

JORDANALYSER – kvalitet og anvendelse

GITTE H. RUBÆK OG PETER SØRENSEN (RED.)
DCA RAPPORT NR. 002 · DECEMBER 2011



AARHUS
UNIVERSITET

DCA - NATIONALT CENTER
FOR FØDEVARER OG JORDBRUG



JORDANALYSER – kvalitet og anvendelse

DCA RAPPORT NR. 002 · DECEMBER 2011



Gitte H. Rubæk og **Peter Sørensen** (*RED.*)

Aarhus Universitet
Institut for Agroøkologi
Blichers Allé 20
8830 Tjele

JORDANALYSER

– kvalitet og anvendelse

Serietitel: DCA rapport
Nr.: 002
Forfattere: Gitte H. Rubæk og Peter Sørensen (RED), Institut for
Agroøkologi, Aarhus Universitet
Udgiver: DCA - Nationalt Center for Fødevarer og Jordbrug,
Blichers Allé 20, postboks 50, 8830 Tjele. Tlf. 8715 1248,
e-mail: dca@au.dk, hjemmeside: www.dca.au.dk
Fotograf: Forsidefoto Anders Gade
Tryk: www.digisource.dk
Udgivelsesår: 2011
Copyright: Gengivelse er tilladt med kildeangivelse
ISBN: 978-87-92869-07-4
ISSN: 2245-1684

Rapporterne kan hentes gratis på www.dca.au.dk

Videnskabelig rapport

Rapporterne indeholder hovedsagelig afrapportering fra forskningsprojekter, oversigtsrapporter over faglige emner, vidensynteser, udredninger til myndigheder, tekniske afprøvninger, vejledninger osv.

Denne rapport er fagfællebedømt.

Forord

Jordanalyser er et vigtigt del af beslutningsgrundlaget for landbrugets planteproduktion. Kortværk, såsom jordbundskort baseret på jordanalyser indgår også i beslutningsgrundlaget mange steder fx i forbindelse med miljøregulering af landbrugsproduktionen.

Det er derfor vigtigt at de jordanalysemetoder, der anvendes er ”up to date” og egnede til de specifikke områder de anvendes på. Ligeledes er det væsentligt, at analyseresultaterne er nøjagtige og at de ressourcer, der anvendes til jordanalyser står mål med det udbytte, der fås ved at inddrage jordanalyser i beslutningsgrundlaget for produktion og miljøregulering i Danmark.

Da der i de senere år har været problemer med kvaliteten af de jordanalyser, som blev udført på jordanalyiselaboratorierne, og da der har været rejst tvivl om de anvendte metoders egnethed, blev der på foranledning af Plantedirektoratet og Miljøstyrelsen i 2010 nedsat et jordanalyseudvalg, hvis opgave det var, at skabe overblik over jordanalysernes anvendelse, egnethed og nøjagtighed i Danmark. Udvalget skulle samtidig undersøge, hvilke muligheder der måtte være for forbedringer på analyser af specielt mineralsk kvælstof og tilgængeligt fosfor i landbrugsjorden.

Jordanalyseudvalget har afholdt 3 møder i løbet af 2010, og det har arrangeret et seminar om jordanalyser d. 8. juni 2010 med deltagelse af 30 personer fra blandt andet de kommercielle jordlaboratorier, myndigheder, landbrugets rådgivning og forskningsinstitutionerne.

Resultatet af udvalgets arbejde er vist i denne vidensyntese om jordanalyser. Vidensyntesens nøglekapitler er udarbejdet af eksperter på de specifikke områder. Jordanalyseudvalgets konklusioner og anbefalinger fremgår af det afsluttende kapitel.

Jordanalyseudvalget, de deltagende eksperter og de to redaktører takkes for det store arbejde, der er lagt i udvalgsarbejdet, ved seminaret og ved udarbejdelsen af denne vidensyntese.

Erik Steen Kristensen
Instituttleder – formand for jordanalyseudvalget
Oktober 2011

Indholdsfortegnelse

Formål, metode og baggrund

G.H. Rubæk & E.S. Kristensen 7

Udtagning af jordbundsprøver, opbevaring og forberedelse til analyse

L. Knudsen, K. Kristensen, G. Heckrath & C. Kjærgaard17

Mineralsk kvælstof i jord (N-min) måling og anvendelse

H.S. Østergaard, V. Ernstsens, B.M. Petersen, F.P. Vinther & K. Kristensen 33

Analyser for tilgængeligt fosfor i jord

G.H. Rubæk, K. Kristensen & L. Knudsen 53

Teksturanalyse: Metoder og udfordringer

*O.K. Borggaard, K. Dalsgaard, S.M. Kristiansen, C. Rasmussen, M. Knadel,
L. Knudsen*73

Variation i jordens tekstur: Regionalt og lokalt

M.H. Greve 85

Udvalgets anbefalinger

E.S. Kristensen, G.H. Rubæk, O.K. Borggaard, G.B. Mathiesen & V. Ernstsens... 97

Appendiks 1. Kommissorium for Udvalget for kvalitet af jordanalyser i

Danmark101

Appendiks 2. Anvendelse af statistiske modeller til prognose 103

Appendiks 3. Notat om variation i jordanalyser for Tørstof, Ammonium N,

Nitrat N og N-min 107

Appendiks 4. Analyse af ringanalyser 117

Appendiks 5. Analyse af Ptal fra 3 laboratorier i 2010 121

Appendiks 6. Usikkerheder ved beregning af Ptal 125

Forfatterliste129

Formål, metode og baggrund

Gitte H. Rubæk og Erik Steen Kristensen

Institut for Agroøkologi, Aarhus Universitet

Introduktion

Jordanalyser, som fx fosfortal, tekstur og uorganisk kvælstof (N-min), er i mange år blevet brugt som vejledende parametre i forbindelse med rådgivning i planteproduktionen. Jordanalyserne anvendes i stigende omfang også i forbindelse med miljøregulering af landbruget.

For at sikre at jordbruget rådgives og reguleres på et korrekt grundlag og for at opnå den forventede miljøeffekt af den regulering, der foretages på basis af analyserne, er det meget vigtigt, at de analysedata, der indgår i reguleringen, er præcise og troværdige (Jones, 2001).

Kvalitetssikring af jordanalyser i Danmark er p.t. et internt anliggende for de enkelte laboratorier, og kvalitetskontrol i form af ringanalyser, hvor laboratoriers præstationer kan sammenholdes, er frivillige. Frivillige ringanalyser organiseres i dag af Videncentret for Landbrug. Selv om der har været flere situationer, hvor en indsats for at højne analysesikkerheden og afklare analytiske detaljer har været påkrævet, har Videncentret dog ingen sanktionsmuligheder over for laboratorierne, og de har heller ikke tilstrækkelig analysemæssig erfaring og ekspertise til at kunne rådgive og vejlede laboratorierne.

I begyndelsen af 2010 blev der på foranledning af Plantedirektoratet og Miljøstyrelsen nedsat et udvalg, der i løbet af efteråret 2010 skal give anbefalinger om anvendelsen af jordanalyser for N, P og tekstur i forbindelse med såvel miljøforvaltning som rådgivning omkring planteproduktionen. Udvalgets sammensætning fremgår af tekstboks 1, og kommissoriet for udvalgets arbejde er gengivet i appendiks 1.

Af kommissoriet (appendiks 1) fremgår det, at jordanalyseudvalget skal give anbefalinger om:

- Prøveudtagning og forbehandling af jordprøver
- Valg af analysemetoder for N og P og forskrifter hertil
- Kvalitetssikring af jordanalyser
- Retningslinjer for evt. indførelse af nye analysemetoder, herunder
 - o Hvilke kriterier skal lægges til grund for at skifte analysemetode
 - o Hvordan sikres en forsvarlig overgang mellem gammel og ny metode
 - o Evt. harmonisering med andre landes metoder – hvilke og hvordan?

Tekstboks 1 Jordanalyseudvalgets medlemmer

Institut for Agroøkologi, Aarhus Universitet (tidligere DJF)
Erik Steen Kristensen (formand)
Gitte Holton Rubæk (sekretær)

Institut for Grundvidenskab og Miljø, Københavns Universitet (KU-LIFE)
Ole K. Borggaard

Danmarks og Grønlands Geologiske undersøgelser, GEUS
Vibeke Ernsten

Institut for BioScience, Aarhus Universitet (tidligere DMU)
Gitte Blicher Mathiesen

Videncentret for Landbrug (observatør)
Leif Knudsen

Udvalget har valgt at basere sine anbefalinger på nærværende vidensyntese, som er udarbejdet af eksperter inden for fagområdet. Udvalgets anbefalinger fremgår af syntesens sidste kapitel.

Vidensyntesen er bygget op omkring 5 nøglekapitler omhandlende henholdsvis (2) jordprøveudtagning og forbehandling, (3) analyser af jordens kvælstof, (4) analyser af jordens fosfor, (5) teksturanalyse og (6) rumlig variation af jordegenskaber. I disse kapitler er relevant viden om emnerne sammenstillet af eksperter på området. Det afsluttende kapitel er forfattet af jordanalyseudvalget og indeholder udvalgets anbefalinger vedrørende brugen af jordanalyser i rådgivning og miljøforvaltning i Danmark fremover.

Vidensyntesen fokuserer således på tre jordanalyser, men behovet for kvalitetskontrol, vedligeholdelse og fornyelse af metodeforskrifter eksisterer også for alle andre jordanalyser, der anvendes på dyrket jord.

Vidensyntesens formål

Det er vidensyntesens overordnede formål at sammenfatte den viden der foreligger om jordanalysemetoder for N, P og tekstur og som har relevans for planteproduktionen og for miljøforvaltningen i Danmark.

Videnssyntesen har som delmål at:

- Evaluere nuværende Danske metoder og metodebeskrivelser for analyse af N og P i landbrugsjord
- Vurdere og evaluere anvendelsen af metoderne
- Vurdere og evaluere kvalitetskrav til analyseforskrifter og analyseresultater
- Sammenholde danske metoder og kvalitetskrav med andre EU-landes
- Vurdere om der er behov for at ændre metoder

- Vurdere behovet for kvalitetssikring
- Udrede mulighederne for at inddrage viden om rumlig variation i jordegenskaber i forbindelse med rådgivning af planteproduktion og miljøforvaltning.

Arbejdsmetode og afgrænsning

Arbejdet med udformningen af denne vidensyntese er sket på initiativ af jordanalyseudvalget. Udvalget har ved sit første møde udarbejdet en foreløbig disposition for vidensyntesen, identificeret de ekspertiser der skulle inddrages for at udarbejde syntesen og herefter identificeret en kreds af personer, der besidder de nødvendige ekspertiser. Disse eksperter har på forskellig vis bidraget til denne vidensyntese. Ekspertgruppen fremgår af tekstboks 2. Ekspertgruppen har på forskellig vis bidraget enten ved formulering af dele af vidensyntesen eller ved review af dele af rapporten.

I foråret 2010 blev relevante eksperter for de enkelte fagområder af jordanalyseudvalget anmodet om gerne i samarbejde med andre relevante eksperter på området at forestå formuleringen af de enkelte kapitler.

I juni 2010 blev der afholdt et seminar om jordanalyser, hvor førsteforfatterne for de 5 nøglekapitler fremlagde deres første bud på indholdet i kapitlerne til åben diskussion i en bred kreds af interessenter. Diskussionerne fra seminaret har været et væsentligt input til det videre arbejde med at sammenstille vidensyntesen.

Vidensyntesen må ikke opfattes som en konsensusrapport, idet det faglige ansvar for indholdet i de enkelte kapitler påhviler kapitelforfatterne alene.

Tekstboks 2 Personer der har bidraget med ekspertise til denne vidensyntese De nævnte eksperter har bidraget ved formulering af syntesen eller som gransker af et eller flere kapitler.

Prøveudtagning, -opbevaring og forbehandling af højbundsJORDE

- AU-Agroøkologi: Gitte H. Rubæk, Goswin Heckrath
- KU-LIFE: Ole K. Borggaard,
- VFL: Leif Knudsen, Hans Østergaard
- GEUS: Kim H. Esbensen, Vibeke Ernsten

Prøveudtagning, -håndtering og analyse af lavbundsJORD

- AU-Agroøkologi: Charlotte Kjærgaard, Mogens H. Greve

Analysemetoder for jordens kvælstof – specielt N-min

- AU-Agroøkologi: Bjørn Molt Petersen, Finn P. Vinther
- AU-BioScience: Gitte Blicher Mathiesen
- VFL: Leif Knudsen, Hans Østergaard
- GEUS: Vibeke Ernsten

Analysemetoder for jordens fosfor – specielt P-tal

- AU-Agroøkologi: Gitte H. Rubæk, Goswin Heckrath
- VFL: Leif Knudsen, Hans Østergaard
- KU-LIFE: Ole K. Borggaard

Analysemetoder for tekstur

- AU-Agroøkologi: Mogens H. Greve og Maria Knadel
- KU-LIFE: Ole K. Borggaard
- AU-Geoscience: Kristian Dalsgaard, Søren M. Kristiansen, Charlotte Rasmussen

Kvalitetssikring, analysestandarder og autorisation

- VFL: Hans Østergaard, Leif Knudsen
- AU-Agroøkologi: Gitte H. Rubæk, Peter Sørensen

Statistisk analyse af usikkerhed og kilder til variation

- AU-Molekylærbiologi og Genetik: Kristian Kristensen

Jordbundsdata-baser samt kortlægning og rumlig variation af jordegenska-ber

- AU-Agroøkologi: Mogens H. Greve, Goswin Heckrath, Gitte Rubæk, Peter Sørensen

Prognoser og kortlægning med udgangspunkt i jordanalyser og jordbunds-kort

- AU-Agroøkologi: Finn P. Vinther; Bjørn Molt Petersen, Christen Duus Børgesen
- VFL: Leif Knudsen, Hans Østergaard
- AU-BioScience: Gitte Blicher Mathiesen
- GEUS: Vibeke Ernsten

Baggrund

Kvalitetssikring af jordanalyser

Der er en lang tradition for at analysere jord, dels for at kunne gødske med den optimale mængde næringsstoffer til landbrugsjorden, dels for at vurdere jordtypen og dens egnethed som dyrkningsmedie. Jordanalyser blev oprindeligt anvendt i forbindelse med rådgivning af landmænd, men de anvendes i stigende grad også i forbindelse med miljømæssige problemstillinger.

Som for alle andre fagområder, der benytter sig af kemiske analyser rekvireret hos forskellige laboratorier, er der et behov for at sikre og dokumentere kvaliteten af analysearbejdet. Kvalitetssikring på et givet analyseområde kan organiseres ved en form for autorisation fra en myndighed med et tilknyttet system for tilsyn, vejledning og kontrol af de autoriserede laboratorier. Dette var situationen for jordanalyseområdet i Danmark indtil 2003. I tilknytning til autorisation fastlægges der også hvilke metodeforskrifter, laboratorierne er forpligtigede til at følge. Ligeledes forpligtes laboratorierne til at deltage i præstationsprøvninger eller ringanalyser, hvor laboratorierne med jævne mellemrum bliver bedt om at analysere referenceprøver for at kunne sammenligne resultaterne.

Akkreditering er et andet, nyere og langt bredere system for kvalitetssikring af laboratoriets arbejdsmetoder. I Danmark opnås akkreditering via Danmarks nationale akkrediteringsorgan DANAK (<http://webtool.danak.dk/akkreditering>), og andre lande har tilsvarende akkrediteringsorganer. Akkreditering på laboratorieområdet indbefatter blandt andet krav til sporbarhed for de analyseresultater, der opnås på fremsendte prøver, dokumentation for laboratoriets arbejdsprocesser og opfyldelse af OECDs regler for god laboratoriepraksis, GLP

(http://www.oecd.org/departement/0,3355,en_2649_34381_1_1_1_1_1,00.html).

Akkrediterede laboratorier vil også være forpligtigede til at deltage i præstationsprøvninger, der passer til deres udbud af analysemetoder; men der stilles ikke specifikke krav til, at de forskellige jordegenskaber skal analyseres med en specifikt angiven metode – der er metodefrihed, blot metoden er korrekt beskrevet.

Præstationsprøvninger eller ringanalyser er rygraden i enhver form for kvalitetskontrol med laboratorier. Prøvningerne består i, at der med jævne mellemrum, fra den instans der organiserer prøvningen, udsendes homogene delprøver af en referenceprøve til laboratorierne. Laboratorierne analyserer prøverne og returnerer deres analyseresultat, som herefter indgår i en sammenlignende analyse, hvori angives prøvens middelværdi og hvordan de enkelte laboratorier afviger fra denne. De laboratorier, hvis resultater afviger væsentligt fra de øvrige, kan identificeres, og disse laboratorier kan bruge resultatet til at fejlrette eller optimere på deres analysearbejde. Værdien af præstationsprøvninger er stor (Rayment et al., 1998; Rayment et al., 2000), men den falder drastisk, når antallet af deltagende laboratorier bliver lavt. Dette er en svaghed, der har stor betydning på jordanalyseområdet, hvor der for visse analyseparametre kun findes et beskedent behov for denne type af analyse, og derfor også et begrænset antal laboratorier der udbyder analysen.

Der er samtidig stærke nationale traditioner for, hvordan man har valgt at analysere jord, og derfor også for nationale metodeforskrifter og kvalitetskontrollsystemer. Kvalitetssikring af jordanalyser har derfor typisk været et nationalt anliggende.

I Holland er det nationale system for akkreditering og kvalitetssikring af blandt andet jordanalyser, WEPAL (The Wageningen Evaluating programs for Analytical Laboratories), dog videreudviklet, så det også har en international dimension. Herfra orga-

niseres præstationsprøvninger på jordanalyseområdet, og de fremstiller og udbyder forskellige referencematerialer (<http://www.wepal.nl/>) (Dijk and Houba, 2001).

Det forskelligartede udbud af analysemetoder i forskellige lande og det stigende antal aktive jordlaboratorier indikerer, at der er behov for en indsats i retning af en internationalisering af kvalitetskontrollen på jordanalyseområdet. Dette kan dog vise sig at være en ganske omfattende opgave, da jord er et komplekst medie at analysere på (alt fra måden jordprøven udtages på, opbevaring, neddeling, forbehandling samt analysemetode kan have afgørende betydning for resultatet), og fordi der analyseres med forskellige metoder, som ikke giver umiddelbart sammenlignelige resultater.

Kvalitetssikring af jordanalyser i Danmark

I Danmark har der på det seneste været stor bevågenhed omkring jordanalyser, både hvad angår metodernes generelle anvendelighed og på kvaliteten af de analyser, man kan købe (se fx Husted, 2008; Østergaard, 2008 og Rubæk et al., 2009).

Metodeforskrifter til danske jordanalyser blev fastlagt i Plantedirektoratet (PD) i 1994 og beskrevet i "Fælles arbejdsmetoder for jordbundsanalyser" (Sørensen og Bülow-Olsen, 1994). Disse danske metoder er typisk oversættelser og tilpasninger af klassiske internationalt anerkendte metoder. Tilpasningerne er oftest små, men kan give systematiske forskelle i resultaterne i forhold til andre landes versioner af samme metoder.

Plantedirektoratet havde tidligere – i samråd med et rådgivende udvalg – ansvaret for at fastlægge og forny forskrifter til jordanalyser. I tilknytning hertil fandtes en autorisationsordning for og et offentligt tilsyn med laboratorier, der udførte jordanalyser. Tilsyn og autorisation var uddelegeret til lederen af DJF's nu nedlagte centrale analyseafdeling, som omfattede et jordanalyselaboratorium, der også udbød jordanalyser kommercielt. Dette laboratorium havde derfor den nødvendige indsigt i jordanalysernes praktiske udførelse til også at kunne rådgive og vejlede de autoriserede laboratorier, PD og det rådgivende udvalg.

Det rådgivende udvalg, autorisationen og det offentlige tilsyn bortfaldt i perioden 2001-2003, hvorefter Dansk Landbrug|Landscentret (Nu Videncentret for Landbrug) påtog sig ansvaret for at organisere en frivillig tilsynsordning omfattende årlige ringanalyser af de hyppigst anvendte jordanalyser og offentliggørelse af resultaterne af ringanalyserne. De aktive jordlaboratorier deltager villigt i disse ringanalyser. Antallet af laboratorier, der udbyder de danske jordanalyser, er dog stadig faldende (tre udbydere i 2008). Det gør tilsynsarbejdet vanskeligt, da ringanalyserne bygger på at kunne identificere enkelte laboratoriers eventuelle systematiske afvigelse ved at sammenligne det enkelte laboratoriums præstation med gennemsnittet af resultaterne opnået i en større gruppe af laboratorier. Ydermere er det overordentligt vanskeligt for Videncentret for Landbrug, der ikke har praktisk erfaring med metoderne, at følge op og bistå, når de jordlaboratorier, der indgår i det frivillige tilsyn, har problemer med metoderne.

Den generelle udvikling af laboratoriernes muligheder for analytisk detektion, automatisering med mere betinger ydermere, at analyseforskrifter løbende bør opdateres for at kunne indarbejde og høste fordelene af nyudviklinger på en korrekt måde.

I øjeblikket findes der ikke en instans i Danmark, der tager hånd om vedligeholdelse og opdatering af metodeforskrifter for jordanalyser, og som har beføjelser til at afklare tvivlsspørgsmål, der løbende opstår mht. fortolkning af eksisterende metodeforskrifter på de kommercielle laboratorier.

Der blev derfor ultimo april 2008 afholdt et møde med eksperter fra KU-LIFE, DJF (nu AU) og Dansk Landbrugsrådgivning|Landscentret (nu Videntcentret for Landbrug) blandt andet med henblik på at afklare omfanget af disse analytiske problemer, og der er efterfølgende udarbejdet et fællesnotat desangående.

Nedenfor beskrives tre analyser, der indgår i både rådgivningen og reguleringen af dansk landbrug og hvor der er metodemæssige problemer.

Mineralsk kvælstof

Analyser for mineralsk kvælstof indgår som et væsentligt input i den såkaldte kvælstofprognose, der årligt udarbejdes i Danmark med henblik på at justere mængden af gødningskvælstof, som må anvendes den følgende vækstsæson. I marts 2009 blev det opdaget, at der hos det firma, der forestod analysen for mineralsk kvælstof, var sket en systematisk fejl i resultatberegningerne. Analyseforskrifterne var blevet fulgt, men på grund af en menneskelig fejl har laboratoriet i 2008 og 2009 leveret resultater baseret på vådvægt og ikke som aftalt på tørvægt. Det betød, at værdierne ved omregning fra mg N pr. g jord til kg N/ha var 15-20% for lave. Fordi fejlen var relativ lille, blev den ikke afsløret i den forundersøgelse, der blev foretaget i forbindelse med laboratoriets overtagelse af opgaven i 2008. Dette eksempel viser, hvor vigtigt det er, at der stilles krav til klare og grundige procedurer og til kvalitetsikring af alt analysearbejde.

Fosfortal

Fosfortalsanalysen giver et mål for jordens indhold af plantetilgængeligt P. Fosfortallet er en metode, der er udviklet og traditionelt anvendes til at rådgive om behovet for fosforgødsning.

Som følge af de senere års øgede fokus på fosfortabet fra dansk landbrugsjord anvendes fosfortallet nu også som den parameter, der afgør reguleringsniveauet for visse bedrifter i forbindelse med miljøgodkendelse af husdyrbrug ("Bekendtgørelse om tilladelse og godkendelse mv. af husdyrbrug", samt "Vejledning om miljøgodkendelse mv. af husdyrbrug"). Ligeledes indgår fosfortallet som en vigtig parameter ved risikovurdering af fosfortab i det nye danske fosforindeks, der anvendes til at identificere geografiske områder med stor risiko for fosfortab (Andersen et al., 2009; Heckrath et al., 2009).

Det har vist sig, at fosfortallet er principielt velegnet til både agronomiske og miljømæssige formål (Rubæk et al., 2009), men det er kritisk, at fosfortallet ofte volder

metodiske problemer for laboratorierne. Ringanalyser viser store systematiske forskelle både mellem laboratorier og over tid. Teknisk set er metoden vanskelig at automatisere, og metodebeskrivelsen fra 1994 indeholder ikke alle de nødvendige specifikationer, til at metoden kan sættes op til at give ”korrekte” resultater. Der er derfor et akut behov for, at kvaliteten af de fosfortal, man anvender ved regulering, sikres, og for at metodeforskriften bliver opdateret og vedligeholdt.

Tekstur

Tekstur er en metode, der først og fremmest belyser størrelsesfordelingen af jordens mineralske primærpartikler. Jordens tekstur har stor betydning for jordens egnethed som dyrkningsmedie.

Teksturanalyser udgør således rygraden i al dansk jordbundskortlægning, og jordbundskortlægningen indgår direkte i stort set al modellerings- og prognosearbejde omkring næringsstoftransport i og under rodzonen.

I forbindelse med at et stort udenlandsk laboratorium implementerer danske jordanalysemetoder, har det vist sig, at metodebeskrivelsen på afgørende punkter er uklar og kan tolkes anderledes end, hvad der hidtil har været gældende praksis i Danmark. Den ”nye” fortolkning vil ændre væsentligt på det lerindhold, der bestemmes, og som er afgørende for, hvordan jorden klassificeres. Ændringer i jordklassifikationen vil efterfølgende påvirke udfaldet af afledte model- og prognoseredskeer. Det er derfor meget vigtigt, at der tages stilling til eventuel revision af forskriften, og at det klarlægges, hvad en eventuel ændring i metoden måtte betyde for dansk jordklassificering og kortlægning.

Variation i jordegenskaber og sensorbaserede kortlægningsteknikker

Jordens egenskaber varierer inden for den enkelte mark. Omfanget af variationen vil typisk afhænge af hvilken jordegenskab, der er i fokus, af den geologiske oprindelse af jorden og af landskabets relief (se kapitel 6). Variationen har stor betydning for både planteproduktionen og for risikoen for tab af fx næringsstoffer til vandmiljøet. I de traditionelle jordprøver, der udtages med henblik på rådgivning i planteproduktionen, kommer denne variation ikke til udtryk, da disse prøver består af én fællesprøve (se kapitel 2), som er sammensat af flere delprøver udtaget med henblik på at repræsentere det samlede areal.

Hvis man har viden om variationen i jordens egenskaber kan den med fordel udnyttes, fx i forbindelse med præcisionsjordbrug. Detaljeret indsigt i variationen i jordens egenskaber i landskabet vil fremover også kunne bidrage til præcis udpegning af de områder i landskabet eller marken, hvor man med fordel kan sætte målrettet ind med for eksempel virkemidler til beskyttelse af vandmiljøet mod næringsstofftab. Hvis viden om variation skal opnås ved kemisk analyse af mange prøver fra et areal, bliver det dog hurtigt meget dyrt, og der arbejdes da også intenst med at udvikle sensorbaserede teknikker til dette formål. Vidensyntesens sidste kapitel (kapitel 6) omhandler

variation i jordegenskaber regionalt og lokalt samt sensorbaserede teknikker, der kan kortlægge denne variation.

Referencer

Andersen, HE, Heckrath, G, Jensen, AL, Kronvang, B, Rubæk, GH, Kjærgaard, C & Hoffmann, CC 2009. Et web-baseret P-indeks som miljøplanlægningsværktøj: del 2. Vand og Jord, nr. 2, s. 49-52.

Van Dijk, D & Houba, VJG 2001. Homogeneity and stability of materials distributed within the Wageningen evaluating programmes for analytical laboratories. Commun. Soil Sci. Plant. Anal. 31:1745-1756.

Jones, JB Jr. 2001. Laboratory guide for conducting soil tests and plant analysis. CRC Press, Washington DC. 363 pp.

Heckrath, G, Andersen, HE, Rubæk, GH, Kronvang, B, Kjærgaard, C & Hoffmann, CC 2009. Et web-baseret P-indeks som miljøplanlægningsværktøj: del 1. Vand og Jord, nr. 2, s. 44-48.

Husted, S 2008. Jordbundsanalyser og sammenhæng med mængde af tilgængelige næringsstoffer, side 261. I: Sammendrag af indlæg ved Plantekongres 2008. (http://www.lr.dk/planteavl/informationsserier/info-planter/plko8_p6_2_s_husted.pdf).

Rayment, GE, Peverill, KI, & Shelley, GC 1998. Australian soil and plant quality assurance programs and the impact of variability of test results on clients. Australian Journal of Experimental Agriculture 38:777-784.

Rayment, GE, Miller RO, Sulaiman E 2000. Proficiency testing and other interactive measures to enhance analytical quality in soil and plant laboratories. Communications in Soil Science and Plant Analysis 31:1513-1530.

Rubæk, GH, Heckrath, G, Greve MH 2009. Fosforresursen i dansk landbrugsjord. Vand og Jord nr. 2, s. 54-57.

Sørensen, NK & Bülow-Olsen, A (red.) 1994. Fælles arbejdsmetoder for jordbundsanalyser. Plantedirektoratet, Landbrugsministeriet.

Østergaard, HS 2008. Anvendelse af jordbundsanalyser i Danmark og danske metoder sammenlignet med udenlandske. Side 258-260 i Sammendrag af indlæg ved Plantekongres 2008 (http://www.lr.dk/planteavl/informationsserier/info-planter/plko8_p6_1_hso.pdf).

Udtagning af jordbundsprøver, opbevaring og forberedelse til analyse

Leif Knudsen

Videncentret for Landbrug

Kristian Kristensen, Goswin Heckrath og Charlotte Kjærgaard

Aarhus Universitet

Det agronomiske formål med jordbundsanalyser er at afdække behovet for tilførsel af et givet næringsstof for et givet areal. I miljømæssig sammenhæng anvendes jordbundsanalysen til at afdække risikoen for tab af et givet næringsstof fra arealet. I begge tilfælde skal både valg af analysemetode og udtagningsstrategi, forbehandling og prøveforberedelsen tilrettelægges således, at sammenhængen mellem *analyseværdien* og det givne *næringsstofbehov* eller *risikoen for tab* optimeres. Prøveudtagning, forbehandling og prøveforberedelse er påvirket af den analysemetode, der vælges.

Vejledning i udtagning af jordanalyser findes på Landbrugsinfo (www.landbrugsinfo.dk) for jordprøver generelt (Knudsen, 2003) og for positionsbestemte jordprøver (Hørfarter, 2002).

Prøveudtagning

Strategi for udtagning af jordprøver dækker udtagningsdybde, antal delprøver pr. prøve, fordeling af delprøver inden for et prøvefelt, antal prøver pr. arealenhed, opdeling af arealer i prøvefelter, tidspunkt for udtagning og udtagningsudstyr. Delprøver benævnes ofte ”stik”, fordi udtagningen sker med et jordprøvespyd. Jordprøvespyd kan have forskellig udformning, men til udtagning af prøver til 20 cm’s dybde anvendes normalt et jordspyd med ca. 3 cm diameter. Prøver til undersøgelse af jordens pH (Reaktionstal), fosfor, kalium, magnesium og mikro-næringsstoffer udtages normalt fra høst til væksten går i gang. Der må ikke være spredt kalk eller gødning på marken siden høst, på det tidspunkt prøverne udtages.

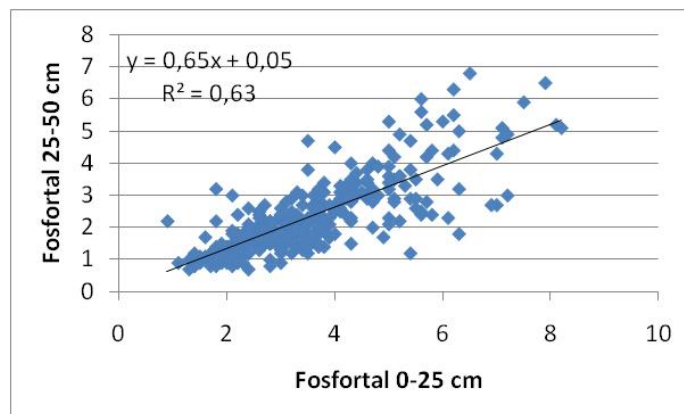
Udtagningsdybde

Hovedparten af næringsstoffer, der ikke er mobile i jorden, optages fra pløjelaget. Det skyldes dels, at rodaktiviteten er størst nær jordoverfladen, dels at koncentrationen af næringsstoffer er størst her, fordi det her er mest påvirket af mange års gødskning. Det gælder fosfor, kalium, magnesium, kobber og zink.

I jord med stor næringsstofftilførsel over en længere årrække kan indholdet af immobile næringsstoffer – også i lagene under pløjelaget – være relativt højt. Det gælder fx for fosfor, hvor der er et markant højere indhold fra 25-50 cm’s dybde på landbrugsjord sammenlignet med naturarealer (Rubæk et al., 2000). Specielt i en situation med ingen eller nedsat tilførsel af et næringsstof i en årrække kan det ikke udelukkes,

at næringsstofindholdet i lagene under pløjelaget kan have afgørende betydning for planternes næringsstofforsyning.

I marker, hvor der gennem mange år har været en stabil næringsstofforsyning, vil der være en god korrelation mellem indholdet af næringsstoffer i rodzonen og de underliggende lag (se figur 1).



Figur 1. Sammenhæng mellem fosfortal i dybden 0-25 cm med fosfortal i dybden 25-50 cm. Data fra 331 punkter i Kvadratnettet prøvetaget 1997-1998

Jordens pH påvirkes i både pløjelaget og lagene under pløjelaget af kalkningen på arealet gennem en årrække; men der er en geografisk forskel. I Vestdanmark er pH typisk aftagende ned igennem jordlagene. Hvorimod der på en Østdansk morænejord, der fra istiden har været kalkholdig, og hvor nedbøren og dermed nedvaskningen af kalk har været mindre, er et stignende pH ned gennem jordprofilen (Madsen, 1989). For immobile næringsstoffer som fosfor, kalium, magnesium, kobber og zink samt for pH bestemmelse anbefales derfor normalt at udtage jordbundsprøver i pløjelagets dybde, dvs. typisk 20 cm's dybde. Både fordi optagelsen af næringsstoffer er størst fra pløjelaget og fordi indholdet i de dybere liggende jordlag typisk er godt korreleret med indholdet i pløjelaget.

