of NIRS toegelaten kan worden als systeem voor het vaststellen van het stikstof- en fosfaatgehalte van drijfmest en welk beheer bij dat systeem past.

De hoofdvraag voor het advies is, zoals al aan het begin van dit verzoek geformuleerd:

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 ik in ieder geval graag de volgende aandachtspunten zien opgenomen:

- De vermelde aspecten hierboven, voor zover ze volgens u relevant zijn in de pilot;
- 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.

Ik verwacht van u dat voor het formuleren van het advies ook NIRS-fabrikanten en mesttransporteurs die NIRS willen gebruiken hebt geraadpleegd. Uw voorstel wordt besproken in een klankbordgroep met betrokkenen en opdrachtgever op 23 mei 2014.

Uiterlijk ontvang ik graag op 16 juni 2014 uw advies. Richt uw uit te brengen advies aan:

- de directeur van Directie Agrokennis (DAK), dhr. ir. M.A.A.M. Berkelmans en
- de directeur van directie Plantaardige Agroketen en Voedselkwaliteit (PAV), dhr. ir. C. Lever.

Voor inhoudelijke informatie over dit verzoek kunt u contact opnemen met mevr. drs. ing. S. van Winden

Met vriendelijke groet,
Jacob van Vliet
mede namens Theo Janssen
Ministerie van Economische Zaken
Directie Agrokennis
Postbus 20401
2500 EK 's-GRAVENHAGE

Bijlage 2

Werkplan pilot NIRS

Commissie Deskundigen Meststoffenwet, 8 april 2015

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 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, op transportvoertuigen worden ingezet. NIRS is daarmee in potentie een aantrekkelijk alternatief voor de huidige procedure van bemonstering en analyse.

Het is 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.

Het ministerie van EZ laat in 2015 een pilot uitvoeren waarin getest wordt of het gebruik van Near Infra Red Spectroscopy (NIRS) als meetsysteem voor het vaststellen van de stikstof- en fosfaatgehalten van drijfmest in de praktijk voldoende robuust kan worden toegepast. De Commissie Deskundigen Meststoffenwet (CDM) heeft in 2014 een plan van aanpak voor deze pilot opgesteld en als advies opgeleverd ⁷.

In december 2014 hebben vier bedrijven die aan de pilot willen meedoen een letter of intent ondertekend (Appendix 1) en in maart is hieraan een addendum toegevoegd. De CDM zal de pilot begeleiden en een advies opstellen op basis van de resultaten. Het advies beantwoordt de vraag of de bepaling met een NIRS-systeem op een vrachtauto tot gelijkwaardige stikstof- en fosfaatgehalten in mest leidt als het huidige systeem van bemonstering van mest en nat-chemische analyse op een laboratorium.

Het ministerie van EZ heeft CDM gevraagd om een werkplan te maken voor de organisatie van de pilot ter ondersteuning van een transparante communicatie met de pilotdeelnemers. Dit document is het gevraagde werkplan.

⁷ http://www.wageningenur.nl/upload_mm/1/a/9/f93d5a3f-7c7b-4d7c-9079-5362bd63646c_14-N%26M0157%20Oene%20Oenema-NIRS%20bijlage%201.pdf
http://www.wageningenur.nl/upload_mm/7/a/d/d6a45f7d-97e0-4a2a-b925-d21a744be5a5_14-N%26M0157%20Oene%20Oenema-NIRS.pdf

Doel van de pilot

Het doel van de pilot is om aan te tonen dat bemonstering en analyse van stikstof en fosfaat van drijfmest via een NIRS-systeem op een vrachtauto tot gelijkwaardige stikstof- en fosfaatgehalten in mest leidt als het huidige systeem van bemonstering van mest en nat-chemische analyse op een laboratorium.

Opzet van de pilot

Deze pilot is gericht op analyses van drijfmesten met NIRS. 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 P₂O₅ 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 vrachten. 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.