Ved udtagning af jordbundsprøver kan det være svært at holde en konstant udtagningsdybde, og i en række tilfælde under tørre forhold kan udtagningsdybden blive mindre. En undersøgelse af udtagningsdybdens betydning blev foretaget for marker i sædskifte, der årligt eller næsten årligt blev pløjet. Undersøgelsen viste for jord, der regelmæssigt bliver pløjet, at udtagningsdybden ned til 25 cm ikke er afgørende. Fosfor (Pt), kalium (Kt) og Magnesium (Mgt) stiger med dybden, men stigningen er begrænset (tabel 1). Under 25 cm, dvs. under pløjelaget, falder indholdet igen. Dette er specielt markant for fosfor, som også er det mest immobile næringsstof.

På arealer, der ikke pløjes, fx vedvarende græsarealer og for marker med reduceret jordbearbejdning må derimod forventes et markant højere indhold af immobile næringsstoffer i de øverste få cm jord.

Tabel 1. Analyseresultater ved udtagning af jordprøver til forskellig dybde og med forskellige metoder. Gennemsnit af 45 marker, prøverne udtaget af Østjysk Landbrugsrådgivning (Gosvig og Knudsen, 1997)

Led nr.	Udtagningsdybde, cm	Gennemsnit			
		Rt	Pt	Kt	Mgt
1	0-10	6,35	4,08	8,63	5,74
2	11-15	6,38	4,15	8,97	5,92
3	16-20	6,37	4,24	10,16	6,04
4	21-25	6,34	4,20	10,52	6,03
5	26-30	6,37	3,76	9,04	5,60
LSD (1-5)		n.s.	0,19	0,65	0,29
Std. afv. (1-5)		0,17	0,45	1,56	0,71

Et mobilt næringsstof som nitrat-kvælstof forekommer om foråret næsten jævnt fordelt til 1 meters dybde, og indholdet kan alt efter de klimatiske omstændigheder være større eller mindre i bunden af rodzonen end ved jordoverfladen. Her skal prøvedybden i princippet være roddybden. Tidligere undersøgelser har dog vist, at indholdet fra 0-75 cm er godt korreleret med indholdet i det underliggende 25 cm jordlag. Derfor anbefales en prøvedybde for N-min på lerjord til 0-75 cm. På sandjord, hvor roddybden er mindre anbefales kun en prøvetagningsdybde på 50 cm (Pedersen, 1997).

Antal delprøver (stik) pr. prøve

En jordprøve skal i praksis repræsentere et areal typisk fra 0,5 til 5,0 ha. Der er gennemført en række ældre undersøgelser af, hvor stor variationen i næringsstofindholdet i jorden er for forskellige næringsstoffer. Typisk er variationen undersøgt ved at udtage et antal stik på et givet areal og analysere hvert enkelt stik. Jo større et areal stikkene fordeles på, jo større vil variationen generelt være. I tre marker i Nordjylland blev variationen i pH (Reaktionstal), fosfor (Pt), kalium (Kt) og magnesium (Mgt) undersøgt ved at analysere jord for hvert enkelt stik ved stigende arealstørrelse (tabel 2). I denne undersøgelse er variationen mellem stikkene ens ved et areal af prøvefeltet op til 100 m².

Ældre undersøgelser, gengivet af Nielsen (1996), viste variationskoefficienter af samme størrelser. Også i disse undersøgelser er der en stor variation inden for et meget lille område. Generelt tyder undersøgelserne på, at halvdelen af den variation, der er i en mark, skyldes variation inden for et lille område. Ud fra de forskellige undersøgelser er der i tabel 3 angivet en variationskoefficient for forskellige næringsstoffer. Desuden er angivet en middelværdi for analysen og herudfra er spredningen på middelværdien af analyseresultatet beregnet ved at udtage et stigende antal delprøver (stik). Værdierne er gældende inden for en arealstørrelse på 1-2 ha. Beregningen er foretaget ved et gennemsnitligt indhold af hver parameter og variationskoefficient for

hver analyseparameter og under forudsætning af, at analyseværdierne i de udtagne stik er uafhængige. Resultaterne er vist i tabel 3.

Tabel 2. Variationskoefficienter (%) for reaktionstal og næringsstofindhold i jord i 5 marker ved udtagning fra forskellige størrelser areal. Knudsen et. al. 2009

Areal, m²	Rt	Pt	Kt	Mgt
1	2-5	7-17	17-52	6-29
10	2-6	6-18	12-88	7-33
100	2-5	7-20	15-47	10-32

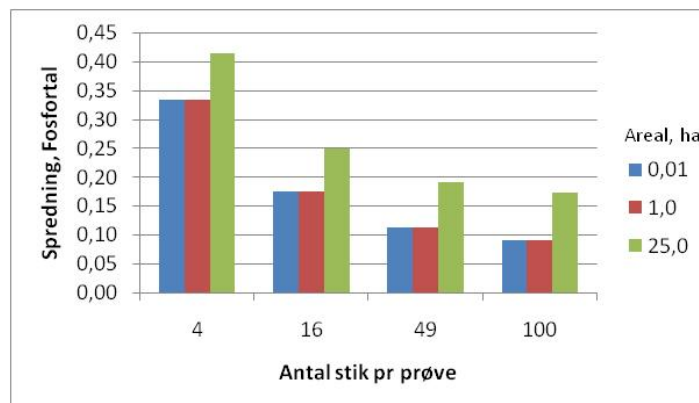
Tabel 3. Standardafvigelse på middelværdien ved udtagning af stigende antal delprøver pr. prøve. Værdierne er typisk gældende inden for et areal på 1-2 ha

	Var.koeff.	Middel- værdi	Antal stik					
			2	4	8	16	32	64
Reaktionstal (pH)	5	6,5	0,23	0,16	0,11	0,08	0,06	0,04
Fosfortal	20	4,0	0,57	0,40	0,28	0,20	0,14	0,10
Kaliumtal	40	10,0	2,83	2,00	1,41	1,00	0,71	0,50
Magnesiumtal	25	4,0	0,71	0,50	0,35	0,25	0,18	0,13

Prøveudtagningssikkerheden kan øges ved at øge antallet af stik pr. prøve. Det optimale antal stik pr. prøve vil afhænge af omkostningerne og gevinsten ved at tage flere stik. Gevinsten ved at øge antallet af stik ud over 16 er relativ beskeden. Videntcentret for Landbrug har tidligere angivet kravet til analysesikkerhed som en standardafvigelse på maks. 10% for Pt, Kt, Mgt og 0,1 enheder for Rt. Hvis dette overføres til sikkerheden ved udtagning, kan det i tabellen ses, at 16 stik pr. prøve overholder dette krav for alle parametre. Den generelle anbefaling ved udtagning af jordbundsprøver er generelt 16 stik pr. prøve, som skal ses som et kompromis mellem prøveudtagningssikkerhed og omkostningen til prøveudtagning.

På to kuperede marker på morænejord i Nord- og Østjylland henholdsvis ved Sæby og Årslev blev der udtaget prøver til bestemmelse af fosfortallet (Heckrath et al., 2005). I hver mark er udtaget mere end 100 jordprøver på et regelmæssigt grid med ét stik med jordspyd i overjorden (0-25 cm). Disse data er analyseret ved hjælp af geostatistiske metoder, og ud fra den estimerede rumlige variation i markerne er variationen inden for marken og ved forskellige udtagningsstrategier beregnet. I figur 2 er vist et eksempel for spredningen på middelværdien ved at udtage 4, 16, 49 eller 100 stik pr. prøve. Spredningen på middelværdien af prøven stiger, når arealet af

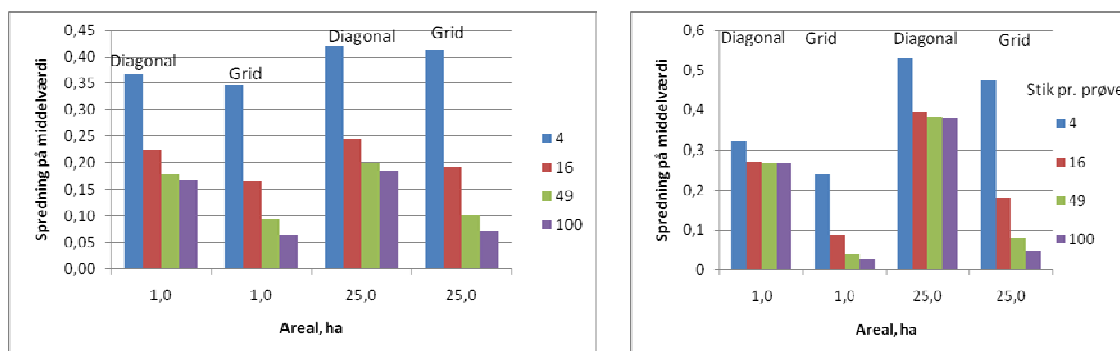
prøvefladen øges fra 1 til 25 ha. Derimod ændres den her ikke væsentlig af, om prøven udtages inden for 0,1 ha eller 1 ha. Spredningen falder med stigende antal stik pr. prøve. Ved at øge antallet af stik fra 16 til 49 i denne mark reduceres spredningen med 0,07 enheder, hvilket ikke vil have agronomisk betydning, men i andre marker med større variabilitet kunne ændringen blive betydelig.



Figur 2. Spredning på middelværdien af fosfortallet ved forskelligt antal stik pr. prøve udtaget tilfældigt i marken ved Årslev og ved stigende areal på prøvefladen

Det er også undersøgt, hvilken betydning det har, om stikkene udtages på en diagonal fra hjørne til hjørne på prøvefladen eller om stikkene fordeles jævnt i et grid på prøvefladen, hvor det er antaget, at markerne er kvadratiske eller omtrent kvadratiske.

Resultatet for hver af de to marker ses på figur 3.



Figur 3. Sammenligning af spredningen på middelværdien af fosfortallet ved udtagning af stik på en diagonallinje med stikkene jævnt fordelt eller fordeling i et grid fordelt jævnt på et kvadratisk areal. Til venstre resultatet fra Aarslev og til højre resultatet fra Sæby. Data fra Kristensen, 2010

Udtagning langs en diagonallinje eller i et grid ved 4 stik giver stort set samme spredning i begge marker, men afhænger – især på marken i Sæby – af, hvor stort et areal de 4 stik skal repræsentere. Ved stigende antal stik forøges forskellen i spredning, hvor udtagning i grid bliver forholdsvis bedre. Årsagen er, at fosfortallet er korreleret

inden for korte afstande. Derfor vil man med diagonalmetoden ikke fange variationen i de to hjørner af marken modsat diagonalen. Ved udtagning af 16 stik på 1 ha falder spredningen på middelværdien fra 0,27 enheder til 0,17 enheder i Aarslev, men den falder fra 0,25 til 0,09 i Sæby. Mens forskellen næppe har agronomisk betydning i Aarslev, så er den i Sæby af en størrelsesorden, hvor det godt kan have betydning. I marker, som er mere rektangulære, bliver forskellen mellem de to metoder mindre. Er markerne eksempelvis 4 gange længere end de er brede, falder spredningen på middelværdien ved udtagning af 16 stik på 1 ha fra 0,20 til 0,17 enheder i Aarslev, mens den falder fra 0,20 til 0,09 i Sæby (data ikke vist), hvilket skyldes at diagonalmetoden repræsenterer marken bedre, jo længere og smallere marken er (det er her antaget, at griddet i den kvadratiske mark på 100×100 m består af 4 rækker og 4 kolonner mens den i den rektangulære mark på 200×50 m består af 8 rækker og 2 kolonner).

En stor del af variationen i jordens indhold af næringsstoffer fremkommer jf. tabel 2 inden for ganske korte afstande. Derfor skal der udtages flere stik pr. prøve selv ved udtagning fra et lille prøveareal. I den normale anbefaling afhænger antallet af anbefalede stik pr. prøve ikke af arealets størrelse.

Delprøveudtagning

Ved udtagning af mange delstik pr. prøve vil den udtagne prøvemængde ofte overstige den mængde, der skal sendes til analyse (primærprøven er ofte meget større end den krævede analysemasse), dvs. der skal udtages en *delprøve* til analyse fra blandingen af de enkelte stik. Det er vigtigt at udtage denne delmængde *repræsentativt*. Denne aktivitet bidrager med fra 10%-75% af den samlede prøveudtagningsusikkerhed, afhængig af procedure. En generel introduktion til heterogenitet og prøvetagningsrepræsentativitet kan findes hos Esbensen & Petersen (2009), omfattende både primær- og delprøveudtagning. I den agronomiske kontekst gælder, at hvis der forekommer fri kalk i prøverne, vil det for pH af indlysende grunde være svært at udtage en sådan prøve repræsentativt. Det er kritisk vigtigt at anvende optimale metoder til udtagning af delprøver (masseneddeling). En fuldstændig redegørelse for alle nødvendige principper herfor, med eksperimentel dokumentation, findes hos Petersen et al. (2004). Det er ikke en fuldstændig betingelse for repræsentativ masseneddeling at blande de indgående stik omhyggeligt før delprøven udtages, det er nødvendigt at anvende mekanisk spalteneddeling (udtagning med ske (scoop) eller lignende såkaldt "grabsampling" er ikke acceptabel). Neddeling af en jordprøve bør derfor principielt foregå ved mekanisk spalteneddeling, da omhyggelig opblanding og efterfølgende udtagning med ske (scoop) eller lignende ikke vil kunne sikre fuldstændig repræsentativitet (Petersen et al., 2004). Der findes adskillige introduktioner til dette emne, fx. Esbensen (2006) (dansk), Esbensen & Minkinen (2004), Esbensen & Petersen (2009), Petersen et al. (2004).

Ved udtagning af jordprøver til standardanalyse (Rt, Pt, Kt, Mgt), hvor der udtages mange analyser, og hvor det er vigtigt, at omkostningerne til udtagning og analyse er

lav, er der p.t. ikke givet retningslinjer for udtagning af delprøver. Det bør overvejes, hvorvidt emballagen skal tilpasses til at rumme hele primærprøven, så der ikke skal udtages en delprøve, eller volumen på delprøverne afpasses så primærprøven svarer til emballagen. Alternativt skal det overvejes, om der kan introduceres udstyr, så en repræsentativ delprøve kan udtages i marken.

Variation inden for marken

Ud over den variation i jordens indhold af næringsstoffer, der forekommer inden for korte afstande (inden for få meter), er der en større variation inden for samme mark, der kan skyldes varieret topografi, forskellige pedologiske forhold, især tekstur, eller forskellig dyrkning, herunder tilførsel af næringsstoffer i årene forud. Undersøgelser viser, at fosfortallet (Pt) typisk falder ved stigende lerindhold i marken. Forklaringen er, at udbyttet ofte stiger med lerindholdet, og dermed stiger fraførslen af fosfor. Bindingskapaciteten for fosfor i jord er også korreleret med lerindholdet, og ved stigende bindingskapacitet er der tendens til faldende fosfortilgængelighed. Indholdet af kalium, magnesium og kobber vil derimod stige med stigende lerindhold. Det skyldes et naturligt større indhold af disse næringsstoffer på lerjord, men også at tabet af disse næringsstoffer er mindre på ler- end på sandjord. Reaktionstallet er derimod ikke entydigt korreleret med jordens lerindhold (Knudsen, 1997).

Områder i marken med et højt indhold af organisk stof (typisk lavninger) kan afvige væsentligt i reaktionstal og næringsstofindhold i forhold til mineralsk jord i marken. Et højt indhold af organisk stof i prøven betyder også, at analysen og tolkningen af analysetallene skal være anderledes end for mineraljord (se kapitlets afsnit om lavbundslande). På tværs af agerretningen kan der forekomme en systematisk variation som følge af uens spredning af specielt kalk.

Opdeling af marken i prøvefelter

For store marker eller mindre marker, som er meget heterogene, kan det være relevant at opdele disse i flere prøvefelter.

Der kan skelnes mellem 3 udtagingsstrategier:

1. Inddeling af markerne i simple geometriske prøvefelter
2. Intelligent delmarksinddeling i henhold til varierende fysiske forhold
3. Udtagning i grid evt. kombineret med geostatistisk interpolation.



Tilfældig inddeling af markerne i simple geometriske prøvefelter



Udtagning baseret på "intelligent delmarksinddeling"



Udtagning af prøver i fx 100 meter grid

Figur 4. Inddeling af én mark i prøvefelter. Den blå linje repræsenterer udtagningslinjer, hvor der udtages 16 enkeltstik jævnt fordelt over afstanden

Inddeling af marker i simple geometriske zoner

Ved denne metode inddeles marken i lige store delmarker. Størrelsen af delmarker er i praksis normalt 2-5 ha. Evt. vælges det kun at tage én prøve pr. mark uanset størrelsen. Udtagningen sker normalt ved at gå eller køre diagonalt over prøvefladen og udtage 16 delstik. I stærkt afvigende områder, fx små områder med lavbundsjord, udtages ikke delstik. Hvis det afvigende område er stort, fx over 0,5 ha, udtages en selvstændig prøve. Delmarker bør ikke slås sammen på tværs af gamle markskel. Delstik tages ikke i foragre, hvor der har stået hegn o.l. Metoden har den fordel, at den er meget enkel. Ulempen er, at der kan være stor variation, som ikke afdækkes af den valgte inddeling.

Delmarksinddeling i henhold til varierende fysiske forhold

Før udtagning foretages en delmarksinddeling med det formål at opdele marken i forholdsvis homogene delmarker, hvor variationen i reaktionstal og indhold af næringsstoffer er mindre inden for delmarken end inden for hele marken. Delmarksinddelingen kan foretages ud fra forskellige parametre, der antages at være knyttet til indholdet af næringsstoffer i marken, og som kan kortlægges omkostningseffektivt for marken. Der findes dog kun få undersøgelser, der systematisk har belyst disse sammenhænge. En kortlægning af jordens ledningsevne (fx vha. EM 38 eller Veris EC), der er korreleret til jordens lerindhold, blev foreslået som en mulighed for at karakterisere den rumlige variation af næringsstoffer. Nyere undersøgelser viser dog, at denne anvendelse af ledningsevnen ikke kan generaliseres. Andre muligheder er anvendelse af terrænattributter (hældning, krumning; Heckrath et al. (2005)), biomassekort eller udbyttekort. Inden for hver delmark udtages én eller flere prøver efter samme princip som beskrevet ovenfor.

Danmarks JordbrugsForskning foretog i 2005 en indledende undersøgelse af, hvordan en delmarksinddeling kunne foretages ud fra topografi, herunder terrænhæld-

ning, jordens elektriske ledningsevne (EM 38) samt sort-hvid foto (Schelde og Olesen, 2005). Inddelingen af marker blev foretaget med programmet Management Zone Analyst (Fridgen et al. 2004), der kan downloades fra internettet. På basis af udvalgte kortlagte input parametre beregner MZA-programmet zoner i marken, der er optimalt ensartede. Den statistiske metode som MZA anvender, en såkaldt "fuzzy unsupervised clustering", som identificerer klynger af ensartede områder. Input filer indeholder punktoplysninger om topografi osv. for et grid på eksempelvis 10 m. Modellens resultat angiver hvert enkelt gridpunkts zone-tilhørsforhold ved en ønsket inddeling i hhv. 2-7 zoner.

Undersøgelsen viste, at kombinationen af højde, hældning, EM 38 og sort-hvid foto gav den bedste delmarksinddeling for at minimere variationen i Rt, mens højde, hældning og EM 38 var tilstrækkeligt til at foretage delmarksinddeling for Pt. På sort-hvid foto kan områder med højt indhold af organisk stof udskilles, hvorimod EM-38 målinger ikke differentierer mellem ler og organisk stof.

I praksis bruges ofte en variant mellem strategi et og to. Prøvetageren foretager ofte i marken en delmarksinddeling efter topografien og åbenlyse forskelle i jordtyper. Fordelen ved at anvende mere præcise data som EM 38, højde mv. kan på nuværende tidspunkt ikke umiddelbart kvantificeres.

Gridprøver og Geostatistisk interpolation

Hvis variationen i reaktionstal og indhold af næringsstoffer er stationær (og tilfældigt fordelt, med en korrelationskoefficient, som afhænger af afstanden mellem punkterne) hen over marken, kan variationen beskrives ved geostatistiske modeller. Modelerne bygger på, at variationen i indhold mellem de nærmeste punkter er mindre end variationen i hele marken, og interpolationsmetoden kaldes ofte for kriging. For at anvendelse af kriging til interpolering giver mening, skal afstanden i marken mellem de udtagne prøver ikke være så stor, at der ikke længere er en indbyrdes afhængighed.

McBratney og Pringle (1997) sammenstillede en række undersøgelser over, hvor stor prøveafstanden kan være, før variationen mellem 2 nabopunkter er lige så stor som variationen inden for marken. Antages det, at prøveafstanden maksimalt må være halvdelen af den afstand, hvor den indbyrdes afhængighed ophører, kan vejledende afstande opstilles som angivet i tabel 4.

For at benytte kriging til interpolation skal afstanden mellem punkter, hvori der udtages prøver være maks. ca. 100 m (tabel 4). Derudover anfører McBratney & Pringle (1997), at der skal udtages mindst 100 prøver i marken. Samtidig anbefaler de, at interpolere til blokke á fx 10×10 m i stedet for punkter. Hvis disse betingelser ikke er opfyldt, foreslår de andre interpolationsmetoder som fx "Inverse Distance", hvor værdien i et givet punkt i marken beregnes ud fra de aktuelle prøveresultater vægtet med afstanden til disse. Man skal dog stadig have analyseresultater fra mindst 10 punkter i marken. Med de omkostninger til analyser og udtagning, som er gældende ved kom-

merciel jordprøveudtagning til kortlægning af kalk- og næringsstofbehov, er udtagning af 100 analyser pr. mark helt urealistisk, og derfor baseres interpolation i praksis på "Invers Distance".

Tabel 4. Afstande mellem prøvepunkter, hvor der er indbyrdes afhængighed (McBratney and Pringle, 1997)

	Maks. afstand, hvor prøver er indbyrdes afhængige, meter	Maks. prøveafstand, meter
Reaktionstal	210	100
Kalium	255	125
Fosfor	193	100

I flere tilfælde kan man øge præcisionen (og/eller spare en del analyseudgifter), hvis man kan finde andre og billigere målinger, som er korreleret til den variabel, man er interesseret i at få kortlagt og så benytte disse i en ko-kriging (McBratney & Pringle, 1997). En oplagt mulighed her er at benytte hældning, højde og EM 38 som nævnt ovenfor.

Ved udtagning i grid anbefales at udtage 16 delprøver (stik) pr. prøve. Prøverne tages typisk i en cirkel på ca. 10-20 m omkring positionen. Dette er i overensstemmelse med konklusioner af Oliver et. al. (1997) og Schirmann et al.,(2009).

Udtagning af jordprøver på lavbundsjord

Af det ovenstående fremgår, at det er vigtigt ikke at blande jordprøver fra højbunds-mineraljord og lavbundsjord. Lavbundsarealer omfatter såvel mineraljord (sand, ler) som organogene jorde (tørv, gytje). Lavbundsarealer adskiller sig fra højbunds-jorde ved at være grundvandspåvirkede, hvor grundvandsspejlet i vinterhalvåret ofte stiger til terrænkote. Grundvandspåvirkningen er mest udpræget hvor lavbunds-jorden er meget kulstofholdig (organogen). Generelt er lavbundsarealer jordkemisk meget heterogene, dels som følge af geologiske dannelsesforhold, dels som følge af grundvandspåvirkningen. Geokemien i lavbunds-jorden vil ofte afspejle kemien i det grundvand, der gennemstrømmer lavbundsarealet. Dette ses blandt andet ved meget høje koncentrationer af jern i form af okkerudfældninger i lavbunds-jorde med pyritholdige grundvandsmagasiner (okkerklassificeringen) eller jern fra jernkarbonater i andre geologiske aflejringer. Danske undersøgelser har vist, at lavbunds-jordens jernindhold har meget stor betydning for binding af fosfor. Fosfor er generelt meget hårdt bundet til disse frie jernoxider, og derfor anses fosfortallet ikke at være en velegnet metode til at afdække fosfortilgængeligheden på lavbunds-jorde – hverken minerogene eller organogene. Et estimat for den jernbundne fosforpulje kan fås ved ekstrakti-

on med bicarbonat-dithionit (BD-ekstraktion). Det formodes, at afgrøderne kan udnytte en del af den jernbundne fosforpulje, men der findes p.t. ikke undersøgelser af plantetilgængeligheden af denne pulje.

Særligt vandløbsnære lavbundsarealer er dynamiske systemer, hvor der med grundvandet kontinuerligt kan tilføres nyt jern til de øvre jordlag. Dette betyder, at jordens jernindhold over tid må betragtes som en dynamisk parameter. Hvor lavbundsarealer gennemstrømmes med specielt overfladenært grundvand, kan der ligeledes tilføres nitrat til lavbunds-jorden, mens der generelt ikke tilføres kvantitativt betydende mængder fosfor med grundvandet. Da grundvandstilstrømningen kan variere meget betydeligt inden for en lokalitet, kan der følgelig være meget store variationer i både kulstof, nitrat, jern og fosforindhold indenfor små afstande. Der findes p.t. ingen systematiske undersøgelser af arealvariationen i forskellige jordparametre på lavbundsarealer. Ved udtagning af jordprøver på lavbundsarealer anbefales prøvetagning baseret på "intelligent" delmarksinddeling, hvor delmarker kan opdeles på basis af tilgængeligt kortmateriale (jordtypekort, udbyttekort, terrænkoter, etc.). Kortlægning af jordens ledningsevne (EM38) kan benyttes til at adskille organogene og sandede områder. Inden for hver delmark udtages én eller flere prøver efter samme princip som beskrevet ovenfor. I nogle tilfælde vil dybden af det organogene jordlag være så lille, at udtagning af jordprøver i pløjelagets dybde vil give en blanding af organogen jord og mineraljord. Prøvedybden bør justeres således, at der enten tages prøver af det organogene lag eller af mineraljord. Med hensyn til antal stik pr. prøve mv. er anbefalingen ikke anderledes end for mineraljord.

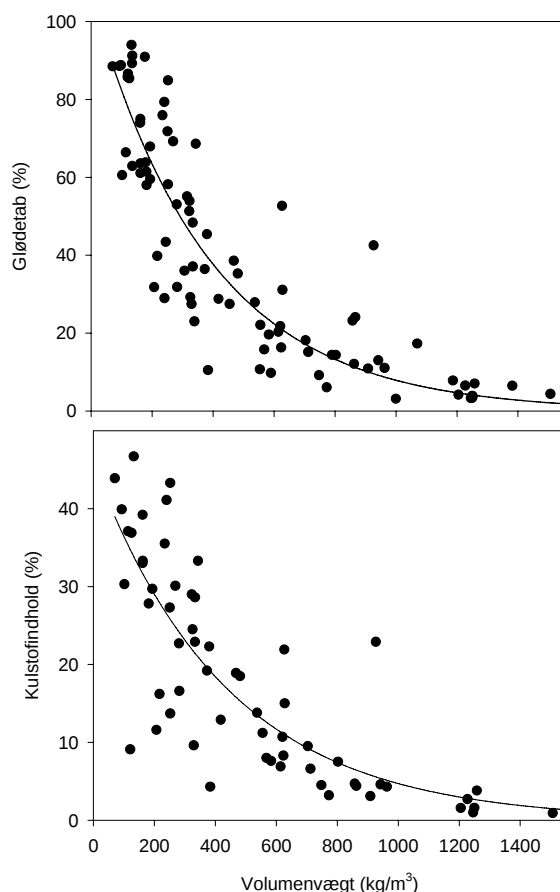
Organogene jorder har en betydeligt lavere og mere variabel volumenvægt (rumvægt) end mineraljord. Idet det antages, at planten kan optage næringsstoffer fra et bestemt volumen skal analyseværdierne korrigeres i forhold til volumenvægten. Hvis det skønnes, at jordens rumvægt afviger mere end 10-20% fra den normale, skal der ifølge Plantedirektoratets vejledning foretages en rumvægtskorrektur. Rumvægtskorrektur skal altid foretages ved bestemmelse af kalkbehov (Plantedirektoratet, 1994). Rumvægtsfaktoren beregnes ud fra en bestemmelse af jordens volumenvægt. Ved et indhold af organisk stof på 10% er rumvægtsfaktoren ca. 0,8, mens den ved et indhold på 50% er ca. 0,3 (Østergaard, 2006). Hvis beregningen af mængden af næringsstoffer skal ske nøjagtigt pr. ha, hvilket fx kan være tilfældet ved bestemmelse af indhold i miljømæssig sammenhæng, vil ovennævnte sammenhæng være for unøjagtig, og der skal derfor foretages en mere nøjagtig bestemmelse af rumvægten.

Figur 5 viser variationen i volumenvægt ($50-1200 \text{ kg/m}^3$) for organogen lavbunds-jord, der varierer fra rene tørv, over forskellige tørvblandinger til gytje. Når volumenvægten kommer over 1200 kg/m^3 er der tale om rene mineraljorde. Figuren viser desuden sammenhængen mellem jordens volumenvægt og kulstofindhold/glødetab. Det ses, at jorde med en given volumenvægt kan have meget betydelige variationer i kulstofindhold eller glødetab. Det kan derfor ikke anbefales at benytte jordens kulstofindhold eller glødetab ved omregning af analyseværdier fra mg/kg til kg/ha. Vari-

ationen i volumenvægt betyder en meget stor variation i fx indhold af total P ved en given analysværdi. Ved en analyseværdi af total P på 1000 mg/kg giver dette total P i kg pr. hektar varierende fra 125 til 3750 kg/ha afhængig af jordens volumenvægt.

Det anbefales derfor, at der ved jordprøvetagning for hver delmark tilsvarende udtages en volumenprøve til bestemmelse af jordens volumenvægt. Volumenprøven bør udtages med dertil egnet volumenbor (fx volumenbor fra Eijkelkamp til lavbundsjord). Ved udtagning af volumenprøven skal jordkernens længde noteres, således at der efter tørvægtsbestemmelsen kan beregnes en volumenvægt.

Den korrekte opbevaring af jordprøver fra lavbundsjord afhænger af den senere analysetype. I nogle tilfælde er der behov for lufttørring af prøven, mens andre analysetyper (fx BD-ekstraktion) kræver, at prøven opbevares i markfugtig og kølig tilstand (anbefalet er 2°C).



Figur 5. Volumenvægt (kg/m³) for lavbundsjord og sammenhæng mellem (a) glødetab og volumenvægt, samt (b) kulstofindhold og volumenvægt

Udenlandske anbefalinger for udtagning af jordprøver

I Schleswig-Holstein er anbefalingen for udtagning af jordprøver meget lig den danske. Det anbefales at udtage 15-30 stik pr. prøve, og at én prøve kan repræsentere 1-4

ha. Der anbefales en prøvedybde på 30 cm på pløjede omdriftsarealer og en prøvedybde på 10 cm på vedvarende græs. Det anbefales at udtage prøver hvert anden til tredje år, mens anbefalingen i Danmark er hvert femte til syvende år (Landwirtschaftskammer Schleswig-Holstein, 2003).

I Storbritanien anbefales det at udtage 25 stik pr. prøve. Prøvedybden skal være 15 cm på omdriftsarealer og 7,5 cm for vedvarende græs. Der anbefales en prøvelinje i "W" på et areal, og det angives også her, at udtagning af delstik på foragre, nær hegn, træer o.l. afvigende partier i marken skal undgås. Der anbefales udtagning af jordprøver for hvert fjerde år, og på sure jorder endog hyppigere (Ministry of Agriculture, Fisheries and Food, 2000).

I Sverige angiver Jordbrugsverket, at der foretages jordbundsundersøgelser hvert tiende år. Der udtages generelt 1 prøve pr. ha. Der anbefales udtagning af jordprøver i grid og i hvert gridpunkt (1 pr. ha), og det anbefales, at prøven består af 10 enkeltstik udtaget inden for en radius på 3-5 meter. Et alternativ til gridmetoden er at udtage 20 enkeltstik inden for en prøveflade på fx 3 ha. Prøvetagningsdybden skal være 20 cm (Hansson et al., 2002).

Opbevaring og prøveforberedelse

I Plantedirektoratets analyseforskrifter er det angivet, med mindre andet er angivet for den specifikke analyse, at jordprøven tørres ved 50-60 grader i bakker i varmeskab, og er knust og blandet i morter og sigtet gennem en 2 mm hulsigte af rustfrit stål. Bakker, mortere og sigter må ikke indeholde kobber eller zink.

Ved analyser for mangan skal tørringen af prøven ske ved stuetemperatur. Ved N-min-bestemmelser knytter sig specielle forhold til prøveopbevaring og -forberedelse, som er behandlet i et særskilt afsnit. Ved bestemmelse af bor bør prøven ikke opbevares i papæsker, da disse kan indeholde bor (Plantedirektoratet, 1994)

Ved udtagning og opbevaring af jordprøver, hvor der skal bestemmes grundstoffer, der forekommer i jorden i meget små mængder, skal der i hvert enkelt tilfælde angives retningslinjer for prøveudtagningsudstyr, emballage og opbevaring, så forureninger af prøven fra prøveudtagningsudstyr, emballage, atmosfæren mv. undgås.

Anbefalinger

En gennemgang af de eksisterende anbefalinger for udtagning af jordbundsanalyser giver anledning til følgende anbefalinger:

- En mere præcis beskrivelse af det optimale prøveantal pr. arealenhed som funktion af jordtype og landskabsform samt fordele og ulemper ved udtagning i grid kontra delmarker vil være formålstjenlig og kræver systematisk undersøgelse.
- En afklaring af, hvad vanskeligheden ved neddeling af en primærprøve til den endelige prøve ved udtagning i marken i praksis betyder for antallet af stik, prøvevolumet for delprøven eller eventuelt for emballagevolumet.