Op basis van een statistische analyse is bepaald dat er 260 vrachten moeten worden bemonsterd (zie Bijlage 3). Alle soorten drijfmest moeten kunnen worden geanalyseerd met NIRS. In de pilot worden vrachten geanalyseerd, maar geen mengmonsters van verschillende vrachten. Daarom worden minimaal 260 vrachten geanalyseerd verdeeld over zes categorieën:

- Code 50. Drijfmest vleesvarkens: minimaal 100 vrachten.
- Code 14. Drijfmest rundvee: minimaal 50 vrachten.
- Code 46. Drijfmest fokzeugen: minimaal 50 vrachten.
- Code 18. Kalveren, witvlees: minimaal 20 vrachten.
- Code 19. Kalveren, rosévvlees: minimaal 20 vrachten.
- Minimaal 5 vrachten digestaat en minimaal 4 overige mestsoorten (waaronder dunne fracties, mineralenconcentraten) of mengsels van verschillende mestsoorten: tezamen 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. De selectie van bedrijven zal in overleg met deelnemers plaatsvinden, zodat aan de randvoorwaarden van de pilot wordt voldaan. Het zal erop neer komen 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 van het Plan van Aanpak nader uitgewerkt.

De ijklijnen worden beheerd door deelnemers en maken geen deel uit van de evaluatie door de CDM.

Beoogde werkzaamheden door de CDM in het pilotproject

De CDM begeleidt de pilot, verzamelt de NIRS-data, vraagt de VDM-data op bij RVO.nl, analyseert de gegevens, voert statistische analyses uit, rapporteert de resultaten en brengt een advies uit naar het ministerie van EZ.

De CDM heeft een ad hoc werkgroep (Pilot NIRS) in het leven geroepen met medewerkers van Wageningen Universiteit & Research, die de gevraagde werkzaamheden uitvoeren. De organisatie en werkzaamheden binnen de CDM-werkgroep zijn als volgt.

- Projectleider is Gerard Velthof, secretaris van de CDM. Hij is contactpersoon voor EZ en voorzitter van de werkgroep. De werkgroep bespreekt en rapporteert de resultaten.
- De werkgroepleden Paul Hoeksma en Fridtjof de Buissonje van WUR Livestock Research begeleiden de pilotdeelnemers namens de CDM-werkgroep, en verzamelen, analyseren en rapporteren de analyseresultaten. Zij zijn het eerste aanspreekpunt van de bedrijven. Zij zullen elke deelnemende partij circa 5x bezoeken om na te gaan hoe de bemonstering en analyse verloopt. De eerste keer geven de deelnemende partij een technische toelichting van hun systeem. Zij maken afspraken met partijen over de bemonsteringsstrategie (aantal monsters, tijdstippen en typen mest), houden de projectleider van CDM op de hoogte van de voortgang, verzamelen de data, houden de data-base bij, laten de data statistisch analyseren door de statistici die de opzet hebben gemaakt (zie bijlage van plan van aanpak) en schrijven het rapport. Het rapport wordt uitgebracht als WOT-rapport (Wettelijke Onderzoekstaken Natuur & Milieu).
- De werkgroep bestaat uit Paul Hoeksma (WUR Livestock Research), Rick van der Zedde (WUR FBR), Jaap Schröder (WUR Plant Sciences Group) en Gerard Velthof (CDM, voorzitter werkgroep) De voltallige werkgroep adviseert over de uitvoering van de pilot en bespreekt de resultaten en het eindrapport. De werkgroepsleden zijn onafhankelijk en niet betrokken als adviseur bij één van de deelnemers.
- De werkgroep stelt een concept-advies voor op basis van het rapport en de conclusies van de werkgroep. Het concept-advies wordt door de CDM besproken en eventueel geamendeerd, waarna het geaccordeerde advies met het rapport naar het ministerie van EZ wordt gestuurd. Het advies beantwoordt de vraag of de bepaling met een NIRS-systeem op een vrachtauto tot gelijkwaardige stikstof- en fosfaatgehalten in mest leidt als het huidige systeem van bemonstering van mest en nat-chemische analyse op een laboratorium. In dit advies wordt geen oordeel gegeven over andere aspecten bij toepassing van NIRS in de praktijk. Hierover zal EZ een apart advies vragen aan de CDM.
- Alle activiteiten en resultaten zijn vertrouwelijk tijdens de pilot. Het advies en rapport worden na afloop van de pilot openbaar, maar er worden in het rapport geen namen van deelnemende bedrijven genoemd (Tenzij een pilotdeelnemer expliciet verzoekt om wel met naam en toenaam genoemd te worden).
- Communicatie en het uitwisseling van data verloopt via het e-mail adres van de CDM: cdm.mail@wur.nl