- Beskrivelse af særlige forhold, der gør sig gældende ved anvendelse af jordbundsanalyser til kortlægning af tab af miljømæssig betydning, skal foretages.
- Præcisering af krav til opbevaring mv. ved analyser for mikronæringsstoffer.
- Et minimumskendskab til grundlæggende principper for repræsentativ prøveudtagning (primær, sekundær prøveudtagning herunder også neddeling af masse i laboratoriet) bør institueres.

Litteratur

- Esbensen, KH & Julius, LP 2009. Representative sampling, data quality, validation – a necessary trinity in chemometrics. *in* Brown, S, Tauler, R, Walczak, R (Eds.) COMPREHENSIVE CHEMOMETRICS, Wiley Major Reference Works, vol. 4, pp. 1-20. Oxford: Elsevier.
- Esbensen, KH (red) 2006. Introduktion til repræsentativ prøvetagning for stationære og dynamiske systemer. Særtryk fra Dansk kemi og Plus Process. Særtryk ATV Jord og Grundvand (ATV-Fonden for Jord og Grundvand). ISBN-10: 87-91313-10-4.
- Esbensen, KH & Minkinen, P (Eds) 2004. Special Issue: 50 years of Pierre Gy's Theory of Sampling. Proceedings: First World Conference on Sampling and Blending (WCSB1). Tutorials on Sampling: Theory and Practise. *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, vol. 74, Issue 1, 236 p.
- Fridgen, JJ, Kitchen, NR, Sudduth, KA, Drummond, ST, Wiebold WJ & Fraisse CW 2004. Management zone analyst (MZA): Software for subfield management zone delineation. *Agron. J.* 96 100-108.
- Gosvig, V & Knudsen, L 1997. Udtagning af jordprøver - traditionelt og v.h.a. 4 hjulet motorcykel samt betydningen af forskellige udtagningsdybder. *Planteavlsorientering* nr. 07 nr. 341, Landskontoret for Planteavl.
- Heckrath, G, Djurhuus, J, Quine, TA, Van Oost, K, Govers, G, Zhang, Y. 2005. Tillage erosion and its effect on soil properties and crop yield in Denmark. *Journal of Environmental Quality* 34, 312-324.
- Hansson, G, Olofsson, S & Albertson, G 2002. Markkartering. *Jordbruksinformation* 6-2002, Jordbrugsverket.
- Hørfarter, R 2002. Udtagning af positionsbestemte jordprøver, *Planteavlsorientering* nr. 07-442, Landskontoret for Planteavl, 2002.
- Knudsen, L 1997. Variation i tekstur, Rt, Pt, Kt, Mgt og Cut i pløjelaget i 3 danske marker. *Planteavlsorientering* nr. 346. Landskontoret for Planteavl.
- Knudsen, L 2003. Vejledning i udtagning af jordprøver på landbrugsjord, Landskontoret for Planteavl, december 2003.

- Knudsen, L, Hørfarter, R, Andersen, JE & Jensen, B 2009. Afprøvning af automatisk jordprøveudtager med on-line bestemmelse af pH. Videncentret for Landbrug.
- Kristensen, K 2010: Pers. kommunikation.
- Landwirtschaftskammer Schleswig-Holstein 2003. Richtwerte für die Düngung. Ausgabe 2003.
- Madsen, HB 1989. Kalk og pH i danske jorder. Grøn Viden nr. 41, Statens Planteavl-forsøg.
- McBratney, AB & Pringle, MJ 1997. Spatial variability in soil – implications for precision agriculture. Precision Agriculture 1997, ed. Stafford, J.V. BIOS Scientific Publishers Ltd. Oxford, England, s. 3-31.
- Ministry of Agriculture, Fisheries and Food 2000. Fertilizer Recommendations for Agricultural and Horticultural Crops (RB 209).
- Nielsen, NE 1996. Bilag til seminar om Jord og Planteanalyser, Vissenbjerg 1996. Landskontoret for Planteavl.
- Oliver, MA, Froggatt, Z, Webster, R & Dawson, CJ 1997. A rational strategy for determining the number of cores for bulked sampling of soil. Precision Agriculture 1997, ed. Stafford, J.
- Pedersen, CA (ed.) 1997. Oversigt over Landsforsøgene 1997. Landsudvalget for Planteavl, Aarhus 1998.
- Petersen, L, Dahl, C, Esbensen, KH 2004. Representative mass reduction in sampling – a critical survey of techniques and hardware. *in* Special Issue: 50 years of Pierre Gy's Theory of Sampling. Proceedings: First World Conference on Sampling and Blending (WCSB1). Esbensen & Minkinen (Eds). *Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems*, vol. 74, Issue 1, p. 95-114.
- Plantedirektoratet 1994. Fælles arbejdsmetoder for jordbundsanalyser III. Landbrugsministeriet, Plantedirektoratet 1994.
- Rubæk, G, Djurhuus, J, Heckrath, G, Olesen, SE & Østergaard, HS 2000. Er danske jorder mættede med fosfor. I Jacobsen, H & Kronvang, B (red): Tab af fosfor fra landbrugsjord til vandmiljøet. DJF rapport, nr. 34, markbrug.
- Schelde, K & Olesen, SE 2005. Præcisionsjordbrug. Afsnit i Oversigt over Landsforsøgene 2005, s. 228-230.
- Schirrmann, M, Domsch, H, Wulffen, U, Nieter, J, & Zauer, O 2009. Reproducibility of different composite sampling schemes for soil phosphorous. Precision Agriculture, 2009.
- Østergaard, HS 2006. Jordens rumvægt og humusindhold, Planteavlsorientering Nr. 07-568, Landscentret | Planteavl, 2006.

Mineralsk kvælstof i jord (N-min) måling og anvendelse

Hans Spelling Østergaard
Videncentret for Landbrug

Vibeke Ernstsén
De Nationale Geologiske Undersøgelser for Danmark og Grønland (GEUS)

Bjørn Molt Petersen & Finn Pilgaard Vinther
Institut for Agroøkologi, Aarhus Universitet

Kristian Kristensen
Institut for Molekylær Biologi og Genetik, Aarhus Universitet

Sammendrag

Bestemmelse af jordens indhold af ammonium- (NH_4^+) og nitrat- (NO_3^-) kvælstof i afgrødens roddybde (=N-min) anvendes i forbindelse med de årlige kvælstofprognoser til at vurdere *ændringer* i kvælstofbehovet fra år til år. Bestemmelse af N-min indholdet anvendes også til fastsættelse af kvælstofbehovet på markniveau og til vurdering af risikoen for nitratudvaskning.

Bestemmelse af jordens indhold af ammonium og nitrat i jordprøver findes beskrevet i en international standard (ISO 14256-2).

Metodeundersøgelser har vist, at håndteringen af jordprøverne forud for selve analysen har stor betydning for analyseresultatet. Specielt i forbindelse med kvælstofprognoserne, som baseres på sammenligninger af N-min indholdet fra år til år, er det meget vigtigt, at fremgangsmåden ved håndtering af jordprøver og analyse er fuldstændig ens fra år til år. Analysekvalitet og reproducerbarhed fra år til år sikres ved gennemførelse af årlige kontrolanalyser. På baggrund af statistiske analyser af foreliggende datamateriale m.m. er usikkerheden på bestemmelse af N-min indholdet vurderet og hermed med hvilken sikkerhed, vi kan udtale os om forskelle i N-min indhold fra år til år ved fremtidige kvælstofprognoser.

På det foreliggende grundlag er der ingen fordele ved at ændre den procedure for N-min analyser, der hidtil har været anvendt til udarbejdelse af kvælstofprognoserne.

Introduktion

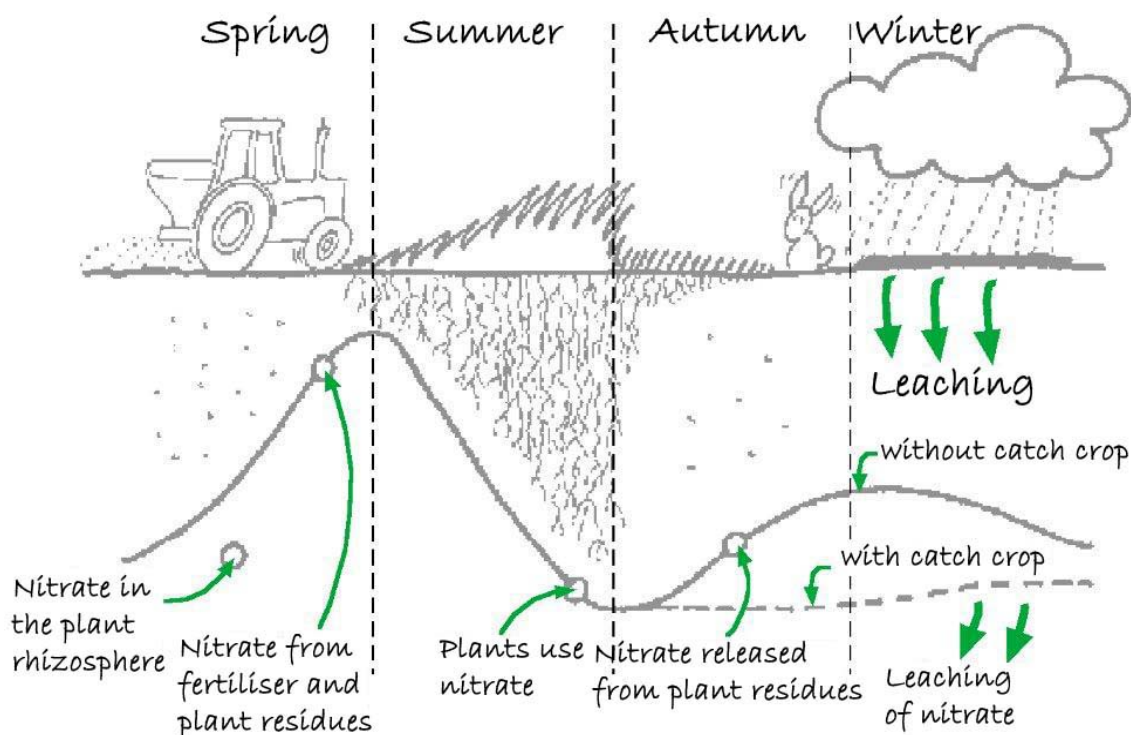
Bestemmelse af jordens indhold af ammonium- (NH_4^+) og nitrat- (NO_3^-) kvælstof i afgrødens roddybde (=N-min) kan anvendes til at bestemme behovet for tilførsel af kvælstofgødning. I forbindelse med de årlige kvælstofprognoser anvendes N-min indholdet til at vurdere år til år *ændringer* i kvælstofbehovet. Kvælstofprognosen beregnes som gennemsnitsværdier for landsdele og opdelt på jordtyper. N-min indholdet anvendes også til at fastsætte det *absolutte* kvælstofbehov på markniveau. Fremgangsmåden er beskrevet på

www.landbrugsinfo.dk/planteavl/jordbund/jordbundsprøver. Bestemmelse af N-min indholdet om efteråret før afstrømningen begynder anvendes til at vurdere risikoen

for nitratudvaskning. Jo større indholdet af N-min er på dette tidspunkt, jo større er risikoen for nitratudvaskning (Knudsen et al., 2000).

Jordens N-min indhold – størrelse og variation

Jordens N-min indhold varierer meget over tid, fra mark til mark og påvirkes af jordens anvendelse. Det principielle forløb i jordens N-min indhold gennem året og hvad der påvirker det, er vist på figur 1.



Figur 1. Forløbet af jordens nitratindehold året igennem: Forår: Ved vækstsæsonens begyndelse er indholdet af nitrat stort som følge af tilførsel af gødning. Sommer: I vækstsæsonen tømmes jorden næsten helt for nitrat som følge af afgrødens kvælstofoptagelse. Ved høst er nitratindeholdet i jorden derfor lavt. Fordampningen af vand fra afgrøden om sommeren betyder, at der ikke løber vand ud af rodzonen, og derfor sker der ingen nitratudvaskning. Efterår: Hvis jorden er ubevokset om efteråret, vil den frigivele af kvælstof fra planterester og organisk stof, der fortsætter efteråret igennem, føre til, at nitratindeholdet igen stiger. Hvis jorden er bevokset med en efterafgrøde af fx græs, vil den optage en stor del af kvælstoffet, og indholdet af nitrat i jorden vil forblive lavt. Vinter: En større eller mindre del af det nitrat, som jorden indeholder om efteråret, kan – afhængig af nedbørsmængde og jordtype – udvaskes i vinterhalvåret. Indholdet af nitrat i jorden falder derfor.

I tabel 1 er vist størrelsen af N-min i forskellige jorddybder målt i februar måned i gennemsnit af årene 1999 til 2009. Målingerne er gennemført i KVADRATNET for nitratud undersøgelser på marker, der er anvendt til udarbejdelse af kvælstofprognosen 2010.

Tabel 1. N-min, kg N pr. ha for forskellige jordtyper i forskellige dybder. Dataene omfatter målinger fra de marker i Kvadratnettet, der blev anvendt til kvælstofprognosen i 2010. Målingerne er gennemført i februar måned og indsamlet for hvert af årene i perioden 1999-2009. Markerne har været ubevoksede eller bevokset med vintersæd, og der er ikke tilført husdyrgødning inden for et halvt år før prøvetagningen. I tabellen er vist middel samt minimum, maksimum og spredning

Værdi	Jordtype			
	Finsand	Ler	Bl. grov- og finsand	Bl. sand og ler
<i>Antal</i>	220	883	121	358
N-min 0-25 cm, kg pr. ha				
Middel	11	12	11	11
Min.	4	3	4	4
Maks.	37	38	28	42
Spredning	6	4	5	5
N-min 25-50 cm, kg pr. ha				
Middel	8	10	8	8
Min.	2	2	2	3
Maks.	24	28	24	28
Spredning	4	4	4	4
N-min 50-75 cm, kg pr. ha				
Middel	7	10	7	8
Min.	1	1	2	1
Maks.	27	34	21	28
Spredning	5	5	4	5
N-min 75-100 cm, kg pr. ha				
Middel	10	11	9	9
Min.	1	0	2	2
Maks.	36	35	28	29
Spredning	6	6	6	5

I tabel 2 er vist den andel, som nitrat har udgjort af N-min indholdet i forskellige jordlag på landbrugsarealer i KVADRATNETTET i gennemsnit af årene 1988 til 1996. Opgørelsen er opdelt på jordtyper.

Tabel 2. Nitrats andel (procent) af N-min målt i forskellige jorddybder og vist for forskellige jordtyper. Målingerne dækker landbrugsarealer i Kvadratnettet 1988-1996

Dybde, cm	% Nitrat af N-min, februar				
	Jordtype				
	Grovsand	Finsand	Ler	Bl. grov-finsand	Bl. sand-ler
<i>Antal</i>	791	548	1983	362	956
0-25	45	46	57	45	50
25-50	65	69	79	68	72
50-75	69	81	84	70	78
75-100	69	84	85	76	84

Forhold af betydning for bestemmelse af N-min i jord

Bestemmelsen af ombytteligt ammonium og nitrat i markjorde kompliceres af den betydelige rumlige variation, der forekommer i marken. Prøvetagningen bør tage hensyn til denne variation og designs i henhold hertil. Bestemmelse af N-min kompliceres yderligere af, at såvel ammonium som nitrat omdannes ved mikrobielle processer, hvilket kan medføre hurtige ændringer. For at minimere disse ændringer gennemføres analysen ideelt umiddelbart efter jordprøverne er udtaget. I de fleste tilfælde er dette ikke muligt, bl. a. fordi jordprøverne skal transporteres til analyselaboratoriet og forbehandles inden analyse. I praksis skal jordprøverne derfor opbevares i kortere eller længere tid inden analyse. Tilsætning af forskellige kemikalier for at mindske omfanget af mikrobielle processer er forsøgt, men det har ofte vist sig, at disse behandlinger har resulteret i usikre resultater (Storrier, 1966; Robinson, 1967), ligesom kemikalierne har vist sig at interferere med målingerne af de forskellige N-former (Bremner, 1965).

Selvom tørring (lufttørring eller i varmeskab) af jordprøver forud for sigtning og analyse gør det nemmere at opbevare jordprøverne, anvendes denne prøveforbehandling sjældent forud for målinger af N-min i jord, fordi tørring kan medføre signifikante ændringer i indholdet af ammonium såvel som nitrat, specielt hvis tørringen er sket ved høje temperaturer (fx 35-70°C).

Opbevaring af jordprøverne i frossen stand indtil analyse for uorganiske N forbindelser anvendes ofte. Der er gennemført adskillige studier med henblik på at evaluere denne opbevaringsmetode (fx Esala, 1994) og resultaterne er ikke entydige. I nogle tilfælde rapporteres det, at opbevaring under 0°C kun har ringe effekt på indholdet af ombytteligt ammonium eller nitrat. I andre tilfælde viser dybfrysning at have medført betydelige ændringer – stigninger eller fald – i indholdet af ammonium eller nitrat. Det er vanskeligt at redegøre for disse divergerende resultater, men det er væsentligt at nævne muligheden for kontaminering af jordprøverne under opbevaring, samt mikrobiel omdannelse af kvælstof, når frosne prøver efterlades ved stuetemperatur for

optøning. For at minimere disse vanskeligheder bør jordprøverne opbevares i lufttætte beholdere beregnet for frysning og analyserne af såvel ammonium som nitrat bør finde sted så hurtigt som muligt efter hurtig optøning.

Internationale standarder

Bestemmelse af jordens indhold af ammonium og nitrat i naturfugtige jordprøver findes beskrevet i en international standard:

- ISO 14256-2:2005 Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field moist soils using potassium chloride solution as extractant – Part 1: Automated method with segmented flow analysis.

Ifølge denne standard skal

- jordprøven beskyttes mod opvarmning under transporten fra marken og frem til laboratoriet, og dette kan bl.a. sikres ved, at jordprøverne opbevares i kølebokse under transporten.
- jordprøverne opbevares ved 4°C, hvis analysen sker inden for 4 dage. Ved længere opbevaring anbefales opbevaring ved -20°C (frossen), hvor prøverne kan opbevares i adskillige uger.
- optøningen af prøver forud for analyse kontrolleres. Således kan optøningen foregå ved stuetemperatur hvis jordprøverne er homogeniseret og ekstraheret inden for 4 timer efter optøningen påbegyndes. Ved optøning ved 4°C bør optøningsperioden ikke overstige 48 timer. Optøningstiden er bestemt af jordprøvens størrelse, og derfor anbefales det, at den mængde jord, der nedfryses, er afstemt med den mængde, der medgår til analysen.
- jordprøven forud for analysen homogeniseres for at sikre at jordaggregaterne nedknuses til under 5 mm. Under nedknusningen skal der anvendes handsker. Hvis jordprøverne skal fryses ned inden analyse anbefales det at nedknusningen foretages inden nedfrysningen af prøverne.
- indholdet af ammonium og nitrat i den naturfugtige jordprøve ekstraheres med en 1 molær kaliumkloridopløsning ved et jord-væske forhold på 1:5. Det anbefales, at ekstraktionen foretages ved 20°C, fordi temperaturen påvirker mængden af ammonium, der ekstraheres. Efter 1 times ekstraktion under omrystning centrifugeres opslæmningen og indholdet af ammonium og nitrat bestemmes i opløsningen (supernatanten) umiddelbart efter centrifugeringen, eller inden for maks. 1 uge, hvis opløsningen opbevares ved maksimalt 4°C.
- indholdet af ammonium og nitrat beregnes i forhold til jordens tørvægt bestemt ved 105°C. Bestemmelse af jords tørvægt og vandindhold findes beskrevet i ISO 11465:1993 "Soil quality - Determination of dry matter and water content on a mass basis - Gravimetric method."

Bestemmelse af N-min i andre lande

Med henblik at vurdere hvorledes bestemmelsen af N-min håndteres i andre lande, er der rettet henvendelse til Sverige, Tyskland og Belgien, hvor der hvert år gennemføres et stort antal målinger af N-min i jord.

Sverige: I Sverige er metoden til udtagning, transport og opbevaring af jordprøver beskrevet i kap. 8 "Provtagningar" i "Forsökshandboken" (<http://www.slu.se/faltforsk>). Ifølge Bertil Albertsson, Jordbruksverket foregår det i praksis på følgende måde (pers. medd.): "Jordprover för Nmin-analys ska frysas snarast efter provtagningen och förvaras frysta fram till dess analysen utförs. I praktiken kan det ta flera timmar, ibland mer än en halv dag, innan jordprovet fryses ner. Det förekommer också att kylbox används mellan provtagning och inläggning i frysbbox." Analyserne fortages ved laboratoriet "Eurofins", hvor prøverne ifølge Björn Gustavsson, Eurofins analyseres efter at de er optøet ved stuetemperatur som foreskrevet i ISO 14256.

Tyskland: Proceduren for bestemmelse af N-min er i detaljer beskrevet af Gödecke (2003) og er i forbindelse med denne henvendelse opsummeret af Dr. Frank Steimann, Landesamt für Landwirtschaft, Schleswig-Holstein. Følgende skal nævnes vedrørende prøveopbevaring (pers. med.): "Efter udtagning opbevares jordprøver i en plastikpose og transporteres i køletaske indeholdende køleelementer. Kan analysen finde sted inden for 3 dage, opbevares prøverne i kølerum ved 4 grader. Er en analyse ikke mulig inden for denne periode, skal prøverne opbevares ved -25 grader." Dvs., man her følger ISO 14256.

Belgien: Vedrørende transport, opbevaring og forbehandling fremgår det af Vanhoof et al. (2009), at man i Belgien følger ISO 14256.

Bestemmelse af N-min i Danmark

Jordens indhold af ammonium og nitrat bestemmes som beskrevet i metode 22 i "Fælles arbejdsmetoder for jordanalyser" (Plantedirektoratet, 1994). Ifølge analysevejledningen afvejes 100 g af den friske jord i en 500 ml rysteflaske. Rysteflasken tilsættes 200 ml 1M kaliumklorid, og opslæmningen rystes i et roterende rysteapparat i 1 time. Efter rystning filtreres gennem et tæt filterpapir, eventuelt centrifugeres en passende portion af den ovenstående væske efter bundfældning. Ekstraktets indhold af ammonium og nitrat kan bestemmes ved brug af Auto Analyzer eller Flow Injection Analyzer (FIA).

Vandindholdet i den naturfugtige jord bestemmes på en 25 g jordprøve, der udtages samtidig med, at der udtages jord til analyse af ammonium og nitrat. Vandindholdet bestemmes efter tørring ved 50-60°C.

Indholdet af ammonium beregnes som mg $\text{NH}_4\text{-N}$ pr. kg tør jord, og indholdet af nitrat opgives som mg $\text{NO}_3\text{-N}$ pr. kg tør jord, og for begge gælder, at de opgives med 1 decimal.

Ved omregning af resultaterne til kg N/ha anvendes følgende 4 punkter, der summeret giver N-min i kg N/ha:

- 1) Kg $\text{NH}_4\text{-N}$ pr. ha for dybden 0-50 cm = mg N/kg tør jord $\times 7,0$
- 2) Kg $\text{NH}_4\text{-N}$ pr. ha for dybden 50-100 cm = mg N/kg tør jord $\times 7,6$
- 3) Kg $\text{NO}_3\text{-N}$ pr. ha for dybden 0-50 cm = mg N/kg tør jord $\times 7,0$
- 4) Kg $\text{NO}_3\text{-N}$ pr. ha for dybden 50-100 cm = mg N/kg tør jord $\times 7,6$.

Ved beregningen er som standard antaget en rumvægt på 1,40 for jordlaget 0-50 cm og 1,52 for jordlaget 50-100 cm. Hvis den aktuelle rumvægt kendes, bør den anvendes. Specielt på humusjorder afviger rumvægten ofte fra standardværdierne.

N-min summerer indholdet af ammonium- og nitratkvælstof i afgrødens roddybde og angives som kg N/ha.

Beregning af vandindhold

Af den danske analyseforskrift fremgår, at jordens tørvægt indgår i beregningen af N-min. Vandindholdet beregnes efter tørring ved 50-60°C og vandindholdet opgives i % af vægten inden tørring. I "Metodereferencer til Centrallaboratoriets analyser" (Hansen & Sørensen, 1996) beskrives denne beregningsmetode for tørstof som en integreret del af nitrat- og ammoniumbestemmelser. Ifølge ISO 14256-2:2005 foretages beregningerne for tørjordsvægt bestemt ved 105°C. Da vægten af jorde bestemt efter tørring ved forskellige temperaturer er forskellig, vil en ændring i tørringstemperaturen også påvirke det endelige resultat af N-min analysen. Det bør undersøges, hvorledes denne forskel i tørringstemperatur påvirker N-min beregningerne for jorde med forskelligt vandindhold. Denne udredning er især vigtig, hvis analyseföreskriften og dermed tørringstemperaturen ændres til at følge ISO14256-2:2005 standarden.

Metodeundersøgelser af opbevaring og forbehandling af jordprøver

I Danmark er der gennemført to mindre studier, som har taget sigte på at afklare, hvordan jordprøver bedst opbevares og behandles fra prøvetagning til analyse.

I det første studie gennemførte Videncentret for Landbrug (dengang Landskontoret for Planteavl) sidst i halvfjerdserne en række indledende undersøgelser af ændringer i indholdet af ammonium og nitrat i jordprøver, som blev opbevaret under forskellige betingelser og efter forskellig forudgående behandling.

Disse undersøgelser viste, at nitrat- og ammoniumindholdet i jordprøverne ændrede sig meget inden for kort tid. Hvor stor ændringen var, afhang af jordens forhistorie, den mekaniske behandling, jorden havde været udsat for og af, om jorden havde været frossen. Konklusionen på undersøgelserne var, at opbevaring af jordprøver ud over nogle få timer kan være risikabel, især hvis jorden har været udsat for kraftig mekanisk behandling eller har været frossen.

I 1991 blev der i samarbejde med Århus Universitet, Det Jordbrugsvidenskabelige Fakultet (dengang Centrallaboratoriet) gennemført en mindre undersøgelse af forbehandlingens betydning for indholdet af nitrat- og ammoniumkvælstof i jordprøver.

Undersøgelsen blev gennemført på 4 jordprøver fra jordlaget 0- 25 cm. Jordprøverne blev underkastet følgende forbehandlinger før analyse:

- Ekstraktion og analyse af friske prøver
- Ekstraktion direkte på frosne prøver
- Ekstraktion efter opbevaring ved stuetemperatur
- Ekstraktion efter opbevaring ved 7°C i 1, 2 og 6 døgn
- Ekstraktion efter opbevaring i isvand i 1 henholdsvis 2 døgn.

Ydermere blev det undersøgt, om centrifugering af jordvæskeblandingen før analyse kunne erstatte filtrering.

Konklusionerne på undersøgelsen er, at

- det bedste er at analysere prøverne straks efter udtagning eller efter maks. 24 timer ved 0-2°C. Da dette oftest ikke er muligt, bør man konservere prøverne ved nedfrysning til analyse er mulig, derefter er den bedste teknik at knuse den frosne prøve og ekstrahere direkte fra frossen tilstand.
- optøning ved stuetemperatur er en nødløsning, der skal bruges med stor agtpågenhed, da en for fremskreden optøning giver for høje værdier.
- opbevaring i køleskab (7°C) i mere end 24 timer eller i isvand (0°C) i mere end 48 timer medfører en stigning i indhold af nitrat, som kun delvist modsvares af et faldende ammoniumindhold.
- centrifugering og filtrering er ligeværdige, dog er centrifugering mere robust mod blindværdier end filtrering. En blindværdi fås som resultat af analyse af en prøve, der så vidt muligt er uden indhold af de aktuelle analyseparametre, og ved gennemførelse af hele analysemetoden. Ved centrifugering skal væskefasen overføres til målekopperne med det samme, da jorden ellers vedbliver med at påvirke væskefasen. Når jord og væske er adskilt, er væsken rimeligt holdbar i 24 timer ved opbevaring i køleskab (7 °C) (Statens Husdyrbrugsforsøg, 1991).

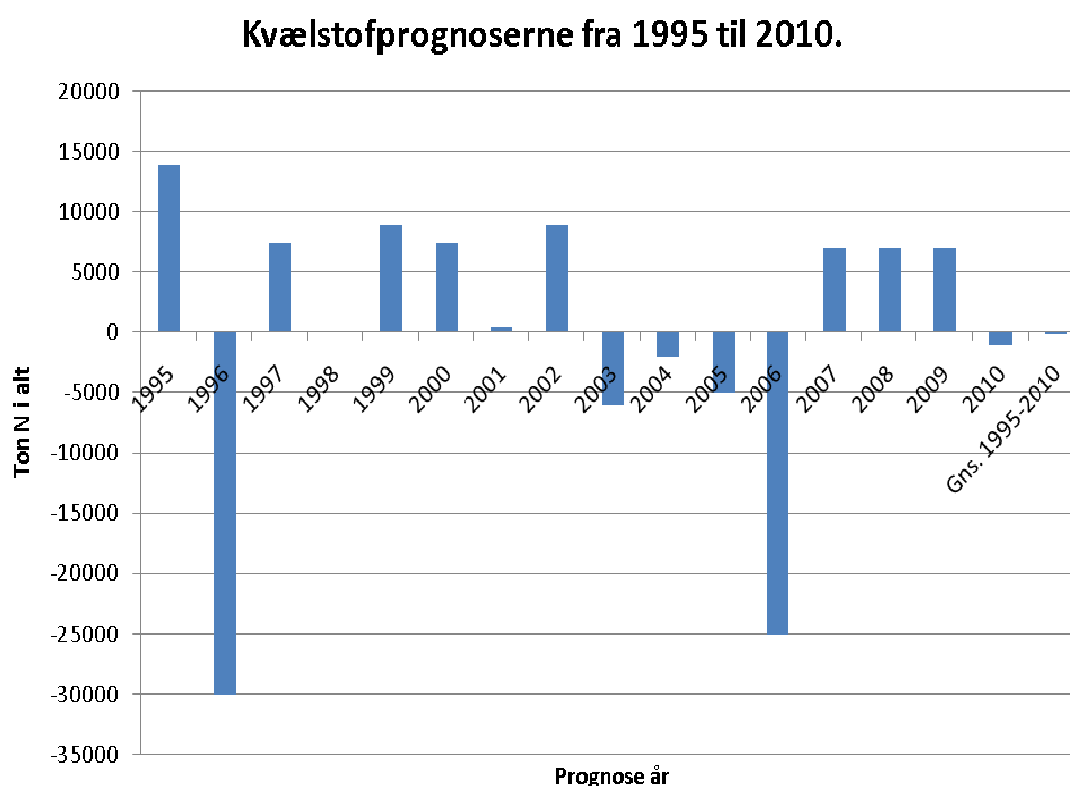
Anvendelse af N-min analyser til udarbejdelse af de årlige kvælstofprognoser

I Danmark anvendes N-min analysen først og fremmest ved udarbejdelse af prognoser for variationer i kvælstofbehovet fra år til år. Der er store forskelle i N-min indholdet i jorden om foråret og dermed også i behovet for kvælstofgødskning. N-min indholdet afhænger blandt andet af foregående års dyrkningsforhold, vintervejret og jordtypen.

Kvælstofprognoserne har været en del af lovgivningen siden gødningsåret 1993/1994. Fremgangsmåden ved udarbejdelse af kvælstofprognoserne er beskrevet i "Drejebog for udarbejdelse af kvælstofprognosen 2008" (Dansk Landbrugsrådgivning, Landscetret, Planteproduktion 2008).

Især de årlige variationer i vinterens nedbør og temperatur kan give store forskelle i prognosen mellem årene (figur 2). Eksempelvis var vinterenedbøren i 95/96 og 05/06

lav, hvilket resulterede i forholdsvis høje N-min værdier det efterfølgende forår, hvorfor N-prognosen forudsagde en samlet reduktion i kvælstoftilførslen på landsplan på henholdsvis 30.000 og 25.000 tons N i forhold til afgrødernes N-kvote. Tilsvarende har der i andre år været et lavere indhold af N-min i jorden i forhold til normalen, som så har medført, at der i visse områder af landet måtte gødes ekstra i forhold til afgrødernes N-kvote. I gennemsnit for hele perioden fra 1995 til 2011 har kvælstofprognosen som forventet været meget tæt på 0 for landet som helhed. Det skal nævnes, at prognoserne for 2008 og 2009 var fejlbehæftede, hvilket skyldtes, at laboratoriet som udførte N-min analyserne, angav resultaterne med en anden enhed end den, som har været anvendt i Danmark hidtil. Denne fejl er identificeret og korrigeret, således at den korrekte prognose for begge år ville have været 0. Sættes 2008 og 2009 til 0, bliver gennemsnittet for hele perioden -900 tons N.



Figur 2. Kvælstofprognosens virkning på kvælstofbehovet på landsplan for de enkelte år i perioden 1995-2010 (www.Landbrugsinfo.dk)

Kvælstofprognoserne baseres på en sammenligning af N-min indholdet i et aktuelt år med N-min indholdet i gennemsnit af de foregående 11 år. Fordi der er tale om en sammenligning af analyseresultater opnået i forskellige år, er det helt afgørende, at der ikke sker systematiske ændringer i fremgangsmåden ved bestemmelse af N-min indholdet fra år til år. Der bliver derfor lagt meget stor vægt på at sikre, at procedurerne ved udtagning, opbevaring, forbehandling og analyse er præcis den samme hvert år. I forbindelse med kvælstofprognosen 2008 blev der udarbejdet en drejebog (Dansk Landbrugsrådgivning, 2008), hvor de enkelte trin i udarbejdelsen af kvælstofprognoserne er beskrevet.

Prognosen gælder for korn og forårssåede afgrøder og skal i henhold til lovgivningen anvendes, uanset om der tilføres husdyrgødning til afgrøden eller ej.

Grundlaget for de årlige prognoser for kvælstofbehovet er målinger af N-min indholdet på udvalgte marker i det landsdækkende KVADRATNET (se boks 1).

Boks 1

Hvad er KVADRATNETTET?