Bemonstering en registratie van monsters in de pilot

Het starttijdstip van de pilot wordt tussen de deelnemer en CDM afgesproken. Het start- en eindpunt van de pilot ligt tussen 1 januari 2015 en 31 december 2015. Vanaf de start worden alle monsters en NIRS-analyses van de betrokken vrachten in de beoordeling meegenomen. Er wordt van uitgegaan dat de NIRS-apparatuur volledig operationeel is.

In een letter of intent zijn afspraken gemaakt over de wijze waarop pilotgegevens aan CDM worden gestuurd (Appendix 1). De bedrijven houden een logboek bij waarin de vrachten worden geregistreerd (nummer vervoersbewijs, datum en tijdstip, locatie, type mest, codering). Er is een format voor het

logboek opgesteld in samenspraak de deelnemers, zodat alle deelnemers dezelfde gegevens registreren (Appendix 2). De gegevens in het logboek worden aan de CDM gestuurd.

De bedrijven sturen het gemiddelde stikstofgehalte en gemiddelde fosfaatgehalte van de NIRS-bepaling binnen 12 uur na bemonstering van een vracht in het afgesproken format naar de CDM:

cdm.mail@wur.nl

Monsters waarvan het resultaat later dan 12 uur na monsternamen en NIRS-bepaling naar de CDM worden gestuurd, worden niet meegenomen in de pilot.

Het CDM vraagt aan RVO.nl de stikstof- en fosfaatgehalten van de betreffende vrachten waarvan NIRS-bepalingen zijn uitgevoerd. Met RVO.nl wordt overlegd hoe en wanneer deze gegevens kunnen worden verkregen.

Aanvullende registratie

De pilot is er op gericht om na te gaan of het NIRS-systeem tot gelijkwaardige stikstof- en fosfaatgehalten leidt als het huidige systeem van bemonstering en analyse. Er wordt hierbij uitgegaan dat het systeem volledig operationeel is en gekalibreerd voor alle mestsoorten.

De mestanalyses gedurende de pilot kunnen er toe leiden dat het kalibratiemodel wordt verbeterd. Om inzicht te krijgen in de leercurve van een kalibratiemodel kunnen bedrijven extra vrachten registreren en verschillende kalibratieversies gebruiken. Deze inzichten kan de CDM bij de evaluatie van de pilot betrekken en het advies over de beheerfase. Mogelijk kan deze registratie worden ingebracht bij de beoogde, toekomstige typegoedkeuring van een NIRS-kalibratieversie.

Er zijn hierover afspraken gemaakt met de deelnemers (Bijlage 2). Naast de vrachten die in het logboek vermeld worden en meedoen in de pilot, registreert de deelnemer van iedere overige vracht minimaal het N- en P₂O₅-gehalte bepaald met NIRS, het bijbehorende VDM-nummer en de kalibratieversie van het NIRS-systeem. Ook een vracht waarvan niet binnen 12 uur het N- en P₂O₅-gehalte met NIRS kan worden geregistreerd, neemt de deelnemer op in deze registratie onder vermelding van 'geen waarde' bij het gehalte met NIRS. Het is in deze registratie ook mogelijk om een VDM te koppelen aan maximaal 5 N- en P₂O₅-gehalten bepaald met NIRS van één vracht die voortkomen uit verschillende kalibratieversies.

Deze aanvullende registratie wordt periodiek (minimaal 1x per maand) toegezonden aan het CDM in hetzelfde Excel-format (Bijlage 3) dat voor de pilot wordt gebruikt, waarbij de kalibratieversie wordt aangegeven.

Calamiteiten

Bij calamiteiten overlegt de CDM met het ministerie van EZ over mogelijke oplossingen.

Tussentijdse evaluatie

Na vier en zeven maanden wordt de pilot tussentijds geëvalueerd. Deze evaluatie richt zich op de uitvoering van de pilot, zoals de bemonsteringsstrategie (aantal monsters, variatie van te bemonsteren vrachten/mestsoorten), calamiteiten en storingen en gegevensuitwisseling. In de evaluatie zal een eerste indicatie worden gegeven van de resultaten, maar er wordt geen statistische analyse uitgevoerd (dit wordt pas uitgevoerd als het minimale aantal monsters is verkregen). Het ministerie van EZ kan op basis van deze evaluatie de pilot bijsturen of eventueel beëindigen. Dit wordt vooraf besproken met de deelnemers.

Vervolg

De pilot levert een advies of de bepaling met een NIRS-systeem tot gelijkwaardige stikstof- en fosfaatgehalten leidt als het huidige systeem van bemonstering en analyse. Indien NIRS inderdaad gelijkwaardig is, dan zijn er andere aspecten die om aandacht vragen bij het daadwerkelijk implementeren van NIRS. Het betreft aspecten over accreditatie, goedkeuring apparatuur, controles/audits van NIRS, het automatisch versturen van data naar RVO, koppeling van NIRS-apparatuur aan AGR en fraudebestendigheid. Hierover heeft het ministerie van EZ apart advies gevraagd aan de CDM.

Appendix 1. 'Letter of intent' ten aanzien van de pilot NIRS – 2015

Overwegende

- Dat zowel overheid als bedrijfsleven NIRS zien als een perspectiefvolle, innovatieve techniek om stikstof- en fosfaatgehalten in mest te meten;
- Dat NIRS nog niet heeft bewezen gelijkwaardige analyseresultaten te leveren als het huidige systeem van bemonsteren en analyseren en onderzoek nodig is om uit te wijzen wat de mogelijkheden van de techniek zijn;
- Dat een aantal private partijen zich bereid verklaard hebben om deel te nemen aan een pilot om de toepasbaarheid van NIRS vast te stellen;
- Dat voor het verkrijgen van juiste en betrouwbare resultaten de deelname aan het onderzoek aan bepaalde vereisten moet worden voldaan;
- Dat deze pilot wordt uitgevoerd naast alle regelgeving met betrekking tot transport van meststoffen en de deelnemers op geen enkele wijze ontheven worden van de verplichtingen die daaruit voortvloeien;
- Dat het ministerie van EZ het CDM opdracht gegeven heeft voor onderzoekspilot NIRS en de CDM-kosten draagt.

Komen ondergetekenden overeen:

Een proefperiode te doorlopen waarin de deelnemer de resultaten van de metingen van de NIRS-apparatuur rapporteert aan de Commissie Deskundigen Meststoffenwet (CDM). CDM onderzoekt of NIRS als meetinstrument gelijkwaardige resultaten levert aan de huidige methode. CDM adviseert het ministerie van EZ na afloop van de proefperiode over haar bevindingen ten behoeve van een beleidsbesluit. Het onderzoek heeft geen bindende waarde. Aan de uitkomsten en het daarop gebaseerde advies van het CDM kunnen door partijen geen rechten worden ontleend.

Daartoe spreken partijen het volgende af:

Paragraaf 1: Deelname aan de pilot

- De deelnemer geeft (afzonderlijk van de andere deelnemers) voorafgaand aan de pilot een technische toelichting van hun installatie aan leden van de werkgroep CDM. Dit dient ter oriëntatie van de CDM-werkgroep; er wordt niet over gerapporteerd en er wordt geen verslag gemaakt. Met dit doel worden door CDM worden één of twee sessies georganiseerd.
- De startdatum en einddatum van de pilot wordt tussen de deelnemer en CDM schriftelijk afgesproken en liggen tussen 1 januari 2015 en 31 december 2015. Van startdatum tot en met einddatum worden alle monsters en NIRS-analyses van de betrokken vrachten in de beoordeling meegenomen. Er wordt uitgegaan dat de meetapparatuur volledig operationeel is.
- Alle activiteiten en resultaten zijn vertrouwelijk tijdens de pilot. Het advies en rapport worden na afloop van de pilot openbaar, maar er worden in het rapport geen namen van deelnemende bedrijven genoemd. Op verzoek van de deelnemers kunnen namen bekend worden gemaakt