KVADRATNETTET er et net af ca. 830 fastliggende måleflader systematisk fordelt over hele landet med 7 km's afstand. Omkring 600 måleflader er på landbrugsarealer, mens godt 200 ligger i skove, enge, heder osv.

KVADRATNETTET blev etableret i 1986/87 af Videncentret for Landbrug, og siden er der hvert år udtaget jordprøver til 1 m's dybde.

Ved KVADRATNETTETs etablering blev jordernes fysiske sammensætning til 1 m's dybde bestemt.

Hvert år indhentes dyrkningsoplysninger for alle marker.

Prøvefladerne er fastlagt med koordinater, som gør det muligt præcist at genfinde prøvefladerne.

Mange af de udtagne jordprøver er gemt i et arkiv, så der kan udføres nye analyser på gamle prøver.

KVADRATNETTET er nærmere beskrevet i (Østergaard & Mamsen, 1990) og på internetadressen: www.Landbrugsinfo.dk

De marker i KVADRATNETTET, som anvendes til udarbejdelse af de årlige kvælstofprognoser, opfylder følgende betingelser:

- ubevokset eller bevokset med vintersæd
- ikke tilført gødning efter 1. juli det foregående år, og indtil årsskiftet
- afgrøden til høst i det foregående år har været korn, frøgræs, roer, kartofler, raps, bælgssæd, græs, majs, helsæd eller brak
- ikke grovsandet jord og ikke humusjord
- ikke planlagt udbringning af husdyrgødning i januar-februar
- ingen kabler eller lignende på overfladen

Blandt de anvendelige punkter udvælges – ved hjælp af en tilfældighedsgenerator samt nogle geografiske kriterier, der sikrer at prøverne er fordelt i landet – de punkter, hvor der skal udtages jordprøver (ca. 150).

Prøvetagning, områdeinddeling og udarbejdelse af kvælstofprognoserne

Jordprøverne fra de udvalgte punkter udtages inden for en 14 dages periode i februar måned og så nøjagtigt som muligt på samme tidspunkt som tidligere år (Dansk Landbrugsrådgivning, Landscentret, Planteproduktion 2008). Efter prøvetagningen opbevares prøverne i kølekasser, dybfrysas samme dag og sendes i frossen tilstand med hurtigkurér til laboratoriet, hvor de modtages i frossen tilstand. På laboratoriet gennemføres analysen efter danske metoder (Plantedirektoratet, 1994).

Resultaterne af målingerne suppleres med statistiske modelberegninger. Datagrundlaget for modellen er resultater fra KVADRATNETTET siden 1988, og der beregnes en model for 2 jordgrupper. Modellen beskriver sammenhængen mellem målt N-min indhold og oplysninger om tekstur, afgrøde, gødskning, nedbør og temperatur. Modellen udvikles på landsplan, men anvendes på regionalt niveau ved prognosens udarbejdelse. Den statistiske model genberegnes hvert år, idet resultaterne af årets målinger indgår i datagrundlaget sammen med tidligere års data. Prognosemodellernes parametre er altså principielt forskellige fra år til år, men i praksis er forskellene små. Et af de væsentligste formål med modelberegningerne er at give sikrere estimater af N-min indholdet for områder og jordtyper, hvor antallet af analyserede jordprøver er lavt. Den statistiske model er beskrevet i appendiks 2

Til brug for prognosen inddeles Danmark i områder, der er baseret på nedbørsmålninger i perioden september til marts i det aktuelle år. Den aktuelle nedbør sammenlignes med den gennemsnitlige nedbør i de 11 foregående vintre. Grundlaget for inddelingen af landet i områder til prognosen er baseret på forskellen mellem den aktuelle nedbør og ovenstående gennemsnit.

Områdeinddelingen tager udgangspunkt i nedenstående principper:

- springene i nedbørsforskelle skal være lige store
- områderne skal være så sammenhængende som muligt
- hvis der er tydelige gradienter i nedbørsforskellene, følges de

Prognosen for hvert område og for hver jordtype er forskellen mellem det gennemsnitlige N-min indhold i de foregående 11 år og det aktuelle indhold i de enkelte områder.

Det gennemsnitlige N-min indhold for de foregående 11 år er gennemsnit af målingerne på de punkter, som i de enkelte år har kunnet anvendes til prognosen. Det er altså de samme kriterier, der har været gældende hvert enkelt år, men ikke nødvendigvis de samme punkter, der indgår fra år til år.

Hvis nedbøren fra prøvetagning til offentliggørelse afviger markant fra gennemsnittet, kan det komme på tale at korrigere for dette beregningsmæssigt, som nærmere beskrevet i "Drejebog for udarbejdelse af kvælstofprognosen 2008" (Dansk Landbrugsrådgivning 2008).

Ved den endelige udarbejdelse af kvælstofprognosen vurderes det i hvor høj grad den anvendte metode fører til "logik" i tallene. Logik skal her forstås sådan, at forskellen mellem aktuelle og normale N-min indhold på samme jordtype skal være størst, hvor nedbørsafvigelsen er størst, og at forskellen mellem aktuelle og normale N-min indhold skal være større på lerjord end på sandjord. Beregningen er baseret på både målte og modellerede N-min indhold. Hvis der i enkelte tilfælde ikke har været denne "logik" i tallene, er der foretaget en vurdering baseret på resultaterne på den dominerende jordtype i området og/eller på resultaterne i de øvrige områder. Dette valg

skyldes den usikkerhed, der altid vil være på, hvor repræsentative et begrænset antal målinger er.

Hvis det er umuligt at opnå den ovenstående "logik" i tallene, kan det i visse tilfælde være nødvendigt at justere på områdeopdelingen. Det kan f. eks. være tilfældet, hvis områdeinddelingen, som er baseret på nedbørsforholdene alene, indeholder områder, som ligger langt fra hinanden.

Ved beregning af prognosen rundes værdierne op eller ned til nærmeste hele produkt af 5.

Prøvetagning og analyse i praksis

Prøvetagningen organiseres af Videncentret og gennemføres af mandskab i ca. 15 forskellige lokale planteavlsskontorer. Alle prøverne udtages over en periode på højst 14 dage.

Fremgangsmåden ved opbevaring, transport og analyse indeholder følgende trin:

- Efter prøvetagningen dybfryses prøverne samme dag og transporteres i frossen tilstand (kølekasser og fryseelementer) med UPS til AGROLAB
- Prøverne modtages på AGROLAB dagen efter i frossen tilstand
- Prøverne opbevares frosne og tages i arbejde i små portioner
- Prøverne knuses, findeles og indvejes frosne og ekstraheres umiddelbart derefter i 1 time. Prøverne sedimenterer 15 minutter og filtreres
- Ekstraktet måles samme dag eller opbevares ved 4°C og måles dagen efter
- Analysen gennemføres efter danske metoder (Plantedirektoratet, 1994)

Det fremgår af beskrivelse af metoden, at metoden på et enkelt punkt afviger fra den internationale standard ISO 14256; i stedet for optøning og analyse på optøede jordprøver, foretages knusning, findeling og ekstraktion direkte på frosne prøver. Baggrunden for, at denne metode anvendes, er, at Videncentret anser den for, at være den mest reproducerbare samt at den har været anvendt ved alle N-min bestemmelser i KVADRATNETTET siden 1987 (kontinuitet). Ved en ændring i metoden er der stor risiko for at der opstår systematiske forskelle i resultaterne. Videncentret vurderer også, at optøning ved stuetemperatur kan give større systematisk variation fra år til år, fordi optøningstid og analysetidspunkt efter optøning lettere kan variere fra år til år og dermed resultere i dårligere reproducerbarhed af N-min analysen.

Kontrol af analysekvalitet

Kontrollen af analysekvaliteten i forbindelse med udarbejdelse af de årlige kvælstofprognoser har til formål at identificere eventuelle *systematiske* forskelle i N-min-niveauet i forhold til tidligere år.

Forud for udarbejdelse af kvælstofprognosen i 2009, 2010 og 2011 er der således gennemført kontrolanalyser på særlige jordprøver. Til kontrolformål blev der i efteråret 2008 og foråret 2010 fremstillet et antal referenceprøver. Referenceprøverne

blev fremstillet ved tørring, homogenisering, vandtilsætning og nedfrysning af indhentede jordprøver. Referenceprøverne er benævnt:

- 2008
- Kærbygaard 2008
- Majs 2008
- Ref1_2010_Kasted og
- Ref2_2010_Tåstrup

I januar 2009, 2010 og 2011 blev der sendt frosne referenceprøver til det laboratorium (AGROLAB) i Tyskland, som foretager analyserne. Antallet og resultaterne af sendte referenceprøver fremgår af tabel 2. Ud over referenceprøverne i tabel 2 blev der 2010 sendt et antal ekstrakter med kendt indhold af nitrat og ammonium til Det Jordbrugsvidenskabelige Fakultet ved Århus Universitet og AGROLAB.

Analyserne af de fremstillede ekstrakter viser, at både Århus Universitet og AGROLAB er i stand til at udføre selve analysen for nitrat og ammonium med tilfredsstillende præcision. Afvigelser og usikkerheder i analyseresultaterne på referencejorderne anses derfor som hidhørende fra selve ekstraktionen, prøveopbevaringen eller -forbehandlingen. Resultaterne af analyserne på referencejordprøverne er vist i tabel 3.

Tabel 3. Antal og resultater af analyser på 5 referenceprøver i 2009, 2010 og 2011. Prøverne er opbevaret og sendt til laboratoriet i frossen tilstand ad 3 eller 4 gange

Referenceprøve	Nummer			Ammonium, ppm								
				Gennemsnit			Std.afv.			Std.afv., %		
	2009	2010	2011	2009	2010	2011	2009	2010	2011	2009	2010	2011
2008	19	12		10,6	9	-	0,4	1,0	-	3	12	-
Kærbygaard	4	16	12	10,5	9,5	10,0	0,2	0,7	1,0	2	8	10
Majs 2008	4	16	12	11,7	11,2	11,3	0,3	1,6	0,6	2	14	5
Ref1_2010_Kasted	-	12	21	-	4,4	4,8	-	0,2	0,2	-	4	4
Ref2_2010_Tåstrup	-	12	21	-	9,5	9,5	-	0,5	0,6	-	5	6
Nitrat, ppm N												
2008	19	12		2,1	1,8	-	0,2	0,2	-	8	11	-
Kærbygaard	4	16	12	2,1	1,9	2,1	0,2	0,1	0,2	11	6	9
Majs 2008	4	16	12	1,6	1,1	1,0	0,1	0,1	0,1	5	13	13
Ref1_2010_Kasted	-	12	21	-	0,8	0,7	-	0,0	0,1	-	5	11
Ref2_2010_Tåstrup	-	12	21	-	2,5	2,4	-	0,2	0,3	-	6	12
N-min, kg pr. ha												
2008	19	12		44,5	37,5	-	1,7	3,9	-	4	10	-
Kærbygaard	4	16	12	43,8	40,0	42,1	1,5	2,9	3,5	3	7	8
Majs 2008	4	16	12	46,5	43,2	43,2	1,2	5,8	2,0	3	14	5
Ref1_2010_Kasted	-	12	21	-	18,3	19,2	-	0,6	0,7	-	3	4
Ref2_2010_Tåstrup	-	12	21	-	42,0	41,7	-	1,7	2,5	-	4	6

Resultaterne af en statistisk analyse foretaget af Århus Universitet, DJF på resultater af analyser på jordprøverne er vist i deres helhed i appendiks 3. På grundlag af analy-

sen baseret på resultaterne af 2010 og 2011 (resultaterne fra 2009 var afvigende fra resultaterne i 2010 og 2011) konkluderes, at

- Lsd-værdien for sammenligning af to gennemsnit (N-min i 3 dybder) baseret på 20 prøver er mellem 3,6 og 4,7 kg N pr. ha
- Lsd-værdien for sammenligning af to gennemsnit (N-min i 4 dybder) baseret på 20 prøver er mellem 4,7 og 6,2 kg N pr. ha

De angivne Lsd-værdier er altså de mindste forskelle, der skal være, for at man med 95% sikkerhed kan sige, at resultaterne er forskellige. Lsd-værdierne omfatter forskellen mellem jordprøverne og forskellen mellem analysetidspunkterne.

De mindste værdier gælder, når prøverne er indsendt til laboratoriet på samme tid, mens de største værdier gælder, når prøverne er indsendt til laboratoriet på forskellige tidspunkter.

Lsd-værdierne stiger kun lidt, hvis der kun indgår 10 prøver i det gennemsnitlige N-min indhold.

Resultaterne af de statistiske analyser viser også, at

- der var en signifikant forskel mellem årene, som skyldes, at værdierne for 2009 lå på andre niveauer end værdierne for 2010 og 2011, og at
- der for N-min, ammonium, nitrat og tørstof er sket en ændring over tid.

De gennemførte kontrolanalyser og den statistiske analyse tyder på, at forskellen mellem 2 gennemsnit skal være i størrelsesordenen 5 kg N pr. ha for, at man med sikkerhed kan konkludere, at de er forskellige. Konklusionen rummer dog den usikkerhed, at referenceprøverne tilsyneladende kan have ændret sig over tid.

Mulige videreudviklinger af metoder til beregning af kvælstofprognosen

Som ovenfor beskrevet kan det ikke udelukkes, at der er en betydelig analyseusikkerhed (især hvis prøverne analyseres på forskellige tidspunkter). Oven i denne analyseusikkerhed kommer variationen inden for og mellem de enkelte prognoseegnede marker. Gode estimater for variation mellem marker kræver statistiske analyser af N-min bestemmelser foretaget i nogle af de år, kvælstofprognoserne har været udført, mens variationen inden for marker kræver analyser på replikerede jordprøveudtagninger på samme tidspunkt og i marker, der dækker forskellige kategorier af jordtyper.

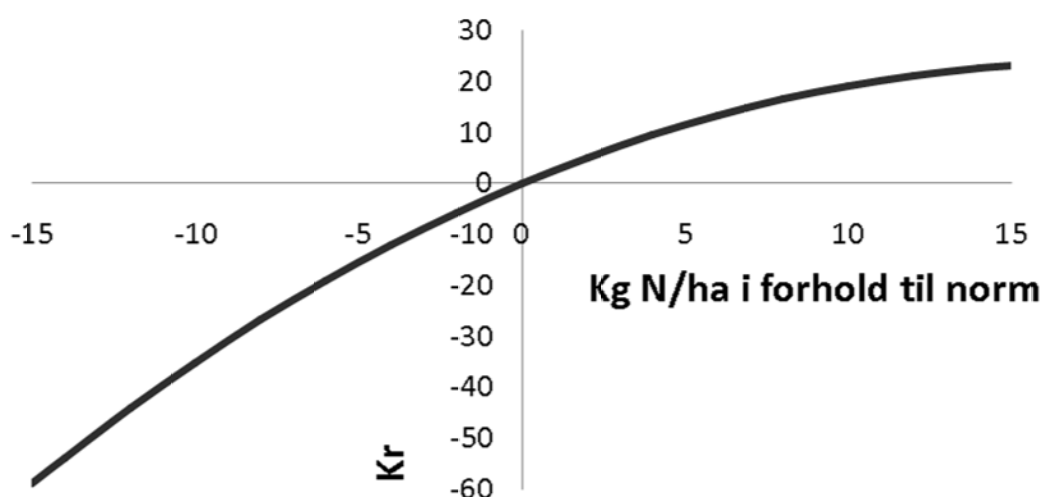
For at give et indledende indtryk af markvariationen kan standardafvigelserne for samtlige prøver fra 2009 (herunder et mindre antal der ikke indgik i den endelige prognose) anføres. For kategorien blandet ler og sand (N=82) var standardafvigelsen 8,0 kg N/ha, og for kategorien ler (N=74) var standardafvigelsen 13,6 kg N/ha. Disse standardafvigelser dækker *både* over de "forklarlige" forskelle grundet nedbørsforskelle m.m. mellem områderne, og hvad der kan opfattes som "støj". Givet disse forhold vil et relativt primitivt skøn ud fra t-test-betragtninger være, at 95% konfiden-

sintervallet på det målte gennemsnit vil være op til ca. 4 kg N for kategorien blandet ler og sand og op til 6 for kategorien ler, hvis prøvestørrelsen er 20, men den aktuelle værdi afhænger af, hvor meget af ovenstående standardafvigelser, der kan forklares med nedbørsforskelle m.m. For områder med meget få målinger vil dette interval være større, og intervallet kan også forventes at være betydeligt højere i år med relativt høje N-min værdier. Det skal understeges, at der er tale om et foreløbigt skøn, der ikke tager højde for alle de komplicerede faktorer, der indgår i denne vurdering.

Den samlede usikkerhed fra markvariation samt analyser inklusive forbehandling vurderes at være på niveau med (lidt under eller lidt over) de spring på 5 kg N/ha, som prognosen hidtil har været offentliggjort i. Markvariationen bør dog kortlægges nærmere ud fra historiske data, så man vil kunne beregne estimatet for den samlede usikkerhed. En sådan mere omfattende analyse ligger dog uden for rammerne af her-værende vidensyntese.

Betydning for dækningsbidrag og udvaskning

Betydningen for dækningsbidraget i et gennemsnitsår for en gødskning ± 10 kg N/ha er relativt beskeden (se figur 3) – især for værdier over normen. Værdien af de årlige kvælstofprognoser skal også ses i miljømæssig sammenhæng



Figur 3. Omtrentlig kurve for betydningen af afvigelser fra normgødskningen for korn, hvor afvigelsen i dækningsbidraget er plottet mod afvigelsen i forhold til normgødskning.

En almindelig vurdering er, at ændringen i nitratudvaskningen forårsaget af en ændring i tilførsel af kvælstof inden for normalområdet i handelsgødning svarer til omtrent 1/3 af ændringen i kvælstoftilførslen (Kristensen, 2008). Derfor forekommer det tænkeligt, at den miljømæssige/miljøøkonomiske betydning af N-prognosen overstiger den produktionsmæssige. De mulige økonomiske og miljømæssige gevinster ved en årlig tilpasning af gødningsniveauet, det opnås udelukkende i kraft af at

både udbytte- og udvaskningsfunktioner, kan antages at være ikke-lineære. Det skal noteres, at kvælstofprognosen kan antages samtidig at give en økonomisk fordel for landmanden og en miljømæssig fordel i form af en reduceret udvaskning, men dette er ikke tilstrækkeligt belyst til at man med sikkerhed kan sige, at dette er tilfældet. Eksempelvis vil man i år der efterfølger en vinter med høj udvaskning, typisk give ekstra kvælstofgødning, hvorved man i princippet forstærker den højere udvaskning. I år med lille udvaskning vil man modsat formindske denne effekt. Det vides ikke, hvordan disse ændringer i udvaskningens tidsmæssige udsving påvirker eksempelvis de indre farvande, og om de muligvis påvirker miljøet på en måde, der mindsker eller overskygger den forventede, positive virkning af en muligvis mindsket N-udvaskning som følge af N-prognosen.

Disse komplicerede forhold bør undersøges nærmere, således at man kan fastsætte rammer for prognosen, der tilgodeser både produktionsøkonomi og miljøøkonomi under hensyntagen til den estimerede usikkerhed på målingerne. I lyset af disse forhold kan det være hensigtsmæssigt at videreudvikle metoderne til udarbejdelse af kvælstofprognosen, og at den væsentligste betydning af prognosen formentligt kan ses på den miljømæssige side.

Statistisk modellering

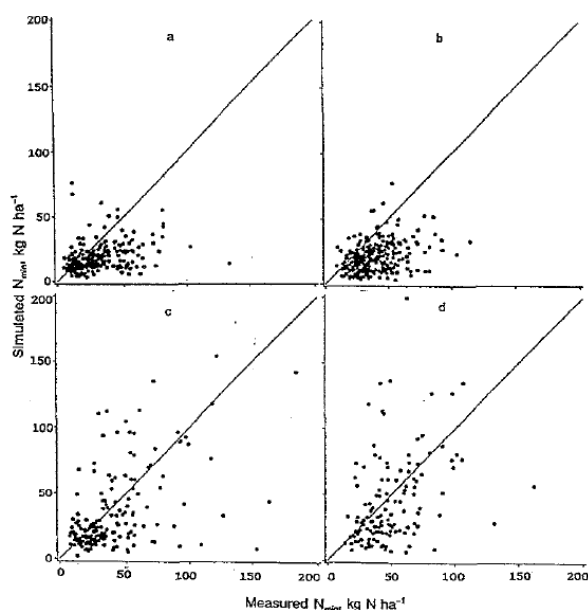
Man kunne forestille sig en udbygning af den nuværende statistiske model, der kræver indeværende periodes målinger for at give anvendelige estimater. Dette vil sige, at den i sin nuværende form ikke kan anvendes uden periodens målinger

En statistisk model kan dog ikke nødvendigvis forventes at kunne forudsige tal baseret på disse yderst komplekse sammenhænge præcist nok. Ydermere vil modeller af den art være mest anvendelige inden for domænet af det dataområde, de er kalibreret på (interpolering). Fremtiden vil bringe ændret klima og ændret driftspraksis, hvorved man falder uden for det kendte dataområde (ekstrapolering).

Dynamisk modellering

I modsætning til statistiske modeller har dynamiske modeller for jord-plante systemet i princippet de nødvendige mekanismer for disse forudsigelser. Udfordringen med de dynamiske modeller er deres meget store kompleksitet, med tusindvis af parametre, hvoraf nogen kun kan bestemmes med begrænset sikkerhed.

Der findes to komplekse modeller for jord-plante samspillet, der er udviklet med særlig henblik på danske forhold: DAISY (Hansen et al., 1990) og FASSET (Berntsen et al., 2003). Anvendelsen af DAISY til at forudsige N-min indholdet i jorden i KVADRATNETTET er undersøgt af Jensen et al. (1996). Sammenhængen mellem målte og forudsagte værdier på enkeltpunkter var relativt svag, og der var betydelige systematiske afvigelser (figur 4). På baggrund heraf konkluderer artiklen, at afvigelserne var for store til, at DAISY kunne anvendes til gødskningsanbefalinger.



Figur 4. Målt og simuleret (DAISY-modellen) indhold af N-min i 0-100 cm's dybde om foråret. (a) sandet jord under pløjelaget, tilførsel af handelsgødning, (b) lerholdig jord under pløjelaget, tilførsel af handelsgødning, (c) sandet jord under pløjelaget, tilførsel af både husdyr- og handelsgødning, (d) lerholdig jord under pløjelaget, tilførsel af både husdyr- og handelsgødning (Jensen et al., 1996)

Der er ikke foretaget en tilsvarende omfattende undersøgelse af FASSET's anvendelighed til dette formål, men sammenhængen mellem målt og simuleret N-min er i lighed med DAISY ikke for indeværende på et niveau, der gør den nuværende version egnet til gødskningsanbefalinger (upublicerede data).

Anbefalinger vedrørende fremtidige kvælstofprognoser

På baggrund af statistiske analyser af foreliggende datamateriale m.m. bør den samlede usikkerhed ved prøveudtagning, forbehandling og analyse yderligere belyses og hermed med hvilken sikkerhed, vi kan udtale os om forskelle i N-min indhold fra år til år ved fremtidige kvælstofprognoser. Der bør gennemføres undersøgelser af prøvetagningsmetoder, forbehandlingsmetoder, afprøvning af analysemetoder således at en effektiv ekstraktion af såvel ammonium som nitrat sikres (herunder jord:væskeforhold, effektiv kontakttid, der er kortere for frosne prøver end optøede prøver) samt analyse af, hvor effektivt jordprøverne opslættes i ekstraktionsvæsken (her kan være store forskelle fra sandjord til lerjord). De undersøgelser, der blev gennemført i 1991, er baseret på analyser af 4 jordprøver, hvilket er et utilstrækkeligt antal til at kunne dække variationer imellem jordtype og forbehandlingsmetode.

Det er væsentligt, at vægten i yderligere undersøgelser lægges på reproducerbarhed, fordi prognoserne baseres på sammenligninger fra år til år. Den kontrol af analysekvalitet og reproducerbarhed, der er gennemført i de senere år, skal videreføres.

På det foreliggende grundlag er der ingen fordele ved at ændre den nuværende procedure for N-min-analyser, der hidtil har været anvendt til prognosen. Ændring til ISO-standard med optøning af prøver ved stuetemperatur vurderes at give en risiko for større systematisk variation mellem årene end den nuværende metode. Det bør undersøges om det giver en væsentlig ændring af analyseresultaterne at ændre af jordens tørringstemperatur fra 50-60°C, som er den temperatur der p.t. anvendes, til

105°C som er den anbefalede tørringstemperatur i ISO standarden for kvælstofanalyser.

Generelt for anvendelsen af statistiske beregningsmetoder og anvendelsen af modeller gælder det, at der stadig løbende skal udtages et større antal jordprøver for at verificere beregningerne. Det er vores vurdering, at der ikke for indeværende findes beregningsmetoder eller modeller, der kan anvendes direkte.

Der er i perioden siden indførelse af de årlige kvælstofprognoser indsamlet betydelige mængder data, og en omfattende analyse af sammenhængen mellem N-min og bestemmende faktorer såsom nedbør og temperatur ville være et godt udgangspunkt for en nærmere vurdering af dels potentialet i at opbygge et modelværktøj til herværende formål, dels i hvor høj grad et sådant modelværktøj kunne tage udgangspunkt i de eksisterende modeller og metoder. En sådan analyse og modeludvikling falder dog ressourcemæssigt uden for rammerne af denne vidensyntese.

Det anbefales at udføre dette arbejde, men opdele det i to faser: 1) en indledende undersøgelse af om det forekommer sandsynligt, at der kan opbygges et nyt modelværktøj, der kan beregne kvælstofprognosen med en acceptabel sikkerhed og 2) selve opbygningen af modelværktøjet. Ved denne opdeling sikres, at der ikke anvendes flere ressourcer end hensigtsmæssigt, hvis fase 1 skulle vise, at der ikke er grund til at gå videre ad denne vej.

Hvis et sådant værktøj kan udvikles, kunne det tænkeligt medvirke til at ekstrahere og generalisere information fra de nuværende og kommende måleserier, således at prognoserne kunne differentieres yderligere i forhold til jordtype, driftsform og lokalt klima, samt kunne anvendes bredere end for korn og forårssåede afgrøder. Det ligger i den nuværende metode, at prognosen bliver af ret generel karakter, og at den for eksempel ikke kan anvendes til afgrøder med et stort vinteroptag af N. Alt efter modelværktøjets prædiktive kvalitet, ville det være tænkeligt, at man i stedet for at udtage jordprøver hvert år, kunne udtage jordprøver i de år, der blev udpeget som "sandsynligvis afvigende". Herudover bør man under alle omstændigheder jævnligt udtage jordprøver som led i en almindelig kvalitetssikring og opdatering af værktøjet.

I bedste fald ville værktøjet med god sikkerhed kunne forudsige, hvornår man faldt uden for en på forhånd defineret tolerance. En tolerance, der ud over usikkerheden på målingerne også kan tage højde for graden af fordele ved årlige gradueringer af N-tilførslen, jævnfør figur 5.

Vedrørende hvilket mindste interval ("spring") man i fremtiden bør anvende i kvælstofprognosen, falder dette efter vores opfattelse uden for en rent landbrugsfaglig vurdering.

Valget af mindste intervaller afhænger, af hvilken af de nedenstående synspunkter, man kan tilslutte sig:

- a) Det er vigtigt, at der er fuldt belæg for at ændre prognosen fra 0 (normgødskning overalt). Ved at operere under dette synspunkt, indikerer de herværende resulta-

ter, at det rette mindste-interval er eksempelvis 10 kg N/ha. Herved vil man, på det foreliggende grundlag, kunne udtale med $p > 0,95$, at man ikke har foretaget en "unødigt" ændring i prognosen. Sagt på en anden måde har man påstået en unødvendig eller fejlagtig ændring mindre end 1 gang ud af 20.

- b) Det er vigtigt, at gødskningen afspejler jordens N-min indhold om foråret så tæt som muligt. Ved at operere under dette synspunkt, vil 10 kg N/ha i mindste-interval være for stort. I forhold til synspunktet vil man have undladt at reagere på en ændring i jordens N-min indhold oftere, hvis intervallet var 10 kg N/ha, end hvis eksempelvis de 5 kg N/ha fastholdes.

Det er vores opfattelse, at et valg mellem disse to synspunkter, eller operationelle beslutninger, falder uden for rapportens rammer.

Referencer

- Berntsen, J, Petersen, BM, Jacobsen, BH, Olesen, JE & Hutchings, NJ 2003b. Evaluating nitrogen taxation scenarios using the dynamic whole farm simulation model FASSET. *Agr. Syst.* 76, 817-839.
- Bremner, JM 1965. Inorganic forms of nitrogen. p. 1179-1237. I C.A. Black et al. (red.) *Methods of soil analysis. Part 2. Agron. Monogr. 9* ASA, Madison, WI.
- Dansk Landbrugsrådgivning, Landscentret, Planteproduktion 2008. Drejebog for udarbejdelse af kvælstofprognosen 2008.
- Esala, MJ 1994. Deep-freezing pretreatment and time of extraction of soil samples for inorganic nitrogen determination. *Commun. Soil. Sci. Plant Anal.*, 25 (5&6), 651-662.
- Gödecke, B 2003. Vorläufige Empfehlungen zur Durchführung von Herbst-Nmin-Programmen. Niedersächsisches Landesamt für Ökologie, Hildesheim, Tyskland.
- Hansen, S, Jensen, HE, Nielsen, NE & Svendsen, H 1990. DAISY – soil plant atmosphere system model. NPo forskning fra Miljøstyrelsen. A10, Miljøministeriet, Copenhagen, 272 pp.
- Hansen, B & Sørensen, NK 1996. Metodereferencer til centrallaboratoriets analyser. Intern rapport nr. 79. Statens Husdyrbrugsforsøg.
- Jensen, C, Stougaard, B & Østergaard, HS 1996. The performance of the Danish simulation model DAISY in prediction of N-min at spring. *Fertilizer Research* 44: 79-85.
- Knudsen, L, Østergaard, HS og Schultz, E 2000. Kvælstof – et næringsstof og et miljøproblem.

- Kristensen, K, Waagepetersen, J, Børgesen, CD, Vinther,FP, Gant, R and Blicher-Mathiesen, G. 2008. Reestimation and further development an the model N-LES. N-LES₃ to N-LES₄. DJF Plant Science no. 139.
- Mulvaney, RL 1996. Nitrogen – Inorganic forms. I D.L.Sparks editor Methods of soil analysis. Part 3 Chemical methods.
- Plantedirektoratet 1994. Fælles arbejdsmetoder for jordbundsanalyser.
- Robinson, JBD 1967. The preservation unaltered of mineral nitrogen in tropical soils and soil extracts. Plant Soil 27:53-80.
- Statens Husdyrbrugsforsøg 1991. Undersøgelse over forbehandlingens indflydelse på analyseresultaterne ved nitrat og ammoniumbestemmelse I jord. Notat.
- Storrier. RR 1966. The pre-treatment and storage of soil samples for nitrogen analyses. J. Aust. Inst. Agric. Sci. 32:106-113.
- Vanhoof, C, Van den Broeck, H, Patyn, J, Groep, AN & Tirez, K 2009. Invloed van de boordiameter en de monstervoorbehandeling op de analyseresultaten van nitraat in bodem. Final rapport VITO NV, Boeretang 200, 2400 MOL, Belgien.
- Østergaard, HS & Mamsen, P 1990. KVADRATNET for nitratundersøgelser. Oversigt 1986-1989. Landbrugets Rådgivningscenter, Landskontoret for Planteavl.

Analyser for tilgængeligt fosfor i jord

Gitte H. Rubæk

Institut for Agroøkologi, Aarhus Universitet

Kristian Kristensen

Institut Molekylær Biologi og Genetik, Aarhus Universitet

Leif Knudsen

Videncentret for Landbrug

Introduktion

En afgrøde kan umiddelbart kun udnytte en beskeden del af det fosfor, der findes i jorden på et givet tidspunkt. Den store pulje af fosfor, der ikke er umiddelbart tilgængelig, understøtter dog til stadighed puljen af tilgængeligt fosfor. En stor del af det fosfor, der tildeles med gødningen, vil ligeledes allokeres til puljen af ikke umiddelbart tilgængeligt fosfor. At måle jordens indhold af plantetilgængeligt fosfor er derfor komplekst, og i tidens løb er der i forskellige lande blevet udviklet mange ret forskellige analysemetoder hertil. Vanskelighederne med at bestemme plantetilgængeligt P kan henføres til de komplekse bindingsforhold for fosfor i jorden, herunder at fosforbindingen kan variere ganske betydeligt fra jordtype til jordtype. Den metode, der vurderes at være bedst egnet på bestemte jordtyper, kan derfor være mindre egnet på andre. Forskellige lande og regioner har da også gjort ganske forskellige valg med hensyn til, hvilken metode de anvender til rutineanalyser i forbindelse med rådgivning i planteproduktionen (Beegle, 2005; Sibbesen & Sharpley, 1997; Tunney et al., 1997; Jordan-Meille et al., 2011). Et udsnit af de eksisterende P analyser, som anvendes i Europa, er vist i tabel 1.

Der findes metoder, der er mere universelle mht., hvilke jorde de egner sig til, men disse anvendes primært til forskningsformål. Det drejer sig typisk om isotop-baserede metoder (Morel et al., 2002; Schneider & Morel, 2000) og metoder, hvor man med minimal kemisk påvirkning af jorden introducerer et materiale, som binder P og derfor fremtvinger desorption fra jorden (fx en anionbytter eller et jernoxid) (Sibbesen, 1983; Menon et al., 1990; Hosseinpour & Sinegani, 2009). Der arbejdes i øjeblikket på KU-LIFE og andre steder på at udvikle og raffinere sådanne teknikker, som på længere sigt kan vise sig at være et alternativ til de traditionelle kemiske ekstraktionsmetoder (Husted & Schjørring, 2010; Mason et al., 2010). En yderligere fordel ved en sådan teknik vil være, at den kan tilpasses, så der vil kunne analyseres for andre elementer end P i samme analysegang.