Paragraaf 2: Communicatie en data aanlevering

- Communicatie en het uitwisseling van data verloopt via het e-mail adres van de CDM: cdm.mail@wur.nl
- De bedrijven houden een logboek bij waarin de vrachten worden geregistreerd (nummer vervoersbewijs, datum en tijdstip, locatie, type mest, codering). Een format voor het logboek is opgesteld in samenspraak de deelnemers, zodat alle deelnemers dezelfde gegevens registreren (bijlage 1). De gegevens het logboek worden aan de CDM gestuurd. Deze gegevens worden digitaal aangeleverd in excel file. Indien monsters niet in logboek voorkomen, worden ze niet meegenomen in de statistische analyse en rapportage.
- De bedrijven sturen per vracht binnen 12 uur na bemonstering het gemiddelde stikstofgehalte en gemiddelde fosfaatgehalte van de NIRS-bepaling naar de CDM. Alle analyses die na 12 uur worden gestuurd, worden niet meegenomen in de pilot

Paragraaf 3: Feitelijke metingen

- In totaal moeten minimaal 260 vrachten worden geanalyseerd, verdeeld over de onderstaande zes mest categorieën. De resultaten worden niet geanalyseerd en gerapporteerd bij minder vrachten per mestsoort.
 - Code 50. Drijfmest vleesvarkens: minimaal 100 vrachten.
 - Code 14. Drijfmest rundvee: minimaal 50 vrachten.
 - Code 46. drijfmest zeugen: minimaal 50 vrachten.
 - Code 18. Kalveren, witvlees: minimaal 20 vrachten.
 - Code 19. Kalveren, rosévvlees: minimaal 20 vrachten.
 - Minimaal 5 vrachten digestaat en minimaal 4 overige mestsoorten (waaronder dunne fracties, mineralenconcentraten) of mengsels van verschillende mestsoorten: tezamen minimaal 20 vrachten.

- Tijdens pilot wordt namens de CDM aan iedere deelnemer 5x een bezoek gebracht door onderzoekers van WUR Livestock Research tijdens de NIRS bepaling. Dit kan ook onaangekondigd gebeuren.
- Bij calamiteiten overlegt de CDM met het ministerie van EZ over mogelijke oplossingen. Na vier en zeven maanden wordt de pilot tussentijds geëvalueerd. Deze evaluatie richt zich op de uitvoering van de pilot, zoals de bemonsteringsstrategie (aantal monsters, variatie van te bemonsteren vrachten/mestsoorten), calamiteiten en storingen en gegevensuitwisseling. Het ministerie van EZ kan op basis van deze evaluatie de pilot bijsturen, deelnemers uitsluiten of eventueel de pilot beëindigen.

Paragraaf 4: Overig

- Indien de pilot aangeeft dat NIRS tot een gelijkwaardig resultaat leidt als de huidige methode, dan wil dit niet automatisch zeggen dat NIRS in de praktijk wordt toegestaan en dat de deelnemer wordt toegestaan om NIRS toe te passen. Voor een toelating van NIRS binnen de wet- en regelgeving is een beleidsbesluit van EZ vereist. Ten aanzien van een dergelijk besluit moeten onder andere ook aspecten worden beschouwd (zoals accreditatie, goedkeuring apparatuur, controles/audits van NIRS, het automatisch versturen van data naar RVO, koppeling van NIRS-apparatuur aan AGR en fraudebestendigheid). Het is mogelijk dat op basis van dergelijke aspecten NIRS niet wordt toegestaan.