Tabel 1. Eksempler på ekstraktionsmetoder for fosfor i europæiske lande som anvender disse

Navn	Lande	Reference
Pw (demineraliseret vand)	Belgien, Holland, Schweiz	Sissing, 1971
Ammonium lactat, P-AL (ammoniumlactat/eddikesyre, pH 3,75)	Belgien, Holland, Norge, Sverige, Tyskland	Egner et al., 1960
Double lactate, P-DL (calciumlactat, saltsyre, pH 3,7)	Belgien, Tyskland	Egner & Reihm, 1955
Olsen (natriumbicarbonat, pH 8,5)	Danmark, Italien, Frankrig, England, Wales, Nordirland	Olsen et al., 1954
Morgan (natriumacetat, pH 4,8)	Irland	Morgan, 1941
CAL, (calciumlactat/calciumacetat, eddikesyre pH 4,1)	Østrig, Belgien, Tyskland	Schüller, 1969

Der findes også andre klassisk kemiske ekstraktionsmetoder, fx Mehlich III metoden, hvor flere elementer inklusive P kan bestemmes i et og samme ekstrakt (Mehlich, 1984). Ved sådanne ekstraktionsmetoder kan man drage nytte af ICP-målemetoder, som kan håndtere måling af flere elementer i samme analysegang. Mehlich metoden anvendes i Estland, Tjekkiet og Slovakiet samt flere steder i USA (Jordan-Meille et al., 2011; Sibbesen & Sharpley, 1997).

Fosfor ekstraheret med en bicarbonatopløsning

Bestemmelse af såkaldt tilgængeligt fosfor ved ekstraktion af jorden med en 0,5 M bicarbonatopløsning (Olsen et al., 1954) er en af de klassiske jordanalysemetoder og den som anvendes i Danmark. Olsen P metoden anvendes også i andre europæiske lande (Tabel 1). Ligeledes anvender Australien og nogle US stater Olsen P eller varianter heraf. Der findes en CEN-ISO metodebeskrivelse for den klassiske Olsen P metode (ISO 11263:1994). I britiske studier har man under markforhold demonstreret en klar sammenhæng mellem udbytte og fosforstatus i jorden målt med denne metode, og det har været muligt at finde de såkaldt kritiske niveauer for Olsen P for forskellige afgrøder. Ved Olsen P værdier højere end det kritiske niveau, er der ikke længere udbytterespons på stigende Olsen P (Johnston, 2001; Johnston, 2005; Syers, Johnston & Curtin, 2008). Der er også blevet udført længerevarende danske markforsøg for at demonstrere sammenhængen mellem jordens fosforstatus og udbyttet (Rubæk og Sibbesen, 2000). De danske forsøg er mindre omfattende, og der er ikke opnået så store forskelle i fosforniveauerne mellem forsøgsbehandlingerne som i det engelske forsøg. Derfor er der ikke tilsvarende klare konklusioner som fra de britiske forsøg. Dog er der god overensstem-

melse med de britiske forsøg for de mere lerede danske jordtyper. I karforsøg, hvor udbytte og fosforoptagelse i en afgrøde blev sammenholdt med flere forskellige fosfortestmetoder, var Olsen P den blandt de testede klassiske rutinemetoder, der viste den klareste sammenhæng med plantevæksten (Sibbesen, 1983). I landsforsøgene, der er gennemført som etårige forsøg, er der ikke fundet nogen klar forskel i merudbyttet for tilførsel af fosfor som funktion af fosfortallet på forsøgslokaliteten. Årsagen kan være, at kun få af forsøgene er gennemført ved meget lave fosfortal (Skriver, 1988; Pedersen, 2009).

Det danske fosfortal

I Danmark skiftede vi fosforanalysemetode i 1987 fra en stærk sur ekstraktion med 0,2 N svovlsyre (Bondorff, 1950) til en variant af den klassiske Olsen P metode (Olsen et al., 1954), kaldet fosfortallet (Pt) (Plantedirektoratet, 1994). Resultater af fosfortalsanalysen angives i mg P/100 g jord, hvorimod resultaterne af den klassiske Olsen P metode typisk angives i mg P/kg jord, hvilket kan give anledning til misforståelser.

Den danske P-talsmetode adskiller sig først og fremmest fra den originale metode ved håndteringen af det organiske materiale, som også ekstraheres med den svagt basiske opløsning. Den originale forskrift anvender aktivt kul til fjernelse af den farvning, som det organiske stof giver anledning til. Dette gør analysen ganske arbejdskrævende. I den danske forskrift løses dette problem ved at tilsætte polyacrylamid til ekstraktionsvæsken, som foreslået af Banderis et al. (1976).

Ved den danske Pt-metode ekstraheres jorden således med en 0,5 M bicarbonatopløsning tilsat polyacrylamid, hvor pH er indstillet til 8,5. Der ekstraheres i præcis en halv time på et roterende rysteapparat. Jordvæskeforholdet skal være 1:20, (w/v). Forholdet mellem væske og flaskens totalvolumen skal være 1:2,5. Ekstraktionstemperaturen skal være på 22°C. Efter filtrering måles fosfor koncentrationen i væsken spektrofotometrisk på basis af den blåfarvede forbindelse, som dannes mellem fosfat og ammoniummolybdat i et svovlsur opløsning tilsat ascorbinsyre som reduktionsmiddel (Plantedirektoratet, 1994).

Selvom denne forskrift lyder enkel, så er der flere detaljer i analysearbejdet, som kræver stor omhyggelighed for at opnå præcision i resultaterne. Der er flere årsager hertil: (1) Metoden ekstraherer kun en del af det fosfor, der rent faktisk kan udtrækkes med bicarbonat. Dvs. den ekstraktionsproces, som startes, når bicarbonatopløsningen tilføres, er ikke bragt til ende efter den halve times ekstraktion. Det er derfor uhyre vigtigt, at ekstraktionen afbrydes efter præcis en halv time. (2) Processen, der frisætter P fra jordens partikler, er temperaturafhængig, hvilket gør det vigtigt, at temperaturen holdes indenfor det i metodeforskriften angivne interval under hele ekstraktionsprocessen. (3) En del af det potentielt bicarbonat-ekstraherbare fosfor kan være fysisk beskyttet mod ekstraktion, fordi det er "låst inde" i aggregatstrukturen. Jordaggregaterne vil i et vist omfang

blive brudt under ekstraktionen. Omfanget vil være afhængigt af, hvordan og hvor voldsomt der rystes. Derfor vil også rystemetoden kunne påvirke resultatet. (4) Et drilsk praktisk problem kan opstå, når den basiske ekstraktionsvæske skal forsures i forbindelse med farvefremkaldelsen. Herved drives der CO_2 ud af væsken i form af bobler, som under tiden giver anledning til generende skumdannelse. Det tager tid at uddrive det dannede CO_2 , men det er vigtigt, at alle bobler er drevet ud inden der måles på spektrofotometeret.

For mange andre metoder ville det være underordnet, hvilken detektionsmetode der bliver anvendt til P koncentrationsbestemmelsen i den filtrerede væske. Men for netop denne analyse er detektionsmetoden væsentlig. Bicarbonat ekstraherer nemlig også organiske P-forbindelser, som dog ikke bliver detekteret af molybdat-detektionsmetoden (fx Bowman & Cole, 1978). Hvis P koncentrationen måles med metoder, der detekterer den totale P koncentration i væsken, for eksempel ved hjælp af ICP-teknikker, vil man overestimere fosfortallet.

Fosforanalyser og vurdering af risiko for P tab

De forskellige metoder for bestemmelse af tilgængeligt fosfor bliver i stigende omfang også anvendt som en vigtig parameter, når risikoen for fosfortab til vandmiljøet skal vurderes (Maguire et al., 2005). Det gælder også danske forhold, hvor fosfortallet nu anvendes i forbindelse med miljøgodkendelser af husdyrbrug. Ligeledes indgår fosfortallet i det nye landsdækkende fosforindeks (Heckrath et al., 2009). En væsentlig begrundelse for at anvende fosfortallet i fosforindekset er, at der både er sammenhæng mellem fosfortallet og det fosfor, der kan frigives til vand og mellem fosfortallet og jordens totalfosforindhold, samtidig med at tallet hyppigt måles på landbrugsjorden (Heckrath et al., 2009). Der er også i kontrollerede forsøg, hvor andre faktorer, der påvirker P tabet, er holdt konstant, vist pæne sammenhænge mellem fosforstatus i jord målt med agronomiske P test og det faktiske tab (Heckrath et al., 1995; Pote et al., 1999). Også under danske forhold ser det ud til, at der er en pæn sammenhæng mellem fosfortallet og den mængde fosfor, der potentielt kan udvaskes af det øverste jordlag (Kjærgaard et al., 2010).

Når fosfortallet i dag bruges både som rettesnor for fosforgødskningen i forbindelse med planteproduktion og i miljøsammenhæng som parameter til udpegning af risikoområder, øges fokus på og kravene til analysens pålidelighed. Anvendelsen af fosfortallet ved vurderinger af risiko for fosfortab giver også nyt og væsentligt fokus på betydningen af, hvor og hvordan jordprøven udtages (se også kapitel 2). Det er vigtigt at få belyst, om den prøveudtagning, som man traditionelt anvender til belysning af jordens P-status mht. planteproduktion, også er den ideelle, når det drejer sig om miljøspørgsmål. Den blandede (puljede) jordprøve med traditionelt 16 stik dækker over en stor variation i marken. Denne variation har betydning for både planteproduktion og måske i særlig grad for miljøspørgsmål. Tilmed er det sådan, at når prøven udtages alene med henblik på plante-

produktion, vil man traditionelt undgå afvigende zoner i marken, såsom foragre og mindre lavninger, men disse zoner er måske af særlig stor betydning for risikoen for P tab fra området. Disse problemstillinger er også behandlet i kapitel 2 i denne vidensyntese og i et nyligt afsluttet masterprojekt, hvor variationen i jordens fosforindhold i to marker er meget grundigt analyseret (Gade, 2011).

Fosfor i lavbundsjorde

Fosfortallet anbefales ikke til lavbundsjorde, da det giver misvisende resultater både i forhold til gødskningsrådgivning, men også ved vurdering af risiko for fosfortab. Dette er nærmere beskrevet i kapitel 2. Et lavt fosfortal på en lavbundsjord kan nemlig dække over meget store indhold af total-fosfor, som typisk vil være bundet til jernforbindelser i jorden. Til miljøformål anbefales derfor andre metoder, specielt ekstraktion af jern og fosfor med en bicarbonat-dithionit opløsning for at kunne bestemme jern:fosfor-forholdet i dette ekstrakt (Kjærgaard, 2008; Kronvang et al., 2011, Kapitel 2).

Kvalitetskontrol og måleusikkerhed for fosfortallet i Danmark

Der findes en række begreber og udtryk, som hyppigt anvendes i forbindelse med kvalitetskontrol af laboratorier og validering af analytiske metoder, definitioner og beskrivelser af nogle af disse kan ses i tekstboks 1.

Indtil 2003 skulle laboratorier i Danmark, der udførte jordanalyser, have en statslig autorisation, hvortil der var knyttet et tilsyn med laboratorierne, og hvor laboratorierne var forpligtede til at medvirke i såkaldte ringanalyser. Denne obligatoriske kvalitetskontrol blev efterfølgende erstattet af en frivillig kontrolordning i regi af Videnscentret for Landbrug, hvor ringanalyserne er blevet videreført. Ringanalyserne har hyppigt vist, at korrektheden for fosfortalsmålinger er problematisk, idet der ofte har været systematiske forskelle mellem resultater opnået på forskellige laboratorier og i forskellige analyseserier. I løbet af de senere år er antallet af laboratorier, der udbyder analyser efter de danske forskrifter (Plantedirektoratet, 1994), tilmed faldet drastisk (fra 7 laboratorier i 1997 til 3 laboratorier i 2010), hvilket udvander udbyttet af en traditionel ringanalyse.

Det er ikke kun i Danmark, der ses store forskelle mellem laboratoriers præstation på P-tests. Da referencejorde fra forskellige lande blev underkastet forskellige P analyser på en række europæiske laboratorier, fik man ganske varierende resultater (Neyroud et al., 2003).

Tekstboks 1. Definitioner og beskrivelser af nogle af de begreber, der typisk anvendes ved metodevalidering af kemisk analytiske metoder (DANAK, 2003).

Bias

Forskel mellem den forventede middelværdi af måleresultatet og en accepteret referenceværdi

Korrekthed

Grad af overensstemmelse mellem middelværdien for en population af måleresultater og den accepterede referenceværdi

Nøjagtighed

Grad af overensstemmelse mellem et måleresultat og den accepterede referenceværdi

Præcision

Grad af overensstemmelse mellem uafhængige måleresultater, som er opnået under fastlagte betingelser

Repeterbarhed

Præcision under repeterbarhedsbetingelser

Repeterbarhedsbetingelser

Betingelser, hvor uafhængige måleresultater opnås med samme metode på identiske prøver i samme laboratorium, af samme operatør, med samme udstyr og inden for korte tidsintervaller.

Repeterbarhedsstandardafvigelse

Spredning i fordelingen af måleresultater opnået under repeterbarhedsbetingelser

Reproducerbarhed

Præcision under reproducerbarhedsbetingelser

Reproducerbarhedsbetingelser

Betingelser, hvor uafhængige måleresultater opnås med samme metode på identiske prøver i forskellige laboratorier af forskellige operatører med forskelligt udstyr.

Reproducerbarhedsstandardafvigelser

Spredningen i fordelingen af måleresultater opnået under reproducerbarhedsbetingelser.

Måleusikkerhed

En parameter knyttet til måleresultatet og som karakteriserer de værdiers spredning, som med rimelighed kan tillægges målestørrelsen

Robusthed

Analysemetodens grad af uafhængighed af mindre afvigelser i analysemetodens eksperimentelle betingelser

I tabel 2 er krav til analysesikkerhed ifølge ISO-standarden sammenholdt med det, som tilstræbes i Danmark for fosfortallet. Det ses, at ISO standarden (ISO 11263:1994) for bicarbonatekstraktion tillader en ganske betydelig måleusikkerhed på analyseresultatet – langt større end det vi har tilstræbt i Danmark (Tabel 2). Ifølge ISO-standarden accepteres en måleusikkerhed på op til 40% af analyseværdien, når målingen ligger i interval-

let 1-2,5 mgP/100 g jord, hvilket er langt højere end den måleusikkerhed, der accepteres for fosfortallet i Danmark (Tabel 2).

Tabel 2. Acceptable måleusikkerheder ifølge ISO standard (ISO 11263:1994) for bicarbonatekstraktion af P og den måleusikkerhed, som er acceptabel for det danske P-tal (Sørensen, 2002)

P indhold (mg/100 g)	Acceptabel måleusikkerhed
ISO 11263:1994§	
<=1	0,3 mg P/100 g
>1 til 2,5	40% af værdien
>2,5 til 10	1,5 mg P/100 g
>10	25% af værdien
Det danske P-tal#	
	<10% af værdien eller < 0,2 mgP/100 g*

§ Angivet som repeterbarhed af analysen (se tekstboks 1), hvilket fortolkes som den acceptable afvigelse mellem uafhængige målinger af samme prøve på samme laboratorium, med samme udstyr, udført af samme person inden for kort tid.

Angivet som den acceptable afvigelse, der må være mellem uafhængige målinger af en referenceprøve målt på samme laboratorium med samme metode og udstyr inden for kort tid (Repeterbarhed). Disse krav følges op af specifikke krav til, hvor stor afvigelse der må være på en fælles "officiel" standardjord, som laboratorierne som minimum bør analysere hver 5. dag. Gennemsnittet af målingerne må ikke afvige med mere end 50% af de i tabel 1 angivne værdier fra denne referenceprøves "sande" værdi. Dette er et krav til målingens korrekthed (se tekstboks 1).

* Hvis den absolutte afvigelse er større end den procentuelle afvigelse, bruges den absolutte værdi.

Anvendelsen af Olsen P i Storbritannien og Frankrig

I Storbritannien anvendes en version af Olsen P, som er beskrevet i en samling af britiske metodeforskrifter (MAFF, 1986). Ligesom i Danmark gør den brug af polyacrylamid til håndtering af opløst organisk stof. Til gengæld afviger den både fra originalforskriften og fra den danske version af metoden ved, at den ikke anvender en afvejet jordmængde, men blot et fast volumen af tørret sigtet jord, således at resultatet angives i mg P pr. liter jord. En anden væsentlig forskel er, at man i Storbritannien omsætter dette tal til en indekssværdi og bruger dette i forbindelse med rådgivning frem for selve analysetallet. Der

opereres med 6 indeksklasser (DEFRA, 2010) og altså dermed en meget grovere skala end den, vi kender i Danmark. Det er ikke lykkedes at finde oplysninger om, hvordan der føres tilsyn med eller laves kvalitetskontrol af jordanalyser i Storbritannien. Den grove skalering af metodens resultater kan være en naturlig følge af, at den oprindelige hensigt med målinger af tilgængeligt P jo netop var en forholdsvis grov inddeling af jorde i fertilitetsklasser. Denne grove fortolkning kan samtidig have fjernet fokus fra sikkerheden i bestemmelsen og fra eventuelle systematiske variationer i laboratoriernes præstationer.

I Frankrig har man et nationalt kontrolsystem BIPEA (Bureau InterProfessionel d'Etude Analytique, <http://www.bipea.org/en/presentation.htm>). Systemet synes at være meget lig det, vi har haft i Danmark. En af de fosformetoder, der anvendes i Frankrig, er Olsen P, som den er beskrevet i ISO-standarden (ISO 11263:1994). Dog accepteres forskellige tilpasninger og justeringer i metoden, blot disse ikke påvirker laboratoriets præstation systematisk. Der udføres ca. 60.000 analyser med Olsen P årligt. I tre præstationsprøvninger (ringanalyser) i første halvdel af 2010 deltog 26 laboratorier. Resultaterne viser, at enkelte laboratorier ligger forholdsvis langt fra gennemsnittet. Gennemsnittet af hver af de tre præstationsprøvninger var hhv. 7,0; 5,2 og 8,1 mg P/100 g jord, og standardafvigelse var hhv. 0,7; 0,6 og 0,7 mg P/100 g jord (svarende til procentuelle afvigelser på hhv. 10, 11 og 9%). Der accepteres en afvigelse fra gennemsnittet for det enkelte laboratorium på op til to standardafvigelser. (François Servain, Laboratoire Départemental d'Analyses et de Recherche, LAON, Frankrig, personlig meddelelse). Den franske præstationsprøvning, i det materiale som vi har fået til rådighed, viser metodens reproducerbarhed (se tekstboks 1) og det er reproducerbarheden, der stilles krav til. Da de analyserede prøvers eventuelle "sande" værdi ikke er oplyst til os, kan vi ikke sige noget om de franske resultaters korrekthed. De krav, der stilles i Frankrig mht. måleusikkerhed, synes dermed at være noget lempeligere end de krav, som ønskes honoreret i Danmark.

Reproducerbarhed og korrekthed ved danske fosfortalsbestemmelser

For at identificere årsager til de forskelle i fosfortallet på referencejorde, der måles med den danske fosfortalsmetode ved forskellige analyse gange på forskellige laboratorier, er der i regi af VMPIII forskningsprojektet AMORPH etableret to datasæt, som er blevet underkastet en statistisk analyse. I løbet af foråret og sommeren 2010 blev der yderligere fulgt op med en serie gentagne målinger af referencejorde ved JPM. Sidstnævnte analyseresultater er blevet kombineret med et lignende datasæt, hvor analysearbejdet er udført ved to kommercielle laboratorier i 2009. Dette datasæt belyser også, hvad neddeling af referencejordprøver i delprøver betyder. De statistiske analyser af de tre datasæt er nærmere beskrevet i appendiks 4, 5 og 6 og væsentlige resultater er opsummeret i de efterfølgende afsnit.

Analyse af ringanalyser

Resultater fra de ringanalyser (også kaldet præstationsprøvninger), som blev udført i årene 1997-2003 før tilsyn og autorisation af jordanalysemetoder ophørte, er blevet analyseret statistisk med henblik på at vurdere metodens reproducerbarhed ved de kommercielle jordanalyzelaboratorier. Det har vi gjort ved at undersøge, hvor stor variation der er på de enkelte laboratoriers resultater, og hvor meget resultaterne varierer mellem forskellige analyserunder.

Ringanalyser for jordprøver opgøres typisk ved at sammenligne resultater fra det enkelte laboratorium med gennemsnittet af alle deltagende laboratorier. Herved betragtes gennemsnittet for alle laboratorier på den enkelte analysegang som det bedste bud på den sande værdi. Der er to problemer med denne tilgang: (1) Ringanalysen har kun værdi, hvis der er et passende stort antal deltagende laboratorier. (2) Analysen tager ikke højde for eventuelle forskelle mellem analyserunder og derfor heller ikke for vekselvirkninger mellem analyserunde og laboratorium. Ringanalyserne kan bruges til at studere forskelle mellem analysegange, såfremt man sender de samme referenceprøver i flere analyserunder og forudsat, at referenceprøverne ikke ændrer sig under lagring. Ringanalyser kan gennemføres som varslede eller uvarslede, hvor man ved den uvarslede fremsender jordprøverne anonymt. Den bedste evaluering af laboratoriernes præstationer opnås ved en uvarslet ringanalyse, men uvarslede ringanalyser er også vanskeligere at udføre, da anonymiteten let afsløres, fordi de tørrede, sigtede referenceprøver, som man typisk anvender, forholdsvis let kan genkendes imellem de almindelige prøver, der typisk fremsendes ubehandlede.

Det analyserede datamateriale omfatter data fra 11 (varslede) ringanalyser (1-2 ringanalyser hvert år i 1997-2003) og 5 uvarslede ringanalyser (en ringanalyse hvert af årene 1998-2002). I hver ringanalyse var der 10-12 prøver, som blev udsendt til 6-7 laboratorier. I alt var der 696 observationer fra de 11 (varslede) ringanalyser og 317 observationer fra de 5 uvarslede ringanalyser. Data fra varslede og uvarslede ringanalyser blev analyseret hver for sig i en mixed model (en statistisk analyse med både systematiske og tilfældige effekter) med prøve inden for ringtest som systematisk effekt og med laboratorium, vekselvirkningen mellem ringanalyse og laboratorium og residualeffekten som tilfældige effekter (yderligere detaljer fremgår af appendiks 4). I dette datasæt var de jorde, der blev anvendt ved hver enkelt ringanalyse, anonymiserede på nær en enkelt jord, hvilket begrænser mulighederne for at analysere forskelle mellem ringanalyserne.

Derudover analyseredes data fra en ny serie af ringanalyser udført i 2010, hvor 7 referencejorde blev sendt til 3 laboratorier i 3 eller 4 analyserunder (appendiks 5). Denne ringanalyse havde foruden det gængse formål (belysning af laboratoriernes præstation) også til formål at belyse, om neddeling af referenceprøverne kan være en utilsigtet kilde

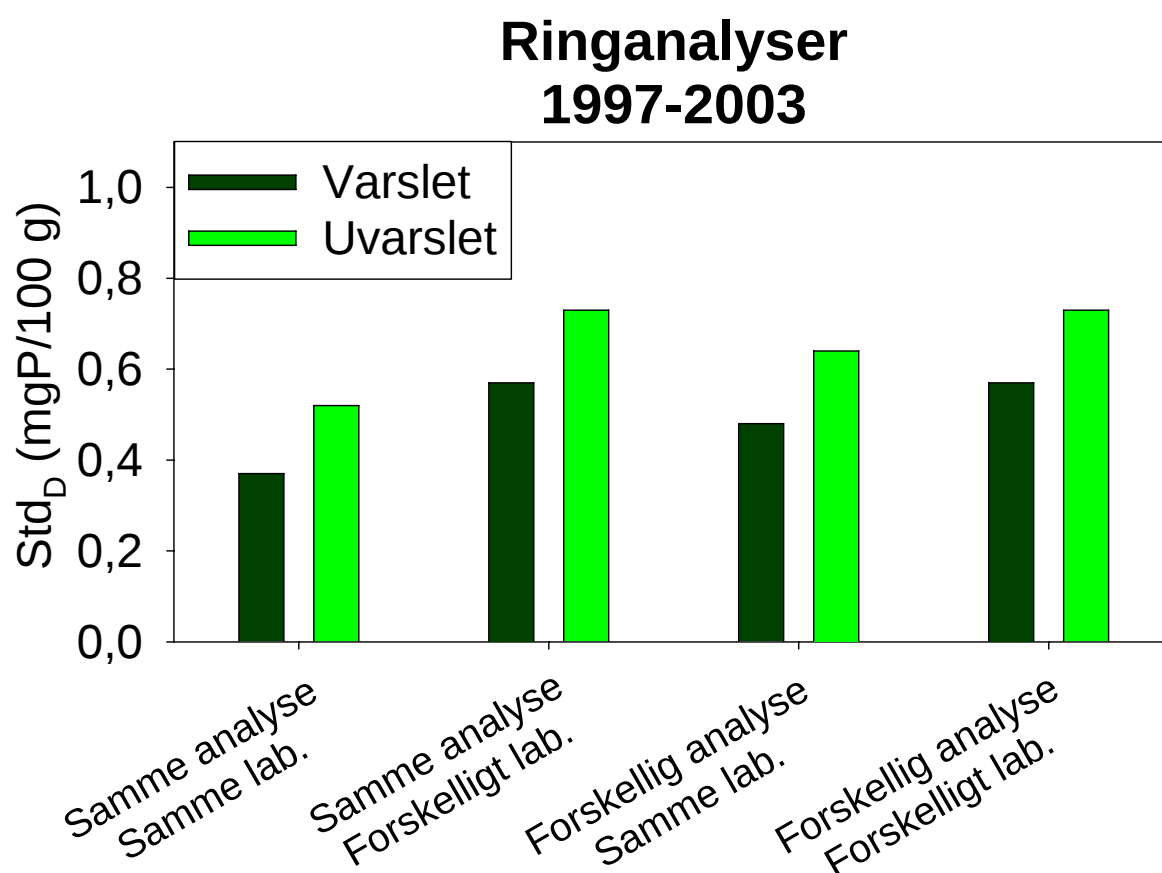
til variation. Både neddeling af prøverne før fremsendelse og neddeling i det enkelte laboratorium i en A og en B prøve blev undersøgt.

De statistiske analyser af både det nyere og det ældre datasæt viste, at der var en tydelig forskel i laboratoriernes præstation og i deres præstation fra ringanalyse til ringanalyse (appendiks 4 og 5). Når residualvariansen for hvert enkelt laboratorium, som er et udtryk for den tilfældige usikkerhed for analysen på laboratoriet (en lille residualvarians er udtryk for en god præcision (repeterbarhed), mens en stor residualvarians er udtryk for en dårlig præcision (repeterbarhed)), blev udregnet i det ældre datasæt, er det tydeligt, at laboratorierne har store forskelle i, hvor præcist de arbejder. I det ældre datasæt var residualvariansen for varslede ringanalyser (0,11 fosfortalsenheder²) for det laboratorium, der havde den største residualvarians, hvilket var 10 gange større end residualvariansen for laboratoriet med den mindste residualvarians (0,01 fosfortalsenheder²) (appendiks 4). I det nyere datasæt var forskellen endnu større (henholdsvis 0,19 og 0,01 fosfortalsenheder²) for laboratorierne med største og mindste residualvarians.

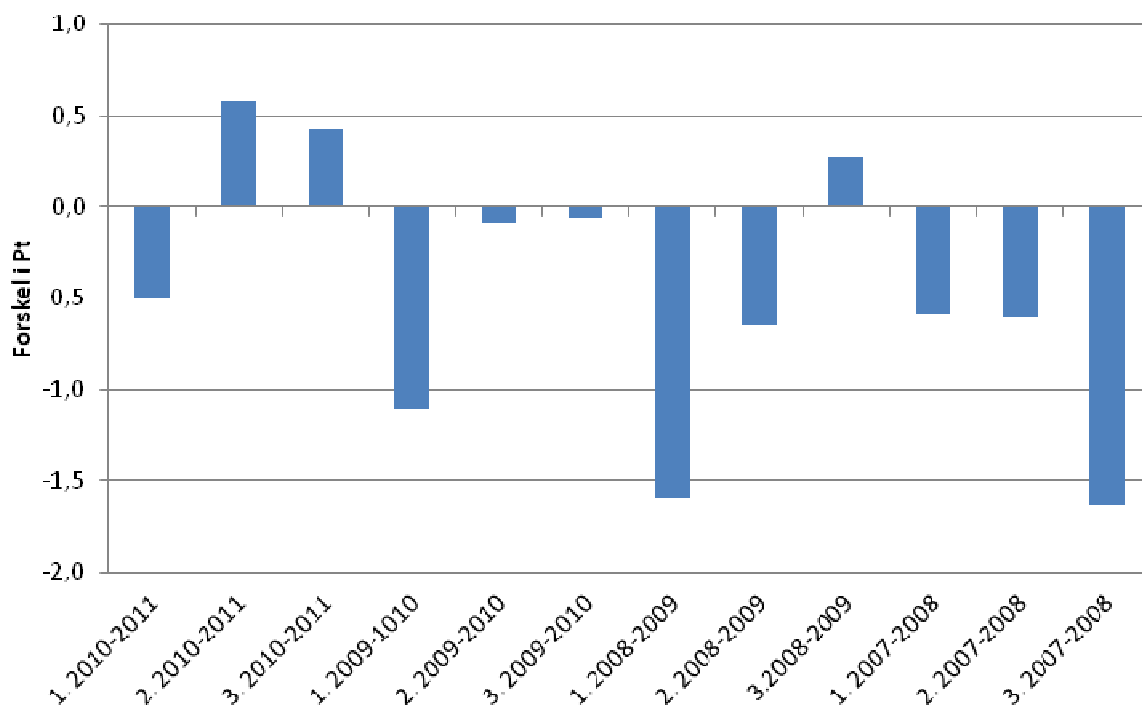
Analysen af de ældre ringanalyser viste en klart større præcision på de varslede ringanalyser end de ikke-varslede (appendiks 4). I figur 1 vises standardafvigelsen for en sammenligning af to målte fosfortal afhængig af, om fosfortallet er målt på samme eller forskellige laboratorier og i samme eller forskellige ringanalyser. Usikkerheden i sammenligningen er mindst, når det er samme test og samme laboratorium, og størst når laboratoriet er forskelligt. Når man sammenholder usikkerhederne i figur 1 med den tilstræbte måleusikkerhed (tabel 2), er det tydeligt, at den tilstræbte usikkerhed ofte ikke kan honoreres, uanset om man sammenligner tal analyseret på samme eller forskellige laboratorier på samme eller forskellige tidspunkter. Hvis man fx ville sammenligne to fosfortalsmålinger af en prøve med et fosfortal på fx 4, ville man ifølge de danske krav tillade, at to målinger af samme tal maksimalt afveg med 0,4 fosfortalsenheder fra hinanden: Denne værdi kan sammenlignes ca. to gange de aflæste værdier for tallene i de to søjler længst til venstre (repeterbarhed). Værdierne i de to søjler længst til højre er mål for reproducerbarhed. De værdier, der er vist i figur 1, er gennemsnit for alle laboratorier – og værdierne for især repeterbarhed varierer meget fra laboratorium til laboratorium.

Forskellen i præstationerne mellem de 3 laboratorier, der er aktive i 2010, er endnu mere udtalt end ved den ældre ringanalyse. Der er en forskel på 0,9 enheder i det generelle gennemsnit for alle analyser mellem det laboratorium, der måler de højeste P tal og det laboratorium, der måler det laveste. Den største forskel mellem laboratorier på en enkelt jord ved en enkelt analysegang var 2,8 enheder (appendiks 5). Sammenligning af resultater, som stammer fra forskellige tidspunkter og er analyseret på forskellige laboratorier, er derfor blevet endnu mere usikker i den nye ringanalyse end det, som fremgår af figur 1, da usikkerheden ved en sammenligning af to målte fosfortal (StdD) her varierer mellem 0,8 og 1,0 fosfortalsenhed ved sammenligning af resultater for forskelligt labora-

laboratorium og forskellig ringanalyse. Figur 2 illustrerer på anden vis den manglende reproducerbarhed ved fosfortalsanalysen. Figuren viser forskelle i fosfortalsbestemmelsen, som er fundet mellem to jordlaboratorier i perioden 2007 til 2011 i forbindelse med frivillige ringanalyser, som arrangeres af VfL. De mange negative forskelle indikerer manglende korrekthed i de udførte fosfortalsanalyser, medens den store variation i forskellene (fra -1,5 til +0,5) indikerer, at mindst et af de to laboratorier har en ringe reproducerbarhed. Både gamle og nye datasæt viser derfor med stor tydelighed, at korrekthed og reproducerbarhed af fosfortalsmetoden er utilfredsstillende. Det er derfor vigtigt at optimere laboratoriernes procedurer og løbende kontrollere kvaliteten af analysearbejdet på jordlaboratorierne.



Figur 1. Beregnede usikkerheder på sammenligning af fosfortal i to prøver (Std_D) fra ringanalyserne udført fra 1997 til 2003 for varslede og uvarslede ringanalyser, hvor der er regnet med en fælles residualvarians for alle laboratorier. "Samme analyse" betyder, at der sammenlignes inden for samme ringanalyse; "Samme lab." betyder, at der sammenlignes resultater opnået på samme laboratorium; "Samme analyse" og "Samme lab." kan betragtes som et gennemsnitligt mål for repeterbarhed; "Forskellig analyse" og "Forskelligt lab." betyder, at der sammenlignes med resultater opnået i en forskellig test og et andet laboratorium og er et mål for reproducerbarhed



Figur 2. Forskel mellem to kommercielle laboratoriers bestemmelse af fosfortallet i forbindelse med ringanalyser foretaget 2007-2011 (gennemsnit af 10 referenceprøver pr. ringanalyse). Data stammer fra de ringanalyser, som løbende arrangeres af Viden-centret for Landbrug (VfL). Der udføres tre ringanalyser årligt, hver søjle svarer til en ringanalyse (Hans S. Østergaard, VfL, personlig meddelelse)

Uensartethed i en referenceprøve kan opstå som følge af de meget forskellige kornstørrelser som jordprøvens bestanddele har. Størrelsesforskellene kan give anledning til sortering og omfordeling internt i prøven under opbevaring. Dette har været overvejet som en mulig kilde til den variation, der observeres i fosfortallet i ringanalyserne. Et af formålene med det arbejde, der er præsenteret i appendiks 5, var derfor at undersøge, om grundig opblanding og korrekt neddeling af referencejordprøver var tilstrækkelig til at sikre, at der ikke opstod systematiske forskelle mellem forskellige delprøver af referencejordene. Undersøgelsen viste, at den variation, der introduceredes som følge af neddeling af jordprøverne forud for fremsendelse til laboratorierne, var ubetydelig, og den var ikke væsentlig forskellig fra den variation, der introduceredes ved afvejning i de enkelte laboratorier (appendiks 5). Der kan derfor opnås tilstrækkelig ensartethed i den store referenceprøve, såfremt det sikres, at prøven opblandes grundigt og før neddeling.

Gentagne målinger af fosfortallet på to referencejorde ved to laboratorier

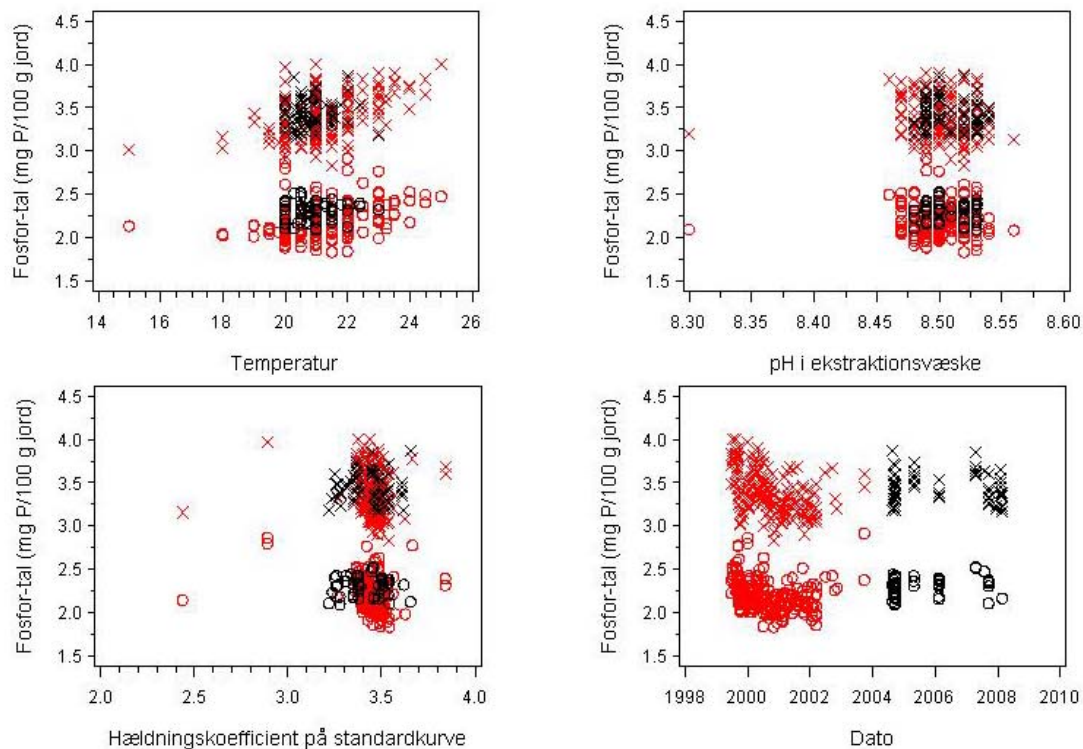
Hver gang fosfortalsanalysen er blevet udført ved det nu nedlagte laboratorium for Analytisk Kemi ved DJF (Clab) og ved på laboratoriet ved Afdeling for Jordbrugsproduktion og Miljø (JPM) er to referencejorde medtaget til analyse. Resultaterne på disse to jorde er blevet brugt til at godkende de enkelte analysehold. Godkendelse er kun sket, hvis resultaterne for referencejordene har ligget inden for et interval defineret ud fra kravene nævnt i tabel 2 (Sørensen, 2002). Hvis dette ikke var opfyldt, er der foretaget en ny analyse. Dato for hver analyserunde samt alle resultater for referencejordene er blevet noteret på kontrolark sammen med oplysninger om temperatur, pH i ekstraktionsvæsken og hældning for den anvendte standardkurve. I alt er 205 analysegange fra årene 1999-2003 for Clab og 77 analysegange fra 2004-2008 for JPM underkastet en statistisk analyse (appendiks 6).

De målte fosfortal er svagt faldende med tiden, især i den første del af perioden (figur 3). Den statistiske analyse bekræfter dette, og det kunne beregnes, at fosfortallet faldt med 0,077 enheder hvert år ved C-lab, dvs. i perioden fra 1997 til 2003. For JPM, hvor jorde- ne har været lagret i meget lang tid, faldt tallet i den efterfølgende periode kun med 0,009 enheder pr. år, og dette fald var ikke signifikant forskelligt fra 0. Det er tidligere vist, at fosfortallet kan ændre sig i en tørret jordprøve ved lagring, og at ændringerne sandsynligvis påvirkes af temperatur og fugtighed (Castro & Torrent, 1993; Bramley et al., 1992).

Ved Clab svingede temperaturen under analysen mellem 15 og 25°C, mens den ved JPM svingede mellem 20 og 23°C (figur 3). Det store udsving i temperaturen blev elimineret i løbet af perioden, formentlig som følge af at tilsynshavende blev opmærksom på temperatu- rens betydning og overfor laboratoriet indskærpede, at analysen skulle udføres in- denfor et snævert temperaturinterval. Den statistiske analyse udført her viser da også klart temperatu- rens signifikante betydning. Det kunne således estimeres, at fosfortallet steg med 0,074 enheder, når temperaturen steg med 1°C på C-lab.

De forskelle i pH i ekstraktionsvæsken, som er observeret i dette datasæt, synes ikke at påvirke fosfortalsbestemmelsen (figur 3).

Plottet af fosfortallet mod hældningen af standardkurven indikerer, at hældningen på standardkurven ikke i sig selv synes at have nogen entydig og signifikant betydning for resultatet af fosfortalsanalysen. En analyse af varianskomponenterne viste derimod, at standardkurvens bidrag til den totale varians var signifikant, hvilket tyder på, at vari- ansbidraget fra standardkurven indbefatter uønsket systematisk variation relateret til den enkelte analysegang. Variansbidraget fra standardkurven blev da også væsentligt mindre, når de øvrige analysekvalitetsparametre (temperatur og dato) blev inddraget i analysen (se appendiks 6).



Figur 3. Plot af P-tallet mod temperatur (øverst til venstre), pH (øverst til højre), hældning på standardkurve (nederst til venstre) og dato (nederst til højre). Krydser er resultater fra jorden DS1; cirkler er fra jorden Liselund; røde symboler viser resultater fra laboratoriet Clab; sorte symboler er fra JPM

Det blev efterfølgende vist, at det var muligt at minimere bidrag til variation fra "uønskede kilder" såsom laboratorium, temperatur og hældning på standardkurve ved at korrigere med værdien for den anden referencejord (tabel 2 i appendiks 6). Dette er et vigtigt resultat, især hvis det viser sig at gælde generelt, idet det kan udnyttes til at minimere usikkerheden på de målte fosfortal i en analyseserie. Usikkerheden og den uønskede systematiske variation mellem laboratorier vil således kunne reduceres ved at korrigere det målte fosfortal på den ukendte prøve med det fosfortal, som måles på en eller flere referencejorde i hver enkelt analysegang. Herved vil metoden blive mere robust (se tekstboks 1). Korrektionen kan skrives således:

$$P_t(k) = P_t(m) \frac{P_t(0)}{P_t(s)}$$

hvor $P_t(m)$ og $P_t(k)$ er fosfortallet i den indsendte prøve henholdsvis før og efter korrektionerne; $P_t(s)$ er fosfortallet i referencejorde, eller gennemsnittet af flere referencejorde målt med samme standardkurve og på samme tid; $P_t(0)$ er det fælles fosfortal, som man

korrigerer til, som fx baseres på analyser gentaget ved flere analyserunder ved flere laboratorier eller ved et standardlaboratorium.

Værdien for $P_i(0)$ skal således på forhånd sendes til alle laboratorier og bør fornyes med passende mellemrum, for at kunne tage højde for eventuelle ændringer i referencejordene over tid.

Tabel 3 viser, hvor meget usikkerheden på de målte tal approksimativt kan reduceres ved at indføre en sådan korrektion på de data, der indgik i nærværende analyse (appendiks 6).

Tabel 3. Approksimative standardafvigelser for analyseresultater efter korrektion i forhold til antal standardprøver benyttet i korrektionen (appendix 6)

Laboratorium	Antal standardprøver					
	0	1	2	3	4	∞
CLab	0,212	0,150	0,135	0,130	0,127	0,118
JPM	0,162	0,131	0,114	0,107	0,104	0,093

Konklusioner vedrørende fosfortalsanalysen

- Fosfortalsmetoden, som den er foreskrevet og udført i dag, mangler robusthed og reproducerbarhed, som kommer til udtryk ved en betydelig og systematisk variation i laboratoriers præstationer.
- Det er vigtigt at holde temperaturen inden for et snævert interval under hele ekstraktionsproceduren.
- En stor del af den variation, der observeres mellem laboratorier og analysegange vil kunne elimineres ved at anvende resultaterne fra referencejorde til beregning af fosfortallet for hver enkelt analysegang.
- Det er vigtigt, at referenceprøver forbehandles, opbevares på en måde, så disse ændrer sig mindst muligt over tid, dette kan formentlig opnås hvis de lagres ved konstant lav luftfugtighed i tætsluttende emballage.
- Den variation, som måtte skyldes uensartethed i en stor referenceprøve, der neddeles, kan elimineres ved korrekt og omhyggelig blanding og neddeling af referencejordene.

Anbefalinger

- At der, for at forbedre fosfortalsanalysens robusthed, indføres korrektion på basis af referencejorde.

- At der ved ringtest samtidig stilles krav til nøjagtigheden af de absolutte måleresultater for referencejordene, og til hvor meget disse må afvige fra det fælles "sande" fosfortal for referenceprøven, som bruges ved korrektionen.
- At det beskrives nærmere hvilke jorde, der ikke egner sig til fosfortalsanalyser.
- At en eventuel ny metode, som ønskes indført, underkastes en grundig analyse af metodens robusthed og nøjagtighed ved udførelse på forskellige kommercielle laboratorier.
- At Danmark involveres stærkere i udviklingen af internationale referencejorde og kontrolsystemer på jordanalyseområdet (fx WEPAL, som er omtalt i kapitel 1).

Referencer

- Banderis, A, Barter, DD, Henderson, K 1976. The use of polyacrylamide to replace carbon in the determination of "Olsen's" extractable phosphate in soil. *Journal of soil Science* 27:71-74.
- Beegle, D 2005. Assessing soil phosphorus for crop production by soil testing. In: (Eds: JT. Sims & A. Sharpley). *Phosphorus: Agriculture and the Environment*. Page 123-143.
- Bondorff, KA 1950. Studier over jordens fosforsyreindhold. VI. Jordfosforsyrens opløselighed i fortyndes svovlsyre. *Tidsskrift for Planteavl*. 53:336-342.
- Bowman, RA & Cole, CV 1978. Transformations of organic phosphorus substrates in soils as evaluated by NaHCO₃ extraction. *Soil Science* 125:49-54.
- Bramley, RGW, Barrow, NJ & Shaw, TC 1992. The reaction between phosphate and dry soil. I. The effect of time, temperature and dryness. *Journal of Soil Science*, 43:749-758.
- Castro, B, & Torrent, J 1993. Phosphate availability in soils at water activities below one. *Commun. Soil Sci. Plant Anal.* 24:2085-2092.
- DANAK, 2003. Metodevalidering i kemisk analytiske laboratorier. Kvantitative analysemetoder. Retningslinie (og intern vejledning) nr. RL1. 25 sider.
- DEFRA, 2010. Fertiliser Manual (RB209). 8th edition. Department for Environment, Food and Rural Affairs. The Stationery Office (TSO), United Kingdom. 249 pages.
- Gade, A, 2011. Rumlig variation af fosfor i landbrugsjord. Kandidatspeciale. Det jordbrugsvidenskabelige fakultet, Aarhus Universitet. 145 sider.
- Heckrath, G, Brookes, P, Poulton, P & Goulding, KWT 1995. Phosphorus leaching from soils containing different P concentrations in the Broadbalk experiment. *J. Environ. Qual.* 24: 904-910.

- Heckrath, G, Andersen, HE, Rubæk, G, Kronvang, B, Kjærgaard, C & Hoffmann, CC 2009. Et web-baseret P-indeks som miljøplanlægningsredskab: del 1. Vand og Jord nr. 2: p44-48.
- Hosseinpur AR & Sinegani AS, 2009. Correlation of Iron Oxide-Impregnated Paper Method with Selected Soil Phosphorus Tests and Alfalfa Indices. Soil Science and Plant Analysis, 40, 7-8; 1183-1190.
- Husted S, & Schjørring JK 2010. Bedre bestemmelse af plantetilgængeligt fosfor og mikronæringsstoffer i jord. Paper fremlagt ved Plantekongres 2010, Herning, Danmark 12. - 14. januar, 2010.
- ISO 11263:1994 Soil quality – Determination of phosphorus – Spectrometric determination of phosphorus soluble in sodium hydrogen carbonate solution. International Organization for Standardization, Geneve, Switzerland. 5 pp.
- Johnston, AE 2001, Principles of crop nutrition for sustainable food production. Proc. No. 459. The Int. Fertiliser Soc. York UK.
- Johnston, AE 2005. Phosphorus nutrition of arable crops In: Sims, JT & Sharpley AN (eds.) Phosphorus: Agriculture and Environment. Agronomy monograph no 46. American Society of Agronomy. Madison, Wisconsin, USA. Page 495-520.
- Jordan-Meille, L, Recknagel, J, Csatho, P, Ehlert, P, Flich, R, Fotyma, M, Génot, V, Goulding K, Hofman G, Provolò, G, Rubæk, GH & Barraclough, P 2011. An overview of fertilizer_P recommendations in Europe: Soil testing, interpretation and fertilizer recommendations. (In prep).
- Kjærgaard, C 2008. Kan man undgå fosfortab ved reetablering af vådområder? I Sammen drag af indlæg: Plantekongres 2008, Aarhus Universitet, Det Jordbrugsvidenskabelige Fakultet s. 251-252.
- Kronvang B, Søndergaard, M, Hoffmann, CC, Thodsen, H, Ovesen NP, Stjernholm, M, Nielsen, CB, Kjærgaard, C, Schønfeldt, B, Levesen, B 2011. Etablering af P-Ådale” Faglig rapport fra DMU nr. 840; DMU, Aarhus Universitet 2011.
- MAFF, 1986. The Analysis of Agricultural materials. Third edition. Reference book 427. Ministry of agriculture food and fisheries. London, Her Majesty’s Stationery Office. UK. Page 183-186.
- Maguire, RO, Chardon, W & Simard, RR 2005. Assessing potential environmental impacts of soil phosphorus by soil testing. In: (Eds: JT. Sims & A. Sharpley). Phosphorus: Agriculture and the Environment. Page 145-180.

- Mason, S, McNiell, A, McLaughlin, MJ & Zhang, H 2010 Prediction of wheat response to an application of phosphorus under field conditions using diffusive gradients in thin-films (DGT) and extraction methods. *Plant Soil* 337:243-258.
- Mehlich, A 1984. Mehlich 3 soil test extractant: a modification of Mehlich 2 extractant. *Communications in Soil Science and Plant Analysis* 15:1409-1416.
- Menon RG , Chien SH, Hammond LL & Arora BR, 1990. Sorption of phosphorus by the Iron Oxide-Impregnated filter paper embedded in soils. *Plant and Soil*, 126, 2 ,287-294.
- Morel, C, Schneider, A, Plenet, D & Fardeau, JC 2002 Transfer of phosphorus in soil-plant and soil-solution systems using isotopic labelling and dilution methods. *Nuclear techniques in integrated plant nutrient, water and soil management. Proceedings of an International Symposium held in Vienna, Austria, 16-20 October 2000*, Pages: 49-56.
- Neyroud, JA & Licher, P 2003. Do different methods used to estimate soil phosphorus availability across Europe give comparable results? *J. Plant Nutr. Soil Sci.* 166:422-431.
- Olsen, SR, Cole, CV, Watanabe, FS & Dean, LA 1954. Estimation of available phosphorus in soils by extraction with sodium bicarbonate. Circular 939, United States Department of Agriculture, Washington DC.
- Plantedirektoratet 1994. Fælles arbejdsmetoder for jordbundsanalyser (NK Sørensen & A. Bülow-Olsen red.) Plantedirektoratet, Landbrugsministeriet.
- Pedersen,JB, 2009. Oversigt over Landsforsøgene, Dansk Planteproduktion, Aarhus 2009.
- Pote, DH, Danial, TC, Nichols, DJ, Sharpley, AN, Moore, PA, Miller, DM & Edwards, DR 1999. Relationship between phosphorus levels in three ultisols and phosphorus concentration in runoff. *J. Environ. Qual.* 28:170-175.
- Rubæk GH & Sibbesen, E 2000. Long-term phosphorus fertilization – Effects on crop yield and soil phosphorus status. DIAS report no. 31 Plant production. Danish Institute of Agricultural Sciences, Ministry of Food, Agriculture and Fisheries.
- Schneider A & Morel, C 2000 Relationship between the isotopically exchangeable and resin-extractable phosphate of deficient to heavily fertilized soil. *European Journal of Soil Science*, 51, 709-715.
- Sibbesen, E 1983. Phosphate soil tests and their suitability to assess the phosphate status of soil. *J. Sci. Food Agric.* 34:1368-1374.

- Sibbesen, E & Sharpley, A 1997. Setting and justifying upper critical limits for phosphorus in soils. I: Tunney, H, Carton, OT & Brookes, PC (red.) Phosphorus Loss From Soil to water, CABI Publishing, Wallingford, UK. s. 151-176.
- Syers, JK, Johnston, AE., Curtin, D. 2008. Efficiency of soil and fertilizer phosphorus use. Reconciling changing concepts of soil phosphorus behaviour with agronomic information. FAO Fertilizer and plant nutrition bulletin 18. P 1-58 Food and Agriculture organization of the United Nations, Rome, 2008. p 1-58.
- <ftp://ftp.fao.org/docrep/fao/010/a1595e/a1595e00.pdf>
- Skriver, K, 1988 (ed): Oversigt over Landsforsøgene 1987. Landsudvalget for Planteavl, Aarhus 1988.
- Sørensen, NK 2002. Forslag til styrkelse af den analytiske kvalitet på de af fødevareministeriet autoriserede jordanalyselaboratorier. Notat udarbejdet til møde mellem laboratorier, brugere og tilsynet med jordanalyser d 20 Juni 2002 i Skejby. 10 pp.
- Tang X, Yibing M, Xiyang H, Xiuying L, Jumei L, Shaomin H & Xueyun Y 2009. Determining critical values of Olsen-P for maize and winter wheat from long-term experiments in China. Plant and Soil, 323, 143-151.
- Tunney, H, Breeuwsma, A, Withers, PJA & Ehlert, PAI 1997. Phosphorus fertilizer strategies: Present and Future. In: Tunney, H, Carton, OT & Brookes, PC (red.) Phosphorus Loss from Soil to water, CABI Publishing, Wallingford, UK. p 177-203.

Teksturanalyse: Metoder og udfordringer

O.K. Borggaard

Institut for Grundvidenskab og Miljø, Københavns Universitet

K. Dalsgaard, S.M. Kristiansen, C. Rasmussen

Institut for Geoscience, Aarhus Universitet

M. Knadel

Institut for Agroøkologi, Aarhus Universitet

L. Knudsen

Videncentret for Landbrug

Resumé

Standardmetoden til bestemmelse af en jords tekstur er i Danmark og mange andre lande den kombinerede sigte-/sedimentationsmetode. I modsætning til internationale analyseforskrifter skal jorde indeholdende <5% humus ikke behandles med hydrogenperoxid inden dispergeringen ifølge den gældende danske forskrift. En foreløbig undersøgelse har da også vist, at lerindholdet generelt bliver større og siltindholdet mindre, hvis jorde indeholdende <5% humus hydrogenperoxidbehandles inden teksturbestemmelsen; men ændringen i ler-/siltindholdet er ikke entydig. Hertil kommer, at den kombinerede sigte-/sedimentationsmetode er langsommelig og arbejdskrævende, og den giver normalt kun en bestemmelse af jordens indhold af ler, silt, finsand og grovsand.

I forsøget på at finde et hurtigere, lettere, billigere og helst mere informativt alternativ er undersøgt laser-diffraktion og visuel/nær-infrarød (VIS/NIR, typisk spektrum fra 350 til 2500 nm) reflektionsspektroskopi. Sammenligninger af laser-diffraktion med den kombinerede sigte-/sedimentationsmetode har vist, at laser-diffraktion generelt giver omtrent samme sandindhold som standardmetoden, men lerindholdet er mindre og siltindholdet større. Det har imidlertid vist sig umuligt at finde en entydig sammenhæng mellem ler- og siltindholdene bestemt ved de to metoder. Jordens ler- og sandindhold bestemt med hurtig og billig VIS/NIR spektroskopi er fundet i god overensstemmelse med sedimentationsanalysen, medens bestemmelsen af siltprocenterne er mere usikker. Pålidelige resultater med VIS/NIR spektroskopi forudsætter omhyggelig kalibrering over for jorde med kendt tekstur. Det kan derfor konkluderes, at sigte-/sedimentationsmetoden ikke uden videre kan erstattes af de alternative metoder.

Indledning

En jords faste fase består af partikler, som ofte er samlet i større klumper (aggregater). Ved mekanisk og kemisk påvirkning kan aggregaterne adskilles i enkeltpartikler (primærpartikler) bestående af amorft eller krystallinsk uorganisk og organisk mate-

riale. Ved en teksturanalyse bestemmes størrelsesfordelingen af jordens krystallinske primærpartikler. Derfor kaldes en teksturanalyse, som tidligere blev betegnet mekanisk analyse, også for en partikelstørrelsesfordelingsanalyse. Teksturen angiver det relative indhold af partikler i forskellige størrelsesklasser, fx ler ($< 2 \mu\text{m}$), silt ($2\text{-}20 \mu\text{m}$) og sand ($20\text{-}2000 \mu\text{m}$) og er en meget vigtig og stabil (statisk) jordparameter, idet teksturen kun ændres meget langsomt gennem forvitring. Mange vigtige jordfunktioner, herunder jordens vandholdende evne, dens eroderbarhed, dens evne til at understøtte plantevækst og dens evne til at beskytte vandmiljøet mod forurening er tæt forbundet med jordens tekstur (Cécillon et al., 2009; Gee & Bauder, 1986).

Traditionelt (officielt) og i forbindelse med jordklassifikation bestemmes teksturen ved en kombineret sigte- og sedimentationsanalyse (standardmetoden), hvor der i sedimentationsanalysen bruges enten hydrometer eller pipetteapparat (Andreasen, 1939; Gee & Bauder, 1986; Hansen, 1961; Madsen et al., 1992; Rasmussen & Dalsgaard, 2010; Sørensen & Bülow-Olsen, 1994). Denne kombinationsanalyse har dog af flere begrænsninger og problemer, bl.a. er den tids- og arbejdskrævende, og den kan ikke anvendes til analyse af partikler mindre end ca. $1 \mu\text{m}$. Derfor har der været gjort flere forsøg på at erstatte den traditionelle teksturanalyse med hurtigere og lettere metoder. Således har man forsøgt at anvende forskellige partikelanalyser, fx SediGraf og Coulter Counter, men en mere lovende metode synes at være laser-diffraktionsanalyse, som også kan give en meget mere detaljeret partikelstørrelsesfordelingsanalyse, end der normalt opnås med den traditionelle metode (Pieri et al., 2006; Rasmussen & Dalsgaard, 2010; Taubner et al., 2009). Desuden er det vigtigt at nævne visuel/nær-infrarød (VIS/NIR) reflektionsspektroskopi, som udføres på en fast jordprøve, og som ud over tekstur kan give oplysninger om andre jordkvalitetsparametre, fx total C, N og CEC (Cécillon et al., 2009; McBratney et al., 2006; Rossel et al., 2006; Sørensen & Dalsgaard, 2005; Wetterlind et al., 2008). Den følgende gennemgang af teksturanalysen vil derfor være koncentreret om en kort beskrivelse af sigte-/sedimentationsmetoden samt laser-diffraktion og VIS/NIR metoderne, og endelig en sammenligning af resultaterne fra de sidstnævnte to metoder med standardmetoden.

Forbehandling og dispergering

Uanset om teksturanalysen udføres ved sigtning og sedimentation eller laser-diffraktion, skal jordens primærpartikler dispergeres forud for selve teksturanalysen, dvs. aggregater (sekundærpartikler) skal adskilles i enkeltpartikler, som opslemmes i vandig opløsning (Gee & Bauder, 1986; Pieri et al., 2006; Rasmussen & Dalsgaard, 2010; Taubner et al., 2009). Da humus er det vigtigste aggregeringsmiddel i de fleste jorde, skal jordens organiske stof fjernes, hvilket især er vigtigt ved analyse af humusholdige jorde. Det organiske stof kan bortoxideres ved behandling med hydrogenperoxid (brintoverilte, H_2O_2) efter reaktionen: $\text{CH}_2\text{O} + 2\text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow \text{CO}_2 + 3\text{H}_2\text{O}$. Bortoxidation af organisk stof kan være meget tidsrøvende, og det vil ofte tage uger at fjerne alt organisk stof; normalt fortsættes behandlingen med hydrogenperoxid indtil

tilsætning af en ny portion H_2O_2 ikke giver synlig brusning. Salt- og gipsholdige jorde skal vaskes med vand, idet et højt saltindhold hindrer dispergering. Frit kalk (CaCO_3) kan også volde problemer og kan fjernes ved at opslemme jorden i en eddikesyre/acetat buffer og langsomt tilsætte saltsyre til brusningen (CO_2 -udvikling) ophører. I oxid-rige jorde, primært ”røde” tropejorde, er primærpartiklerne bundet i stabile mikroaggregater, som først adskilles i enkeltpartikler efter reduktiv opløsning af de aggregerende jernoxider.

Ifølge ”Fælles arbejdsmetoder for jordbundsanalyser” bestemmes teksturen uden forbehandling med hydrogenperoxid, hvis jorden indeholder mindre end ca. 5% humus (Sørensen & Bülow-Olsen, 1994). En undersøgelse foranlediget af Videncentret for Landbrug har imidlertid vist, at selv på mere humusfattige jorde afhænger partikelstørrelsesfordelingen af, om jorden forud for teksturbestemmelsen behandles med hydrogenperoxid eller ej (tabel 1).

Tabel 1. Partikelstørrelsesfordelingen for nogle danske jorde bestemt med (+ H_2O_2) og uden (- H_2O_2) hydrogenperoxidbehandling

Jord nr.	Ler (%)		Silt (%)		Sand (%)	
	+ H_2O_2	- H_2O_2	+ H_2O_2	- H_2O_2	+ H_2O_2	- H_2O_2
140134	9,21	4,68	37,55	25,85	53,24	69,47
140135	6,03	4,04	5,15	18,60	88,83	77,36
140136	12,28	7,70	13,66	14,76	74,06	77,54
140137	14,65	12,13	14,46	16,57	70,90	71,30
140138	9,82	6,54	10,99	14,45	79,20	79,00
140139	14,71	11,33	16,71	17,04	68,57	71,62
140140	8,43	4,53	1,34	13,46	90,23	82,01
140141	4,90	3,48	4,25	3,75	90,85	92,76
140142	3,96	2,13	5,91	7,92	90,13	89,95
140143	7,19	3,99	7,56	11,62	85,24	84,39
140573	10,30	10,61	15,99	20,40	73,71	69,00
B24	10,24	9,36	-	-	-	-
Middel	9,31	6,71	12,14	14,95	78,63	78,58

Generelt viser tabellen, at lerindholdet stiger efter hydrogenperoxidbehandlingen, medens siltindholdet falder. Til gengæld ses ingen generel tendens på sandindholdet. Der synes heller ikke at være noget generelt mønster for sammenhængen mellem ler- og siltindholdet bestemt med og uden hydrogenperoxidbehandling, idet effekten varierer fra jord til jord. Således ses næsten en fordobling af lerindholdet i jord nr. 140134, medens lerindholdet i jord nr. 140573 er stort set uændret. Effekten af hydrogenperoxidebehandlingen på siltindholdet er ifølge tabel 1 endnu mere variabel, idet jord nr. 140140 viser et fald fra 13,46 % til kun 1,34 %, medens der stort set ingen effekt er på jord nr. 140139, og jord nr. 140134 endog udviser markant stigning. Den-

ne jord-til-jord variabilitet er forventelig, idet jordaggregaterne varierer mht. stabilitet, størrelse og bindemiddel, herunder sammensætning og nedbrydelighed af det organiske stof (Pefferkorn, 1997; Sollins et al., 1996). Ændringen af en jords tekstur pga. hydrogenperoxid-behandlingen kan markant påvirke dens indplacering i Den danske Jordklassificering, JB systemet (Madsen et al., 1992). Således vil for eksempel klassificeringen af jord nr. 140135 og jord nr. 140143 ændres fra JB 1 til JB 3 og for jord nr. 140136 fra JB 3 til JB 5, hvis teksturen bestemmes efter, at jorden er behandlet med hydrogenperoxid.

Som nævnt er hensigten med teksturanalysen at bestemme jordens indhold af primærpartikler. Derfor er det afgørende at få brudt alle bindinger mellem de primære partikler. Da aggregerende organiske stoffer kan fjernes med hydrogenperoxid, synes hydrogenperoxidbehandling internationalt at være en integral del af teksturanalysen, herunder i ISO standarden (Burt, 2004; Hillel, 1998; ISO 11277; Rowell, 1994; Whittton & Churchman, 1987). På baggrund af resultaterne i tabel 1 kunne det derfor være hensigtsmæssigt at bringe den danske forskrift i overensstemmelse med den internationale praksis. En sådan ændring vil imidlertid fordyre analysen, da hydrogenperoxidbehandling er tids- og arbejdskrævende. Inden en eventuelt ændring vedtages, bør et større og bredere udsnit af danske jorde analyseres før og efter hydrogenperoxidbehandling for at sikre, at billedet i tabel 1 er retvisende. Samtidig kunne man undersøge, hvordan selve behandlingen med hydrogenperoxid optimeres.

Efter eventuel fjernelse af humus, kalk etc. opslemmes jorden i en vandig opløsning af et dispergeringsmiddel, fx natriumpyrofosfat ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) og natriumhexametaphosphat eller Calgon ($(\text{NaPO}_3)_6$). Disse forbindelser giver god dispergering, fordi de kompleksbinder flokkulerende metalioner (fx Ca^{2+} og Al^{3+}) samtidig med, at de optimerer frastødningen mellem de negativt ladede silikatminerale, dels pga. den basiske reaktion og dels pga. adsorption af Na^+ til mineralernes kationbytningspladser.

For at sikre god dispergering er det vigtigt, at lerindholdet i suspensionen ikke bliver for højt, idet et højt lerindhold, især et højt indhold af kvældende lerminerale (smectit og vermiculit), kan lede til flokkulering. Det er der taget højde for i ”Fælles arbejdsmetoder for jordbundsanalyser”, idet forskriften angiver, at lerindholdet højest må være 15 g pr. 1000 mL dispergeringsopløsning (Sørensen & Bülow-Olsen, 1994).

Umiddelbare fordele ved VIS/NIR metoden er, at den er hurtig og billig samt at analysen udføres på en fast jordprøve, dvs. man spares for ovennævnte forbehandling og dispergering. For at sikre ensartede, reproducerbare data er en vis forbehandling dog nødvendig, fx sigtning og tørring. Metoden kræver et omfattende kalibrerings- og valideringsarbejde for at få gode statistiske modeller til kalibrering (Cécillon et al., 2009; Sørensen & Dalsgaard, 2005; Wetterlind et al., 2008). Dette arbejde skal dog i princippet kun udføres én gang for at få etableret en acceptabel ”standard” model, som så kan bruges til estimering af teksturen ud fra fremtidige VIS/NIR spektre bestemt med det pågældende instrument.

Sigtning/sedimentation

Partikler større end 50 µm analyseres ved sigtning. Analysen kan udføres i et sigteapparat, som består af en vibrator, hvorpå placeres et antal sigter oven på hinanden med stigende maskevidde mod toppen. Da jordpartiklernes form ikke er ens, vil resultatet være noget afhængig af, hvordan analysen udføres. For at opnå en god præcision skal selve sigtningen, dvs. vibrationsstyrke og -tid, udføres på samme måde (standardiseres) (Gee & Bauder, 1986).