Namens de deelnemer,
Naam contactpersoon
Naam bedrijf
Contactgegevens

Namens het ministerie EZ,

Paragraaf 5: Overige metingen

- Naast de vrachten die in het logboek vermeld worden en meedoen in de pilot, registreert de deelnemer van iedere overige vracht minimaal de NIR-waarde, het bijbehorende VDM-nummer en de kalibratieversie. Ook een vracht waarvan niet binnen 12 uur een NIR-waarde kan worden geregistreerd, neemt de deelnemer op in deze registratie onder vermelding van 'geen waarde' bij de NIR-waarde. Het is in deze registratie ook mogelijk om een VDM te koppelen aan maximaal 5 NIR-waarden van één vracht die voortkomen uit verschillende kalibratieversies.
- Deze registratie wordt periodiek (minimaal 1x per maand) toegezonden aan het CDM in hetzelfde Excel-format dat voor de pilot wordt gebruikt.
- Deze registratie geeft het CDM inzicht in de leercurve van een kalibratiemodel. Deze inzichten kan de CDM bij de evaluatie van de pilot betrekken en het advies over de beheerfase. Mogelijk kan deze registratie worden ingebracht bij de beoogde, toekomstige typegoedkeuring van een NIRS-kalibratieversie.

Appendix 2 Logboek Pilot NIRS

Logboek Pilot NIRS							
Deelnemer:							
Code NIRS apparaat:							
Volgnr.	VDMnr.	Relatiernr. Leverancier	Datum	Tijd	Mestcode	NIRS Stikstof N kg per ton	NIRS Fosfaat P2O5 kg per ton
voorbeeld			12-03-2015	17:15		11.1	5.2
1							
2							
3							
.							
.							
.							
260							

Bijlage 3

Vergelijking van de NIRS-methode en de nat-chemische methode voor bepaling van N- en P₂O₅-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 P₂O₅-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

H₀: $\mu_{NIRS} = \mu_{NC}$

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 P₂O₅ (tabel 2 in Hoeksma en Boer, 2005⁸). Voor de NIRS-methode gaan we uit van een relatieve fout van 13,5 % voor N en 31.1 % voor P₂O₅ (blz. 25 in Van de Zedde et al., 2014⁹, 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 H₀) $\alpha=0.05$;
- Een systematisch verschil, uitgedrukt als relatief verschil, van ten minste 5% wordt relevant geacht.

⁸ Hoeksma, P.; Boer, E. (2005) Vaststellen van de bemonsteringsnauwkeurigheid van drijfmest. Wageningen UR, Agrotechnology & Food Innovations, Rapport 532.

⁹ 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.

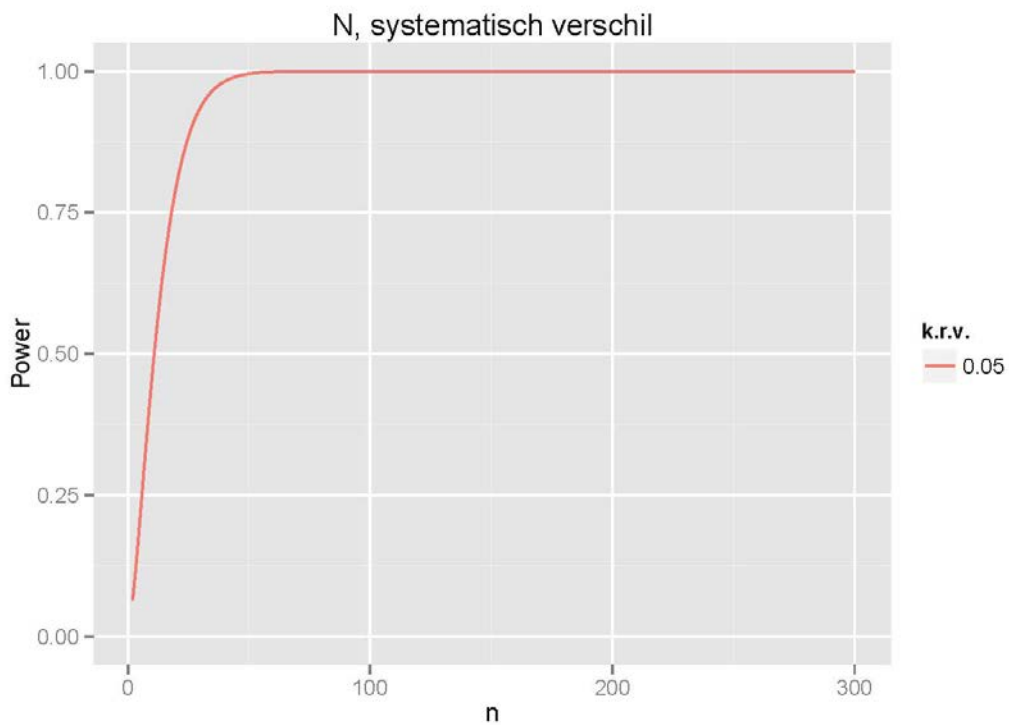
Tabel 1 geeft het onderscheidingsvermogen (power) van de toets bij steekproefomvang. De power is $1-\beta$, met β de kans op een fout van de tweede soort. Dat is de kans dat ten onrechte H_0 niet wordt verworpen: er is dan wel een systematisch verschil tussen NIRS- en NC-metingen, maar je merkt het niet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