Partikler < 50µm analyseres ved sedimentation (Andreasen, 1939; Gee & Bauder, 1986; Hansen, 1961). Uanset om sedimentationsanalysen udføres med hydrometer eller med pipetteapparat, er den baseret på Stokes lov. Ifølge Stokes lov vil det tage tiden t sekunder for et kugleformet partikel med diameter d cm og densiteten ρ_s g cm⁻³ at falde h cm i en væske med densiteten ρ_v g cm⁻³ og viskositeten η poise (= g cm⁻¹ s⁻¹), hvor t er givet ved ligningen:

$$t = 18h \times \eta / (d^2 \times g \times (\rho_s - \rho_v)),$$

hvor g er tyngdeaccelerationen 981 cm s⁻². Da viskositeten er temperaturafhængig, må temperaturen holdes konstant under analysen. Med pipetteapparatet (fx Andreasens pipette) udtages en lille prøve af suspensionen, fx 10 mL fra en bestemt dybde (h) til en bestemt tid (t) svarende til en bestemt (øvre) partikelstørrelse. Ved vejning af den inddampede prøve kan partikelfractionen beregnes. Bruges hydrometer, måles suspensionens densitet i g L⁻¹ til nogle forud beregnede tider svarende til bestemte partikelstørrelser. Hydrometermetoden er mere simpel (lettere) end pipettemetoden og udføres analysen omhyggeligt, kan jordens ler- og siltindhold bestemmes med omtrent samme nøjagtighed og præcision som med pipetteapparatet (Hansen, 1961). Stokes lov og dermed teksturanalysen hviler på nogle forudsætninger og har derfor visse begrænsninger (Gee & Bauder, 1986; Taubner et al., 2009):

- Partiklerne er kugleformede
- Faldhastigheden er konstant
- Der er ingen vekselvirkning mellem partikler indbyrdes og mellem partikler og beholder
- Partiklerne skal være større end ca. 1 µm p.g.a. Brownske bevægelser

Desuden antages normalt (Sørensen & Bülow-Olsen, 1994), at ρ_s er 2,65 g cm⁻³ (som for granit og gnejs, og dermed kvarts og feldspat). Denne antagelse vil naturligvis medføre grove fejl, hvis anvendt ved teksturbestemmelse på ikke-granit/-gnejs baserede jorde, fx jorde udviklet på basalt eller vulkanske jorde (Pieri et al., 2006).

Laser-diffraktion

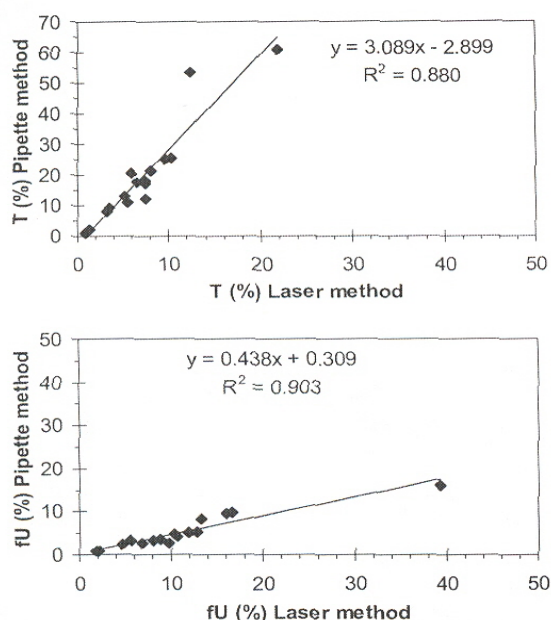
Denne metode er baseret på, at når en laserstråle rammer en partikel, så diffrakteres (spredes) den og diffraktionsvinklen afhænger af partikelstørrelsen, idet vinklen vokser med faldende partikelstørrelse (Pieri et al., 2006; Rasmussen & Dalsgaard, 2010;

Taubner et al., 2009). Intensitetsfordelingen af den diffrakterede stråle i forskellige retninger, som kan måles vha. særlige detektorer, svarer til forskellige partikelstørrelser. Herved fås sammenhængende værdier for partikelstørrelse og det relative indhold af de forskellige partikelfraktioner.

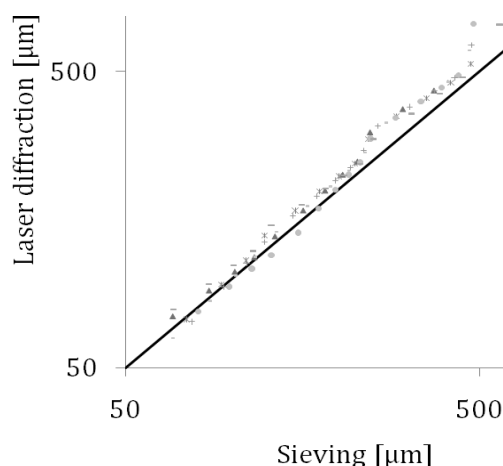
Metoden er baseret på nogle forudsætninger og har nogle begrænsninger: i) partiklerne er kugleformede, (ii) Fraunhofer teori kan anvendes (gælder for ikke transparente partikler større end den anvendte bølgelængde); undertiden anvendes Mie teori på meget små partikler ($< 10 \mu\text{m}$), (iii) meget små partikler med meget høje diffraktionsvinkler kan give refleksioner, som falder uden for detektorerne. Sammenholdt med sigte-sedimentationsanalysen har laser-diffraktionsmetoden flere fordele:

- Den er hurtig med analysetider på 5-15 minutter (efter dispergering)
- Den giver en meget detaljeret analyse (mange partikelfraktioner) inden for et bredt partikelstørrelsesområde ($0,02\text{-}2000 \mu\text{m}$)
- Resultatet er uafhængigt af partikeldensiteten, idet metoden er volumenbaseret

Sammenlignende analyser af teksturen i forskellige jordprøver bestemt vha. sigtning/sedimentation og laser-diffraktion viser imidlertid, at medens der normalt er god overensstemmelse mellem sandindholdet bestemt ved de to metoder, så kan der være stor forskel på ler- og siltindholdene (figur 1 og 2). Generelt er lerindholdet bestemt ved laser-diffraktion mindre og siltindholdet større end ler- og siltindholdene bestemt ved standardmetoden (figur 1).



Figur 1. Sammenligning af indhold af ler ($< 2 \mu\text{m}$) (T) og finsilt ($2\text{-}6,3 \mu\text{m}$) (fU) i nogle tyske jorde (Taubner et al., 2010)

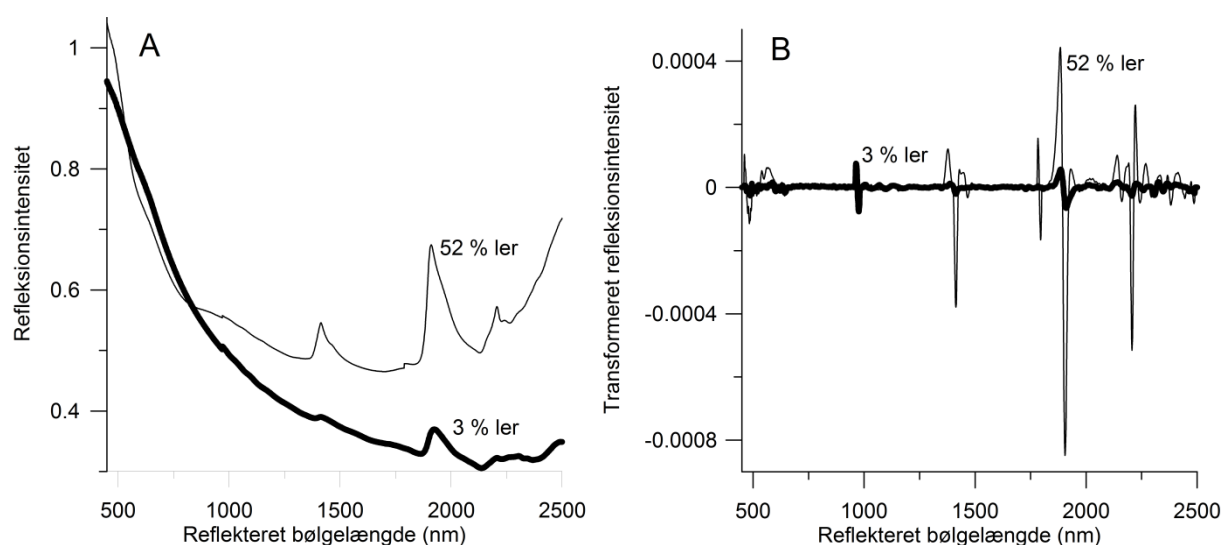


Figur 2. Sammenligning af forskellige partikelstørrelsefraktiler i seks danske jorde (Rasmussen & Dalsgaard, 2010)

Der synes dog ikke at være nogen generel sammenhæng mellem ler-/siltindholdene bestemt ved de to metoder, idet afvigelserne kan være fra ganske få til flere hundreder procent. Derfor har det ikke været muligt at beregne generelle omregningsfaktorer mellem de to metoder. Den manglende entydighed skyldes flere forhold, fx at sedimentationen modsat laser-diffraktionen afhænger af partikeldensiteten, at laser-diffraktionen påvirkes af partiklernes farve, og at partiklernes form afviger fra kugleformen (især at lersilikaterne er pladeformede) (Pieri et al., 2006).

VIS/NIR spektroskopi

Bestråles en prøve med lys i det visuelle og nær-infrarøde område (typisk 350-2500 nm) vil der opstå refleksioner og sammensatte overtoner stammende fra vibrationer i O-H, C-H og N-H bindinger (Cécillon et al., 2009). Et sådant spektrum fremkommet ved visuel/nær-infrarød (VIS/NIR) reflektionsspektroskopi ses i figur 3. Reflektionen er ret svag, hvorfor det ikke er muligt med en direkte kvantitativ bestemmelse ud fra spektret. Derfor må hvert spektrum transformeres til diskrete absorptionsenheder vha. matematisk transformation og korrigeres for spredningen for at optimere den efterfølgende statistiske analyse. For et passende antal repræsentative jorde sammenholdes de transformerede VIS/NIR spektre med teksturen bestemt ved standardmetoden, hvorved VIS/NIR spektret kalibreres til at kunne bestemme teksturen i ukendte jordprøver. Selve kalibreringen foretages med en multivarians analyse af hele eller større dele af spektret. Der anvendes i dag enten principal component regression (PCR), partial least square (PLS) eller neural netværks analyse (ANN). Efterfølgende krydsvalideres resultatet vha. teksturdata for andre jorde inden for samme jordtype. Kalibrering via gode matematiske og statiske analyser er forudsætningen for, at VIS/NIR metoden kan anvendes, men denne kalibrering skal kun foretages én gang for hvert instrument og hver jordtype (fx dansk overjord).



Figur 3. VIS/NIR reflektionsspektre for to jorde med henholdsvis 3% og 52% ler før (A) og efter matematisk transformation (B). Effekten af ændringer i lerindholdet ses tydeligt

VIS/NIR spektroskopi har hidtil især været brugt ved undersøgelser af organiske forbindelser, fx foderstoffer, men kan også anvendes på uorganiske stoffer, herunder mineraljord. Nyere instrumenter med større spektre, især i intervallet 2200-2500 nm, har vist sig særligt informative ved analyse af jord. Sørensen og Dalsgaard (2005) har med et ældre instrument udført en sammenlignende undersøgelse af den kombinerede sigte-/hydrometeranalyse med VIS/NIR metoden på flere hundreder danske overjorde. Undersøgelsen viste god overensstemmelse ($R^2 = 0,95$) mellem lerprocenterne bestemt ved de to metoder, medens overensstemmelsen var mindre god for siltindholdet ($R^2 = 0,70$) og sandindholdet ($R^2 = 0,80$).

Hovedresultaterne af en ny analyse af 208 repræsentative jorde fra Kvadratnetsundersøgelsen udført med et nyere instrument (LabSpec 5100 dækkende området 350-2500 nm) er vist i tabel 2. I analysen blev teksturen, bestemt ved standardmetoden, sammenholdt med VIS/NIR spektrene for de 208 jorde, idet 20% af jordene blev anvendt til kalibrering, som blev foretaget vha. matematisk analyse og PLS regression med efterfølgende krydsvalidering. Sandfraktionen er kalibreret samlet (20-2000 μm) samt i en række klasser i et forsøg på at forbedre kalibreringen. Af tabel 2 fremgår, at VIS/NIR metoden giver gode estimater af lerindholdet ($R^2 = 0,88$; RPD = 2,8) og det totale sandindhold ($R^2 = 0,79$; RPD = 2,03), medens siltindholdet er mindre godt, men dog nogenlunde velestimeret ($R^2 = 0,75$; RPD = 2,03). Grunden til, at siltindholdet er bedre estimeret i tabel 2 end i analysen af Sørensen og Dalsgaard (2005), er sandsynligvis, at silt i tabel 2 ikke medtager fraktionen 20-50 μm , som af tabel 2 ses at være dårligt estimeret ($R^2 = 0,49$; RPD = 1,2). Af tabel 2 fremgår også kalibrering under anvendelse af underfraktioner af sand ikke forbedrer estimeringen.

Undersøgelsen i tabel 2 indikerer i god overensstemmelse med tidligere undersøgelser (McBratney et al., 2006; Sørensen & Dalsgaard, 2005), at VIS/NIR metoden giver gode estimater af lerindholdet og mindre gode, men acceptable estimater af det totale sandindhold i overjorde. Siltindholdet kan imidlertid ikke estimeres tilfredsstillende med de anvendte modeller. VIS/NIR metoden kan altså ikke (på nuværende tidspunkt) erstatte standardmetoden til bestemmelse af teksturen, hvor der kræves en nøje overensstemmelse for alle fraktioner. Til gengæld er VIS/NIR metoden meget interessant for danske landbrugsjorde pga. gødskningsreglerne, idet den er ikke-destruktiv, hurtig og relativ billig. Hertil kommer, at parametre som fx kalk, total kulstof og kvælstof, CEC, letomsættelige kulstoffraktioner samt visse udbyttelige metalioner som aluminium, calcium, mangan og magnesium kan estimeres vha. de samme spektre, blot med andre statistiske kalibreringsmodeller (Cécillon et al., 2009; Thomssen et al., 2009; Wetterlind et al., 2008). Desuden kan VIS/NIR instrumenter og dermed metoden bruges både i marken (fx påmonteret en traktor) og til remote sensing fra bl.a. fly. Midt-infrarød (MIR, 2.500-25.000 nm) reflektionsspektroskopi synes at kunne anvendes på lige fod med VIS/NIR, men dette er endnu ikke efterprøvet i Danmark, selv om udenlandske undersøgelser viser endnu bedre resultater end med VIS/NIR (Rossel et al., 2006). Det skønnes derfor, at der fortsat er gode muligheder

for at forbedre bestemmelsen af tekstur (og andre vigtige jordparametre) vha. VIS/NIR/MIR.

Tabel 2. Kalibrering af VIS/NIR spektre vha. tekstur bestemt på 208 danske jorde med standardmetoden. RSME er forventet standardfejl på estimatet, mens R^2 er korrelationskoefficienten fra multivarians regressionsmodellen (PLS), der kan variere fra 0 til 1, med 1 som bedst). R^2 -C og R^2 -P er resultaterne efter henholdsvis PLS modellen alene og valideringen imod 42 uafhængige jorde. RPD angiver standardfejlen forbundet med estimatet af standardafvigelsen fra PLS modellen (for estimering af nye data anses $RPD > 2,0$ som godt, $2,0-1,4$ er acceptabelt, mens $<1,4$ er uacceptabelt)

	Ler <2 μm	Silt 2-20 μm	Sand 20-63 μm	Sand 63-125 μm	Sand 125 - 200 μm	Sand 200- 500 μm	Sand 500- 2000 μm	Σ sand 20- 2000 μm
Standard metoden	2,5-51,7	0,9-29,5	1-32,5	1,1-68,1	3,1-68,1	1,4-73,2	0,3-3,5	19,5-92,4
RMSE-C	1,92	2,92	4,55	5,44	6,71	9,49	4,97	4,91
RMSE-P	1,83	2,71	4,00	4,07	5,01	10,36	4,52	4,57
R^2 -C	0,9	0,68	0,38	0,34	0,28	0,55	0,33	0,76
R^2 -P	0,88	0,75	0,49	0,49	0,41	0,38	0,48	0,79
RPD	2,8	1,8	1,2	1,05	1,0	1,1	1,3	2,03

Anbefalinger

På denne baggrund kan det derfor anbefales:

- At ændre forskriften for teksturanalysen så alle jorde uanset humusindhold forbehandles med hydrogenperoxid i overensstemmelse med international praksis, men at der, inden ændringen besluttet, gennemføres en grundig sammenlignende undersøgelse af teksturen af danske jorde før og efter hydrogenperoxidbehandling.
- At sigte-/sedimentationsanalysen ikke umiddelbart erstattes af laser-diffraktion eller VIS/NIR-spektroskopi, men at brugen af sidstnævnte metode til hurtig og billig bestemmelse af en jords tekstur revurderes i takt med, at dansk og udenlandsk forskning leder til de nødvendige forbedringer af metoden.

Litteraturhenvisninger

Andreasen, AHM 1939. The fineness of solids. Ingeniørvidenskabelige Skrifter, No. 3.

Burt, R (Ed) 2004. Soil Survey Laboratory Methods Manual. Soil Survey Investigations Report No. 42, Version 4.0, USDA-NRCS, Lincoln, NE.

- Gee, GW & Bauder, JW 1986. Particle-size analysis. I: Methods of Soil Analysis. Part 1. Physical and Mineralogical Methods (Klute, A., Ed.). 2nd Edition, American Society of Agronomy, Madison, WI, pp. 383-411.
- Cécillon, L, Barthès, BG, Gomez, C, Ertlen, D, Genot, V, Hedde, M, Stevens, A & Brun, J-J 2009. Assessment and monitoring of soil quality using near infrared reflectance spectroscopy (NIRS). *European Journal of Soil Science* 60, 770-784.
- Hansen, L 1961. Hydrometermetoden til bestemmelse af jordens tekstur. *Grundförbättring* 14, 177-188.
- Hillel, D 1998. *Environmental Soil Physics*. Academic Press, San Diego, CA.
- ISO 11277 2009. Soil Quality – Determination of particle size distribution in mineral soil material – Method by sieving and sedimentation. International Organization for Standardization. Geneva, Switzerland (Fås via www.iso.ch).
- Madsen, HB, Nørr, AH & Holst, KAa 1992. Atlas over Danmark. Serie I, Bind 3, Den danske Jordklassificering. Det Kongelige Danske Geografiske Selskab. C.A. Reitzel, København.
- McBratney, AB, Minasny, B & Viscarra Rossel, R 2006. Spectral soil analysis and inference systems: A powerful combination for solving the soil data crisis, *Geoderma* 136, 272-278.
- Pefferkorn, E 1997. Structure and stability of natural organic matter/soil complexes and related synthetic and mixed analogues. *Advances in Colloid and Interface Science* 73, 127-200.
- Pieri, L, Bitteli, M & Pisa, PR 2006. Laser diffraction, transmission electron microscopy and image analysis to evaluate a bimodal Gaussian model for particle size distribution in soils. *Geoderma* 135, 118-132.
- Rasmussen, C & Dalsgaard, K 2010. Note on Laser Diffraction. Department of Earth Sciences, Aarhus University, 50 pages, Draft.
- Rowell, DL 1994. *Soil Science: Methods and Applications*. Longman, Harlow, UK.
- Viscarra Rossel, RAV, Walvoort, TDJJ, McBratney, AB, Janik, LJ & Skjemstad, JO 2006. Visible, near infrared, mid infrared or combined diffuse reflectance spectroscopy for simultaneous assessment of various soil properties. *Geoderma*, 131, 59-75.
- Sollins, P, Homann, P & Caldwell, BA 1996. Stabilization and destabilization of soil organic matter: mechanisms and controls. *Geoderma* 74, 65-105.
- Sørensen, LK & Dalsgaard, S 2005. Determination of clay and other soil properties by near infrared spectroscopy. *Soil Science Society of America Journal* 69, 159-167.
- Sørensen, NK & Bülow-Olsen, A 1994. Plantedirektoratet. Fælles arbejdsmetoder for jordbundsanalyser. Landbrugsministeriet, Lyngby.

- Thomsen, IK, Bruun, S, Jensen, LS & Christensen, BT 2009. Assessing soil carbon lability by near infrared spectroscopy and NaOCl oxidation. *Soil Biology & Biochemistry* 41, 2170-2177.
- Taubner, H, Roth, B & Tippkötter, R 2009. Determination of soil texture: Comparison of the sedimentation method and the laser-diffraction analysis. *Journal of Plant Nutrition and Soil Science* 172, 161-171.
- Wetterlind, J, Stenberg, B & Söderström, M 2008. The use of near infrared (NIR) spectroscopy to improve soil mapping at the farm scale. *Precision Agriculture* 9, 57-69.
- Whitton, JS & Churchman, GJ 1987. Standard Methods for Mineral Analysis of Soil Survey Samples for Characterisation and Classification in NZ Soil Bureau. NZ Soil Bureau Scientific Report 79, Lower Hutt, New Zealand.

Variation i jordens tekstur: Regionalt og lokalt

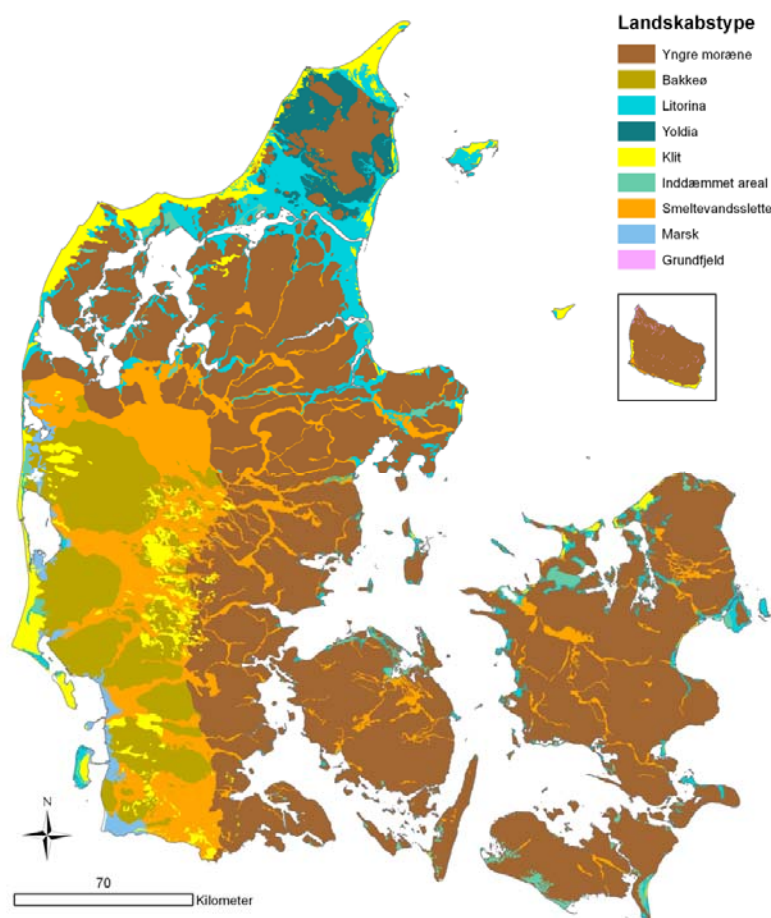
Mogens H. Greve

Institut for Agroøkologi, Aarhus Universitet

Introduktion

I dette kapitel præsenteres overvejelser over variation i jordens tekstur både på del-marksskala og på regional skala. Grunden til at gøre sig disse overvejelser er, at disse kunne give anledning til at revurdere de anbefalinger, der for øjeblikket gives til landmænd og rådgivere vedrørende metode til udtagning af jordprøver med henblik på at vurdere jordens tekstur.

Variabiliteten på landskabs-/marksskala er vurderet på baggrund af en analyse af de landsdækkende jordbundsdata-baser. På mere detaljeret skala er variabiliteten vurderet på baggrund af et stort antal EMI-kortlægninger. Sidst i afsnittet gives en kort introduktion til og perspektiver ved anvendelse af proximale jordsensorer som alternativ til udtagning af klassiske jordprøver til beskrivelse af jordens tekstur på et areal.



Figur 1. Landskabstypernes udbredelse i Danmark (Madsen, et al., 1992)

Regional variation

Dette delafsnit udspringer af arbejde publiceret i Greve et al. (2007). Arbejdet demonstrerer, at variation på mark- og landskabsniveau med stor sandsynlighed kan vurderes på baggrund af en analyse af de landsdækkende jordbundsdata-baser. Udbredelsen af de landskabstyper, som anvendes i arbejdet, er vist i figur 1. De grundlæggende statistiske oplysninger for tekstur på mineralsk jord (prøver med mindre end 10% organisk materiale) fra de seks landskabselementer er vist i tabel 1. De gennemsnitlige værdier blev sammenlignet parvis ved hjælp af t-tests ($P < 0,001$). Sammenligningen viste, at landskabselementerne generelt var statistisk forskellige, undtagen for indholdet af fint sand mellem Saale og klit, og for groft sand mellem Weichsel og Postglacial Marine. Analysen blev udført på de mere end 40.000 prøver, som findes i Agroøkologis jordbundsdata-baser.

Tabel 1. Grundlæggende statistisk analyse af teksturklasserne fra mere end 40.000 teksturanalyser fordelt på de seks største danske landskabstyper Greve et al. (2007)

		Yngre moræne	Saale	Litorina	Yoldia	Klit	Smeltvandsslette
Antal observationer (N)		27069	4902	2144	1578	1007	4865
Ler, %	Middelværdi	9,5	5,1	5,9	5,3	2,9	4,8
	Std.afv.	4,7	2,6	4,9	3,6	2,3	3,5
Silt, %	Middelværdi	11,8	6,1	6,9	8,0	3,1	5,3
	Std.afv.	4,6	2,8	4,8	4,0	2,4	3,5
Finsand, %	Middelværdi	45,0	36,9	52,6	66,2	36,8	28,1
	Std.afv.	9,3	11,0	19,8	12,1	20,8	12,3
Grovsand, %	Middelværdi	30,6	47,8	30,5	16,6	53,8	58,0
	Std.afv.	11,4	13,4	20,9	11,9	21,2	16,2
Humus, %	Middelværdi	3,0	3,9	4,0	308,0	3,4	3,8
	Std.afv.	1,2	1,6	2,1	1,6	1,9	1,8

Den rumlige variabilitet kan analyseres ved hjælp af semivariogrammer (boks 1). Semivariogrammet er et mål for, hvor meget og hvor hurtigt tekturen forandrer sig, når man bevæger sig væk fra udgangspunktet. Variogrammerne er alle monotont stigende (Webster & Oliver, 2001). Variogrammet øges, indtil maksimum er nået (Sill-varians), og den afstand, hvor Sill-variansen når den øvre værdi, er Range. Nugget-til-Sill forholdet har været brugt til at karakterisere graden af rumlig afhængighed (Sadler et al., 1998). Hvis forholdet er lavt, er der en høj rumlig afhængighed, og hvis forholdet er højt, er den rumlige afhængighed svag.

Den geostatistiske analyse viste, at de teksturelle klassers rumlige afhængighed, som Nugget/Sill forholdet er et udtryk for, varierer meget (mellem 0,00 og 0,81) på de forskellige landskabstyper (tabel 2). Smeltvandsletten udviser meget stærk rumlig afhængighed og har det overordnede mindste Nugget/Sill-forhold. Det unge moræne-landskab udviser den overordnede svageste rumlige afhængighed med Nugget/Sill-forholdene mellem 0,53 og 0,79.

Boks 1. Beskrivelse af variabilitet og semiovariogram i den geostatistiske analyse (Kristiansen og Greve, 2003)

Variabilitet og semivariogrammet

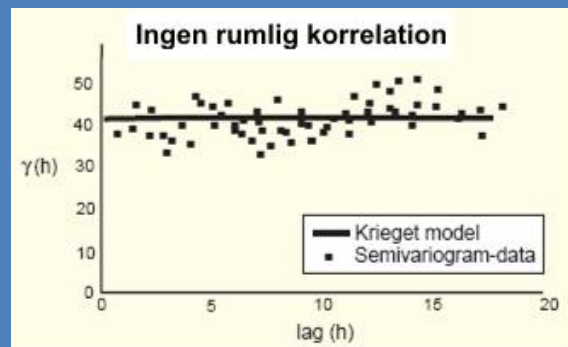
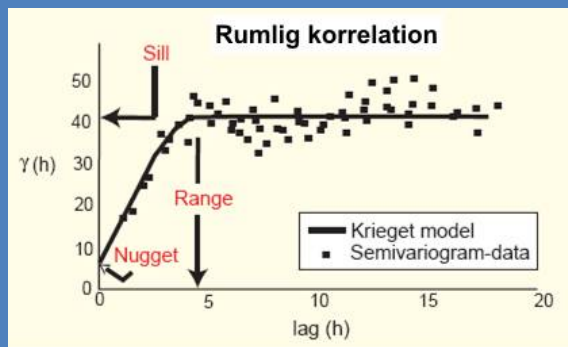
Semivariogrammet er – ud over det færdige kort – det centrale i kriging, og det præsenteres typisk ved hjælp af en figur for at gøre dets resultater overskuelige. Matematisk sker der nemlig det, at man udregner variansen imellem målingerne for alle de rumlige kombinationer af målepunkter med samme afstand – og det kan virke uoverskueligt, hvis man har mange målinger. Et eksempel er figuren herunder, som viser resultatet, efter at målinger af lerindholdet er blevet ”krieget”.

Semivariogrammet kan fx hjælpe til at tegne et kort over et helt område, hvor man kun har målt få steder. Formålet her er at analysere de målinger man har, for at kontrollere om man kan stole på dem, eller om prøverne er taget med for lang afstand imellem.

Skønnet over, om der i naturen er målt tæt nok til at tolke på en given afstand, kaldes ”range”. Semivariogrammet herunder til venstre viser et eksempel på lerindhold målt i et net med 25 m imellem. ”Range” er i figuren 5, og det betyder, at lerindholdet er rumligt korreleret inden for 5 gange måleafstanden, dvs. 125 m. Det betyder også, at jordens lerindhold ændrer sig markant for ca. hver 125. meter, man bevæger sig ude i landskabet. Så længe variationen $\gamma(h)$ øges, samtidig med at man flytter sig en afstand $\text{lag}(h)$, er der rumlig korrelation imellem prøverne, og prøver taget tæt på hinanden er mere ens end prøver taget længere væk fra hinanden. Det betyder fx, at man her, hvor der er målt for hver 25 m, kan stole på tolkninger af lerindholdet i områder på 10×10 m, men ikke på tolkninger for områder på 250×250 m.

Semivariogrammet kan også bruges til at indsamle nye prøver efter. Her viser erfaringer, at man skal indsamle prøver med ca. det halve af range, dvs. her ca. med 60-70 m for at kunne stole på fortolkningerne fra hele området. Hvis et variogram slet ikke har en ”range”, dvs. ikke flader ud, betyder det, at variationen i naturen er så stor, at man ikke har målt tæt nok. Det er, hvad man ser i semivariogrammet herunder til højre.

Semivariogrammet fortæller også andre ting. Den såkaldte ”nugget-værdi” fortæller om usikkerheden/støjen på målingerne – som i eksemplet her er relativt lille. ”Sill” derimod fortæller, hvornår variationen imellem områder bliver afhængig af afstanden imellem målingerne.