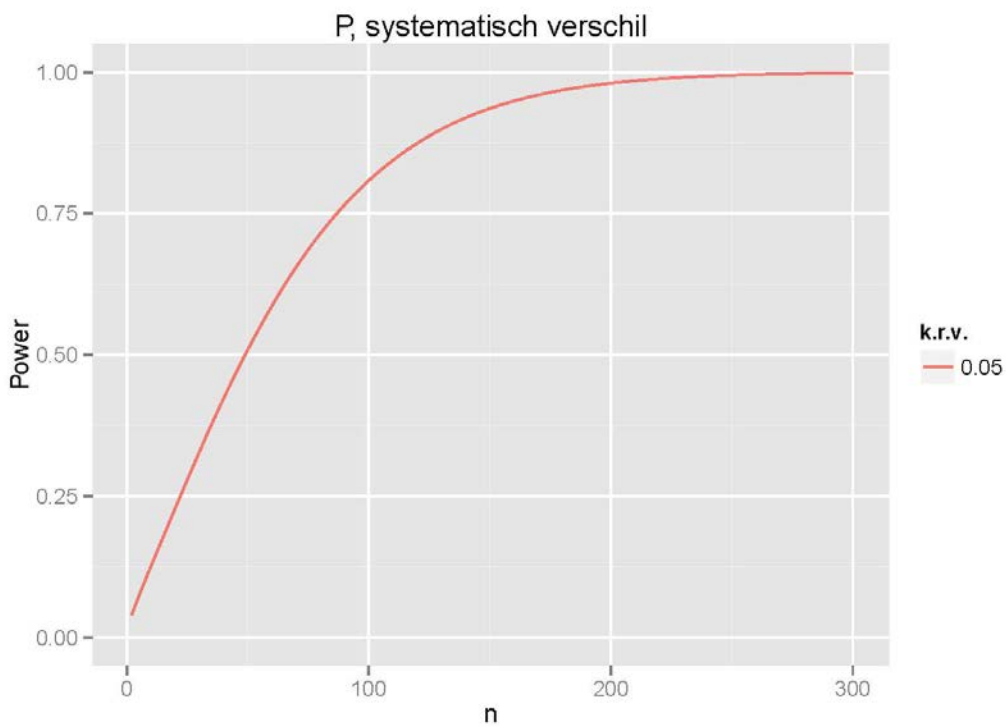
Als het risico dat een systematisch verschil van 5 % niet wordt opgemerkt niet groter mag zijn dan 0.2, dan is een power nodig van $1-0.2=0.8$. De benodigde steekproefomvang voor N is dan 20 en voor P_2O_5 100.

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_2O_5 . $\alpha=0.05$, kleinste relevant geachte relatieve verschil (k.r.v.) is 5 %.

- Hoeksma, P., Boer, E. 2005. Vaststellen van de bemonsteringsnauwkeurigheid van drijfmest. Agrotechnology & Food Innovations, Wageningen UR. Rapport 532.
- Hoeksma, P., Ogink, N.W.M., Derikx, P.J.L., Willems, G.W.M. 1995. Bemonstering van drijfmest in transportwagens. *IMAG-DLO rapport 95-12*, 38 pp.