Tabel 2. Resultaterne af variogrammodelleringerne på landskabstyperne

Landskabstype	Kornstørrelse	Nugget	Partial sill	Nugget/sill	Range	Model, lag*
Ung moræne	Ler	5,2	4,6	0,53	3482	Exp, 500
	Silt	8,1	5,0	0,62	3420	Sph, 500
	Finsand	71,4	18,6	0,79	3376	Sph, 800
	Grovsand	53,1	42,5	0,56	3482	Sph, 500
Saale Moræne	Ler	0	5,4		1801	Exp, 500
	Silt	1,8	3,4	0,35	1648	Sph, 500
	Finsand	35,8	19,8	0,64	3482	Sph, 500
	Grovsand	51,0	37,7	0,58	3482	Sph, 500
Smeltevandsslette	Ler	0	4,0		961	Sph, 500
	Silt	0	3,9		1086	Sph, 500
	Finsand	0	73,9		1522	Sph, 500
	Grovsand	0	130,6		1587	Sph, 500
Littorina	Ler	36,8	6,5	0,85	1896	Sph, 500
	Silt	25,3	2,6	0,91	1514	Sph, 500
	Finsand	171,0	120,7	0,59	3482	Sph, 500
	Grovsand	46,5	202,0	0,18	1981	Exp, 500
Yoldia	Ler	3,0	9,55	0,24	3042	Sph, 600
	Silt	0	11,7		1485	Exp, 300
	Finsand	73,8	23,0	0,76	6964	Sph, 1000
	Grovsand	68,0	15,9	0,81	6960	Sph, 1000
Klit	Ler	2,5	0,6	0,81	11912	Sph, 2000
	Silt	2,5	1,1	0,69	11853	Sph, 2000
	Finsand	44,1	92,8	0,32	6964	Sph, 1000
	Grovsand	64,4	105,1	0,38	6965	Sph, 1000

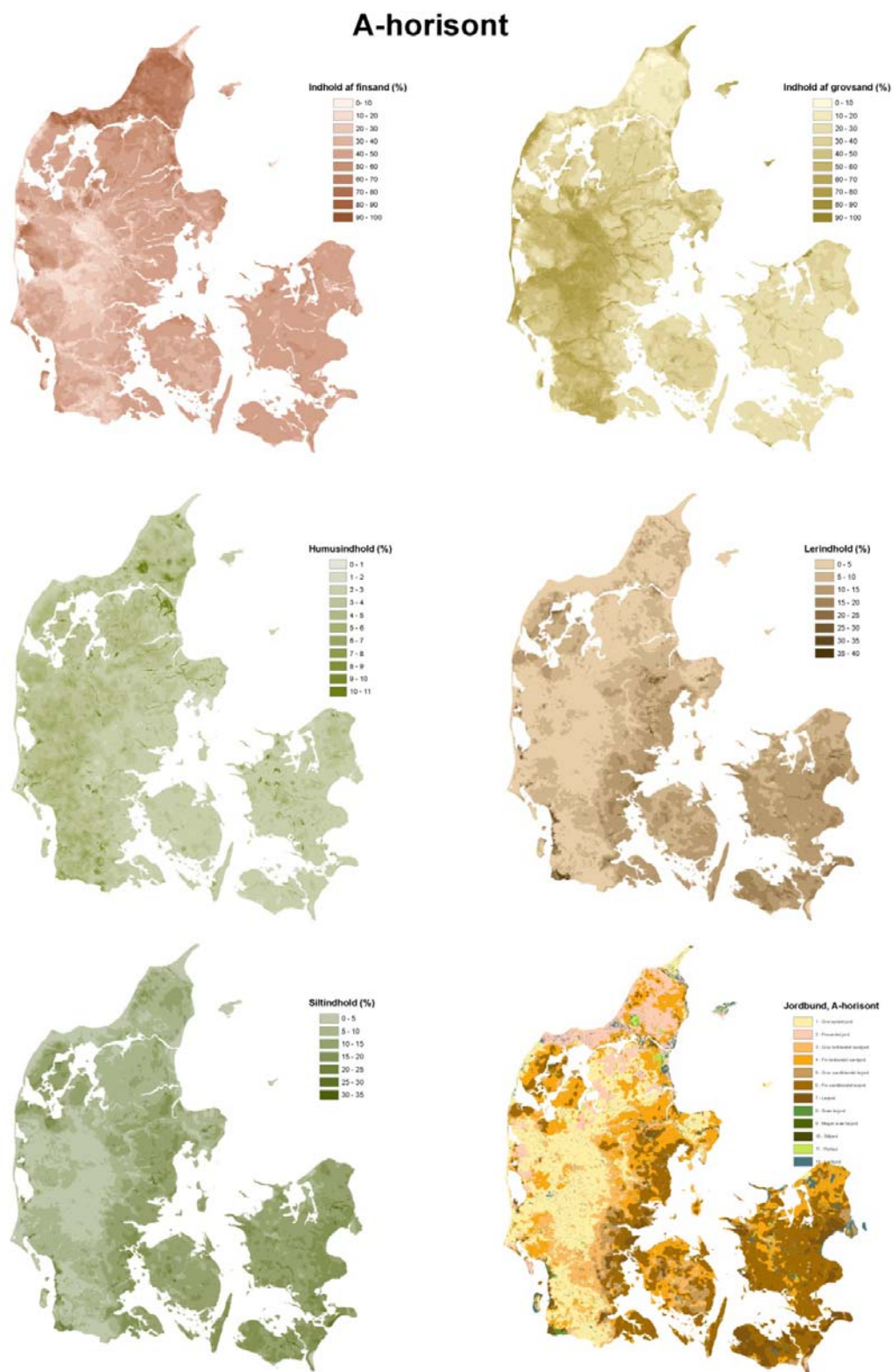
* Exp = Eksponentiel; Sph = Sfærisk

Range-værdierne, varierer meget mellem landskabstyper – fra 888 meter for ler på Yoldia-landskabet til 11.912 meter for lerholdig sand i klitlandskabet. Generelt udviser smeltevandssletten den mindste Range. Dette kan forklares med, at der på de glaciofluviale sletter skete hurtige ændringer i kornstørrelser mellem bundsedimenter, leveer og backswaps, idet flettede floder inducerede hurtige ændringer i kornstørrelserne. Weichsel-morænen og klitlandskabet har den længste range for alle de

teksturelle klasser. Den længere range på klitlandskabet skyldes variationen i kornstørrelser i kystområderne, der tjener som kilde for flyvesandssedimenterne og er dermed et udtryk for, hvorledes kystsedimenterne varierer. Bundmorænerne, som er den dominerende afsætning i det unge landskab, er opstået ved gentagne indarbejdnings og uds meltinger af sedimenter fra gletsjerne. Denne proces skaber variation med lang range.

Ved at anvende ovenstående variogrammer har man beregnet nye landsdækkende kort over teksturklassernes fordeling ved krieging interpolation. Der er desuden beregnet et resulterende JB-kort. De nye kort dækker hele landet og ikke kun landbrugsarealet som de "gamle" basisdatakort (også kaldet farvekodekort). De nye kort er rasterkort og ikke vektor-kort, som de gamle basisdatakort er. De har en pixelstørrelse på 250×250 meter, dvs. at den jordegenskab, som er angivet i en specifik pixel, kan betragtes som et gennemsnit af de egenskaber, som findes inden for de 6,25 ha, som en pixel udgør. De nye kort er vist i figur 2. En test af hvor godt et uafhængigt datasæt er klassificeret viste, at 60% af testpunkterne blev klassificeret i den rigtige klasse (Greve, 2007).

Klassificeringsprocenter udregnet på denne måde giver en indikation, men ikke et fuldstændigt korrekt mål for, hvor gode kortene er, da kortet viser blokestimer, dvs. den gennemsnitlige tekstur inden for hver pixel (6,25 ha). De uafhængigt bestemte punkter inden for en pixel viser derimod den gennemsnitlige tekstur inden for et kvadrat på ca. 70×70 meter og er således ikke nødvendigvis repræsentative for pixlen på 6,25 ha. Det, vi kan sige, er, at blokestimatet af jordtypen sandsynligvis er bedre end 60%. Nedenstående tabel 3 viser, hvor stor overensstemmelse der er mellem pixel-blokkens JB-nummer og JB-nummeret for de punkter, der blev anvendt til estimeringen.



Figur 2. De seks kort viser den rumlige fordeling af de fire teksturklasser, humus samt et klassificeret JB-kort

Tabel 3. Korrekt klassificerede (JB-klassifikation) punkter i den nye teksturkortlægning

Landskabstype	Pkt./ korrekt pkt.	% korrekt klassificerede
Yngre moræne	349/471	74,1
Bakkeø	4063/5105	79,6
Smeltevandsslette	4285/5017	85,4
Litorina	1782/2803	63,6
Yoldia	1169/1693	69,0
Klit	872/1051	83,0
All	31147/45247	68,8

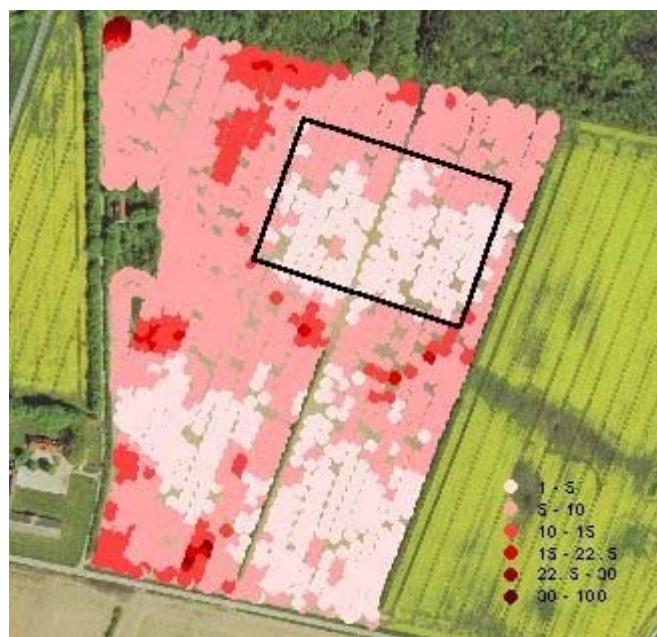
Lokalvariation

Beskrivelse af den rumlige variation af jordens tekstur på delmarksniveau ved klassiske metoder er ganske omkostningskrævende, og i praksis vurderes variabilitet på denne skala på baggrund af jordsensormålinger. I denne undersøgelse er et anvendt EMI- Elektor magnetisk induktionsmålinger. Målingerne er udført med instrumenterne EM38- og DUALE1 fra firmaerne Geonics og DUALEM.

Målingerne fra disse instrumenter integrerer den elektriske ledningsevne i jorddybder ned til 1-2 meter. Den elektriske ledningsevne korrelerer stærkt til jordens lerindhold og svagere til humusindholdet. De mange EMI-måleresultater behandles geostatistisk.

Den detaljerede variation af teksturen på delmarksniveau er i dette afsnit demonstreret ved hjælp af resultaterne fra EMI-kortlægninger, som er udført i forbindelse med KUPA-projektet (Barlebo et al., 2002).

Udvælgelsen af undersøgelsesmarker inden for de enkelte landskabselementer er foretaget på grundlag af EMI-målinger i et større område omkring lokaliteten. Et eksempel fra Ulsted på Yoldia-fladen er vist i figur 3.



Figur 3. Eksempel på en EMI-kortlægning fra Ulsted på Yoldia-fladen, farverne viser sensormålingerne i Ms/m (Barlebo et al., 2002)

Tabel 4. De geostatistiske parametre for de detaljerede EMI-baserede undersøgelser af ledningsevne i Kupa projektet (Barlebo et al., 2002)

	Mean mS/m	Range M	Sill (mS/m) ²	Nugget (mS/m) ²	Variationskoef.* %
Yoldiaflade (YS)	7	200	14	1,5	53
Alluvialkegle (TS, TG)	4	40/200	0,7	0,2	21
Proximal slette (TS, TG)	4	20	0,3	0,2	14
Distal slette (TS, TG)	4	200	1,0	0,7	25
Bakkeø (MS)	10	200	22	2	47
Bakkeø (DS)	8	250	10	1	30
Weichsel Djurs/Him (MS)	6	200/50	1,5	1	20
Weichsel Vendsyssel (MS)	6	200/50	0,5	1	11

*) $Variationskoefficienten = \frac{\sqrt{Sill}}{Mean} \times 100$

Analyserne af EMI-målingerne peger på, at landskabselementtyperne kan karakteriseres ved typiske geostatistiske parametre, jf. tabel 4. Værdierne er baseret på målinger på undersøgelsesmarken og nærliggende marker inden for samme landskabselementtype. Den beregnede variationskoefficient er sammenligneligt mål for variabiliteten.

Nye proximale jordsensorer til måling af jordparametre

Proximale jordsensorer kan måle visse egenskaber i jorden, når sensoren er på tæt hold af eller i kontakt med jorden. En række teknikker er allerede til rådighed, mens andre er ved at blive undersøgt for anvendelsesmuligheder. Hver teknik er i stand til at måle forskellige egenskaber i jorden som er interessante i sig selv eller som er tæt korrelerede til interessante jordbundsegenskaber. Sensorer kan monteres på mobile platforme (on-the-go-baserede systemer til kortlægning) eller statisk anvendelse (fx i forbindelse med overvågning). Tabel 5 giver en oversigt over de mest relevante sensorer under danske forhold, hvad de måler og hvilke jordparametre de er korrelerede med samt en vurdering af teknologiens modenhed.

Tabel 5. Oversigt over de mest relevante sensorer under danske forhold

Teknologi	Dybde	Målbar egenskab	Jordegenskab, som er korreleret med det målte	Teknologisk modenhed
EMI <i>Non-invasiv metode</i>	0-6 meter	Resisivitet, magnetisk permabilitet	Konduktivitet, vandindhold, tekstur, saltindholdighed	Moden
Vis/Nir	topsoil	Diffus reflektans	Vandindhold, kulstof, lerindhold, lerminerale og jernoxider	Moden (under udvikling)
Gamma radio-metri	<1 meter	Energispektra	K, mineralogi, lerindhold og jordtype	Moden
Georadar	Få meter	Eletromagnetiske bølger	Jordens lagdeling Drænrør m.m.	Moden
Kemisk analyse	topsoil	Konc. H+	pH	Moden (under udvikling)

EMI

EMI-målemetoden benytter sig af induktionsprincippet, der har den fordel, at man undgår kontakt mellem sensoren og jordoverfladen. Rent måleteknisk foregår det ved, at en senderspole udsender et magnetfelt, hvorved et sekundært magnetfelt skabes i jorden. En modtagerspole måler det samlede magnetfelt, og ved at trække det kendte primære felt fra den samlede måling kan jordens relative elektriske ledningsevne bestemmes. I tabel 6 er nogle af de mest almindelige materials ledningsevne anført.

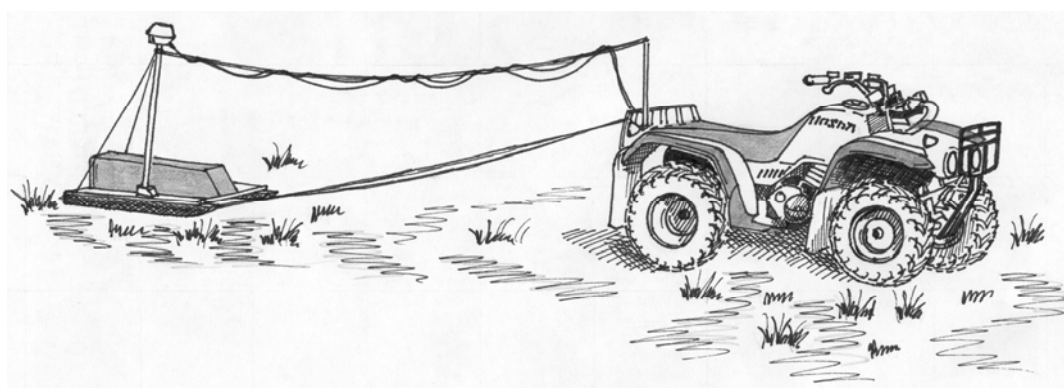
Der er flere faktorer, der kan påvirke den målte ledningsevne: Jordens temperatur, indholdet af ler, salte, metaller, vand og humus.

På almindelig agerjord uden specielle forhold er erfaringen, at det først og fremmest vil være jordens lerindhold, der er bestemmende for den aktuelle ledningsevne; dog vil områder med stort humusindhold kunne erkendes på målingerne. Ændringer i

jordens temperatur påvirker kun målingerne ved, at de alle parallelforskydes i samme retning. Stigende indhold af ler, salte, metaller og humus giver stigende ledningsevne. Omvendt vil en lav ledningsevne være tegn på et materiale med dårlig kontakt, fx sand eller grus. Under danske forhold er der dokumenteret god sammenhæng mellem EMI målinger og jordens lerindhold (Greve et al., 2003).

Tabel 6. Oversigt over forskellige jordtypers ledningsevne

Jordtype	Ledningsevne i mS/m
Sand og grus	0,1 - 1
Siltet sand	1- 5
Sandet ler	5 - 25
Silt	12,5 - 25
Ler	25 - 100
Tørv	40-100



Figur 4. DUALEM-sensoren monteret på en kunststofslæde. Ovenover sidder GPS-antennen til stedfæstelsen af målingerne

Spektroskopiske metoder – Visible/Near infrared reflection (Vis/Nir)

Der er lavet en grundig gennemgang af denne metode i kapitlet om teksturanalyser, så disse metoder vil ikke blive berørt yderligere her.

Gamma-radiometri

En radioaktiv atomkerne henfalder med en vis forventning, som kaldes halv levetid. Antallet af kerner, der henfalder hvert sekund for hvert kilo jord, betragtes som en enhed, der kaldes Becquerel pr. kg. De naturlige sporstoffer K40 (kalium), Th232 (thorium) og U238 (uran) eksisterer i ca. 109 år. Menneskeskabte elementer såsom Cs (cæsium) overlever kun i et par årtier. Gammasensorerne måler gammastrålers henfald af radioaktive sporstoffer K40, th232, U238 og Cs137. De kommercielt tilgængelige proksimale gammasensorer måler stråling fra de øverste få dm af jorden.

Sporstofferne målte aktivitet bruges til at beregne jordens teksturelle sammensætning. Kombinationen af radioaktive sporelementer er som et fingeraftryk, der vil kunne oversættes til en jordtype. Sensoren kan anvendes til kortlægning af jordens lerindhold, kaliumindhold samt jordtype.

Georadar

Georadar-metoden er baseret på udbredelsen af electromagnetiske bølger i jorden og har i mange år været anvendt til forskellige formål inden for bl.a. miljø- og anlægsområdet. Traditionelt er der anvendt et udstyr, hvor der optages på én kanal med én stationær frekvens (fx 400 MHz). Derved opnås en 2D-profil, hvor det er muligt at kortlægge detaljerede strukturer i profilens længderetning. Metoden er løbende blevet udviklet, således at der nu er flere typer af multikanalsudstyr tilgængelige på markedet. Det er muligt at få et meget detaljeret indblik i jordens lagdeling, pløjelagets tykkelse, dybden til en argillisk horisont, drænrør etc.

3D-radar

3D-radarudstyr kendetegnes ved, at der simultant kan måles med et større antal parallelle kanaler. Med 3D-radarsystemet kan et stort areal dækkes. Udstyret er i øjeblikket relativt dyrt.

Anbefalinger

I forbindelse med karakterisering af tekstur på markniveau giver de nuværende landsdækkende kort et relativt sikkert estimat af jordtype og lerindhold. Hvis man ønsker en karakterisering af jords tekstur på delmarksniveau, anbefales det at udtage prøver på baggrund af sensormålinger, således at prøverne på en god måde repræsenterer den aktuelle teksturvariabilitet på lokaliteten.

Referencer

- Barlebo, HC, Ernstsén, V, Jacobsen, P, Nygaard, E, Torp, S, Vosgerau, H, Møller, I, Greve, MH, Iversen, BV, Jacobsen, OH, Vinther, FP, Elsgaard, L, Brinch, UC, Jacobsen, CS, Juhler, R & Olesen, SE 2002. Undersøgelses- og analysemetoder anvendt i forbindelse med undersøgelser af sandlokaliteter: Hvilke metoder er anvendt, og hvilke overvejelser er gjort? Koncept for Udpegning af Pesticidfølsomme Arealer, Rapport nr. 2, Danmarks og Grønlands Geologiske Undersøgelse, Miljøministeriet, 62 pp.
- GEUS, 2004. Særligt pesticidfølsomme sandområder: Forudsætninger og metoder for zoner. ISBN 87-7871-143-8. København.
- Greve, MH, Greve, MB, Bøcher, PK, Balstrøm, T, Madsen, HB & Krogh, L 2007. Generating a Danish raster-based topsoil property map combining choropleth maps and point information. *Danish Journal of Geography* 107. 2.
- Greve, MH, Nehmdahl, H & Krogh, L 2003: Soil mapping on the basis of soil electrical conductivity measurements with EM38. p. 26-34. In: Lindén, B & Olesen, S (eds.) *Implementation of Precision Farming in Practical Agriculture*. Proc. Semi-

- nar No.336, Nordic Association of Agricultural Scientists, Skara, Sweden. 10 - 12 Jun. 2002. DIAS Report, Plant Production No. 100, Tjele, Denmark.
- Kristiansen, SM & Greve, MH 2003. Geostatistik og geologi, rummelig statistik giver bedre kort. Geologisk nyt vol. 4. 2003. Pp 26-28.
- Madsen, HB, Nørr, AH & Holst, KA 1992. Atlas over Danmark. Serie 1, vol. 3.
- Sadler, J, Millen, J, Fussell, P, Spencer, J & Spencer, W 1998. Yield mapping of on-farm cooperative fields in the southeast coastal plain, pp 1767-1776. In PC Robert et al (ed) Proc. 4th Int. Conf. on Precision Agriculture. American Society of Agronomy, Madison, WI.
- Webster, R & Oliver, M 2001. Geostatistics for Environmental Scientists. Wiley, Chichester.

Udvalgets anbefalinger

Erik S. Kristensen og Gitte H. Rubæk
Institut for Agroøkologi, Aarhus Universitet

Ole K. Borggaard
Institut for Grundvidenskab og Miljø, Københavns Universitet

Gitte Blicher Mathiesen
Institut for BioScience, Aarhus Universitet

Vibeke Ernstsén
De Nationale Geologiske Undersøgelser for Danmark og Grønland (GEUS)

Indledning

Forfatterne til dette kapitel udgør udvalget for jordanalyser, som blev nedsat i foråret 2010 på foranledning af Plantedirektoratet og Miljøstyrelsen (Udvalgets kommissorium fremgår af appendiks 1). Udvalget kan på baggrund af tre møder afholdt i 2010, et seminar om jordanalyser afholdt i juni 2010 og nærværende vidensyntese afgive nedenstående anbefalinger vedrørende anvendelse af jordanalyser på dyrket jord i Danmark.

På baggrund af vidensyntesen konkluderes det, at jordbundsanalyser stadig vil være centrale ved fastsættelse af behovet for næringsstoffer. Samtidig vil jordbundsanalyser i stigende omfang blive anvendt til at fastlægge, om der sker et tab af miljøskadelige stoffer fra jorden. De metoder, der officielt anbefales, bør derfor altid være metoder, der forventes at dække de aktuelle behov bedst muligt, og som samtidig har en veldokumenteret reproducerbarhed og robusthed.

Derfor finder forfatterne bag vidensyntesen at:

- Kvalitetssikringen af jordbundsanalyser fortsat skal forbedres
- Det bør sikres, at jordbundsanalyser udføres efter veldokumenterede forskrifter
- Metodebeskrivelser til analyse af jord skal løbende opdateres ud fra ny viden
- Der bør sigtes mod stigende anvendelse af internationalt anerkendte metoder

Forfatterne er af den opfattelse, at der er et stort og akut behov for en indsats, der kan sikre en tilstrækkelig kvalitet af eksisterende og fremtidige jordbundsanalysemetoder, herunder at vælge og løbende opdatere de metoder, der anbefales anvendt i Danmark.

Kvalitetssikring af jordanalyser generelt

Der er akut behov for en professionel enhed, der har ansvaret for at tilrettelægge og tilse kvalitetssikringen af jordanalyser. Enheden skal være i stand til at udføre de anbefalede danske jordbundsanalyser og virke som reference i det omfang, det er nødvendigt. Til

enheden bør der knyttes et rådgivende udvalg, der kan understøtte enhedens arbejde. Kommissoriet for dette udvalg skal derudover være at rådgive ministerierne og erhvervet omkring indførelse af nye teknikker og metoder ved såvel prøveudtagning, forbehandling som analyse af dyrket jord. Udvalget bør omfatte repræsentanter fra de relevante forskningsinstitutioner på området, ministerier, kommercielle laboratorier og landbrugserhvervet.

Der findes kun få laboratorier i Danmark, der udfører jordanalyser af landbrugsjord, og det er derfor vanskeligt at opretholde et nationalt system for kvalitetssikring (ringtests), som det kendes fra tidligere og også kendes fra andre lande. Det anbefales derfor, at den enhed, der måtte få ansvaret for kvalitetssikring af jordanalyser, arbejder hen imod øget brug af internationale enheder, der varetager forskellige aspekter af kvalitetssikring (fx WEPAL) og af internationalt kendte standarder (ISO standarder og OECD standarder).

Ændringer af analysemetoder generelt

Det anbefales, at ovennævnte enhed, før der foretages ændringer i en ellers anerkendt dansk metode eller forskrift, iværksætter en udredning inklusive det nødvendige analytiske arbejde. Det analytiske arbejde skal afklare (1) om ændringen fører til systematiske forskelle mellem resultater opnået med den nye og den gamle analyse, (2) sikre at eventuelle systematiske forskelle dokumenteres, og (3) afklare i hvilket omfang ændringen har konsekvenser for eksisterende databaser, kortværk, rådgivnings- og reguleringsværktøjer eller andre forhold, og hvordan disse konsekvenser bør håndteres.

Prøveudtagning og prøveopbevaring generelt

Den måde, der udtages jordprøver på i dag, er rimeligt velbeskrevet, men den viden, som ligger til grund for udtagningsstrategierne, er forældet og kan forbedres. Det anbefales derfor, at der arbejdes videre med de grundlæggende principper for repræsentativ prøvetagning i felten såvel som i laboratoriet, herunder en velbegrundet og præcis beskrivelse af det optimale prøveantal pr. arealenhed som funktion af jordtype og landskabsform, samt for efterfølgende neddeling af prøven i marken og laboratoriet, herunder anbefales en systematisk undersøgelse af, hvordan nye sensorteknikker m.m. vil kunne inddrages, dels ved planlægningen af prøveudtagningen, dels ved den efterfølgende dataanalyse.

Endelig anbefales det, at de særlige forhold, der gør sig gældende ved anvendelse af jordbundsanalyser til kortlægning af miljømæssige forhold, analyseres og beskrives.

Særlige anbefalinger vedrørende analyse af N-min og kvælstofprognoser

For den nugældende kvælstofprognose er det helt centralt, at der ikke opstår systematiske forskelle i N-min analyserne fra år til år. Med andre ord, prognosens værdi afhænger af prøvernes repræsentativitet og analysemetodens reproducerbarhed.

Prøveopbevaring og -forbehandling forud for N-min analyser er afgørende for analyseresultatet. Den nugældende ISO standard for N-min analyse foreskriver opbevaring på frost og analyse på en optøet prøve, hvor man i Danmark i forbindelse med kvælstofprognosen analyserer direkte på den frosne prøve uden forudgående optøning, fordi vurderingen ud fra en række mindre undersøgelser har været, at denne forbehandling gav de mest reproducerbare analyseresultater. Udvalget anbefaler derfor, at man fastholder den nuværende danske analysemetode for N-min, indtil der foreligger grundig dokumentation for andre prøveforbehandlingsmetoder med en højere reproducerbarhed og en kvantificering af eventuelle systematiske afvigelser mellem den eksisterende og nye forbehandlingsmetoder.

Udvalget anbefaler samtidig, at der iværksættes en grundig undersøgelse af relevante prøveindsamlings-, opbevarings- og forbehandlingsmetoder forud for N-min analysen og disses betydning for reproducerbarhed. Arbejdet bør inkludere en vurdering af usikkerheden for analysemetodens forskellige trin fra prøveudtagning til det endelige analyseresultat.

Særlige anbefalinger vedrørende kvælstofprognoser

Uanset hvilken tilgang der vælges for fremtidige kvælstofprognoser (statistiske beregningsmetoder og/eller modeller) vil det være nødvendigt, at der løbende udtages et større antal jordprøver til analyse for N-min for at verificere resultaterne af disse beregninger og modeller. Kvaliteten af prognoserne og verificeringen heraf vil derfor i sagens natur altid afhænge af prøvernes repræsentativitet og af jordanalysens sikkerhed og reproducerbarhed.

Det er udvalgets vurdering, at der ikke på nuværende tidspunkt findes alternative beregningsmetoder eller modeller til den nugældende kvælstofprognose, men at der er basis for at videreudvikle sådanne.

Dette kunne iværksættes ved en analyse baseret på data fra de hidtidige årlige kvælstofprognoser af sammenhængen mellem N-min og bestemmende faktorer som fx nedbør, temperatur og jordtype. Denne analyse bør efterfølgende danne udgangspunkt for en vurdering af potentialet i at opbygge en forbedret prognosemodel. Udvalget anbefaler, at en sådan analyse udføres med henblik på at udvikle fremtidens prognosemodel.

Dette arbejde bør udføres i to faser: 1) en indledende undersøgelse af mulighederne for at udvikle et nyt modelværktøj, der kan beregne kvælstofprognosen med en acceptabel sikkerhed, og 2) i bekræftende fald en udvikling af selve prognosemodellen. Udvalget anbefaler, at man tilstræber, at den nye prognosemodel giver en markant forbedret differentiering imellem jordtype, driftsform, lokalt klima og afgrødetype. Det bør endvidere undersøges, om prognosen kan udvides til at omfatte afgrøder med en betydelig optagelse af kvælstof i efterårsperioden.

Særlige anbefalinger vedrørende plantetilgængeligt fosfor

Det anbefales, at fosfortalsmetoden indtil videre fastholdes som den anbefalede metode til analyse af plantetilgængeligt P i Danmark. Der bør samtidig arbejdes for, at den variant af Olsen P metoden, som anvendes i blandt andet Danmark og England, beskrives i en international standard.

For at minimere systematiske variationer mellem laboratorier og analysegange anbefales det, at der indføres en korrektion af det målte P_{tal} på basis af referencejorde, som beskrevet i kapitel 4. For at undgå at denne korrektion utilsigtet kommer til at dække over systematiske ændringer og endnu større usikkerhed på de direkte målinger, anbefales det, at der fortsat stilles krav om acceptable afvigelser på de ukorrigerede målinger af fosfortallet på referencejordene. Det anbefales, at der udarbejdes vejledninger eller forskrifter herfor.

Særlige anbefalinger vedrørende tekstur

Det anbefales at ændre forskriften for teksturanalysen, så alle jorde, uanset humusindhold, forbehandles med hydrogenperoxid i overensstemmelse med international praksis. Inden en sådan ændring indføres, bør der gennemføres en grundig sammenlignende undersøgelse af teksturen af danske jorde før og efter en hydrogenperoxidbehandling mhp. at vurdere, hvor omfattende en effekt ændringen vil have på den eksisterende klassificering af danske jorde.

Det anbefales endvidere, at udviklingen af teksturbestemmelse ved VIS/NIR-spektroskopi løbende overvåges og vurderes, idet forskning eventuelt vil føre til sådanne forbedringer af metoden, at den vil kunne udgøre et hurtigt og billigt alternativ eller supplement til den traditionelle sigte-/sedimentationsmetode.

Appendiks 1. Kommissorium for Udvalget for kvalitet af jordanalyser i Danmark

Baggrund

Kvaliteten af jordprøveanalyser for fosfor og kvælstof er vigtig for at sikre et bæredygtigt landbrug, herunder sikre et korrekt og tilstrækkeligt beslutningsgrundlag at gennemføre tiltag som f.eks. vandmiljøplaner, grøn vækst etc. Jordprøveanalyserne for fosfor og kvælstof har hidtil været foretaget efter nationale metoder, som færre og færre laboratorier har ekspertise i at udføre, - og i dag udføres majoriteten af analyserne på et tysk laboratorium efter aftale med DLBR-Landscentret. Udover det tyske laboratorium foretages analyserne kun på ét mindre dansk laboratorium. Det er således ikke muligt at foretage ringanalyser, som ellers er en nødvendig del af kvalitetssikringen af laboratorieanalyser.

Autorisationsordningen for Jordlaboratorier blev nedlagt i 2004. Siden 2005 har DLBR-Landscentret overvåget kvaliteten af jordanalyserne for fosfor og kvælstof. Analyserne foretages nu primært på udenlandske laboratorier. En evaluering af Landscentrets kontrol, som beskrives i notat fra DLBR-Landscentret af den 12. juni 2009, har vist, at der er problemer med kvaliteten af analyserne. På denne baggrund anbefaler DLBR-Landscentret sammen med AU-DJF og KU-LIFE i en fælles henvendelse af den 9. juli 2009 til Plantedirektoratet og Miljøstyrelsen, at der oprettes et forum, som kan revidere jordanalysemetoderne. Desuden har erfaringer med analyse af jordprøver til brug for 2009 kvælstofprognosen vist, at der er behov for at sætte fokus på kvalitetssikring af analyser af jordprøver.

Formål

Målet er at opnå troværdige resultater for danske jordprøveanalyser for fosfor og kvælstof herunder et troværdigt grundlag for Kvælstofprognosen. Udvalget skal udarbejde konkrete forslag til, hvilke metoder der fremadrettet kan anvendes til analyser og udtagning af jordprøver for fosfor og kvælstof.

Udvalget skal lægge til grund, at jordprøveanalyserne, prøveforberedelse og prøveudtagning skal udføres efter internationalt anerkendte metoder, allerhelst gældende CEN/ISO standarder, og at analyserne skal kunne udføres på akkrediterede laboratorier.

Udvalget skal sikre, at de internationale analysemetoder, som udvalget foreslår, er velegnede til målinger i dansk agerjord.

Udvalget skal udarbejde skaleringer, så resultater fremkommet efter de nuværende nationale analysemetoder kan "oversættes" til resultater fremkommet efter de internationale analysemetoder, som udvalget foreslår. I den forbindelse skal udvalget udarbejde en metode til "sammenligning" af kvælstofanalyser efter den metode, som udvalget foreslår, med kvælstofanalyser fra den hidtil anvendte "frossen-direkte" metode.

Udvalget skal desuden komme med forslag til, hvordan krav til jordprøveudtagning, jordprøveanalyser og prøveforberedelse kan beskrives i vilkår vedrørende fosfor og kvælstof i miljøgodkendelser af husdyrbrug.

Organisering

Instituttleder Erik Steen Kristensen, Institut for Jordbrugsproduktion og Miljø, AU-DJF, er formand for udvalget, som derudover består af repræsentanter fra KU-LIFE og DMU. Disse repræsentanter udpeges af formanden.

Sekretariatet

AU-DJF er sekretariat for arbejdsgruppen.

Ressourcer

AU-DJFs formandsrolle og sekretariatsbetjening er omfattet af Fødevareministeriets aftale om myndighedsbetjening med AU-DJF.

Proces

- Plantedirektoratet tager initiativ til nedsættelse af udvalget og opstart af processen ved skriftlig henvendelse til formanden vedlagt kommissoriet for udvalget. Umiddelbart herefter udpeger formanden udvalgets øvrige medlemmer og indkalder til udvalgets første møde.
- Antal møder og mødehyppighed fastlægges af udvalget.
- Formanden præsenterer arbejdsplan på første møde.
- Udvalget kan inddrage eksterne parter i arbejdet og i forbindelse med evt. afholdelse af workshops.
- Udvalget præsenterer status for arbejdet ved et midtvejsseminar maj-juni 2010 med deltagelse af udvalget, Plantedirektoratet og Miljøstyrelsen. Ved midtvejsseminaret præsenteres udvalgets endelige anbefalinger vedr. og jordprøveudtagning og analyse af jordprøver til Kvælstofprognosen 2011.
- Afslutning og aflevering af endeligt produkt til Plantedirektoratet 1. oktober 2010, således at nye retningslinjer om udtagning og analyse af jordprøver kan tages i brug 1. januar 2011.

Leverancer

Der afrapporteres i form af et uddybende notat fra udvalget med særlig vægt på afklaring i forhold til:

1. Undersøgelse af, hvilke jordprøveudtagnings- og analysemetoder for fosfor og kvælstof der anvendes i de øvrige EU-MS, og forslag til international metode til bestemmelse af N og P i dansk agerjord.
2. Etablering af historik, dvs. sammenligning af de foreslåede jordprøveudtagnings- og analysemetoder med hidtil gældende analysemetoder og evt. fastsættelse af kriterier, forudsætninger, begrænsninger etc.
3. På baggrund af data fra punkt 2 gives anbefalinger til jordprøveudtagnings- og analysemetoder og skaleringer.

Vedrørende:	Anvendelse af statistiske modeller til prognose
Fordeling:	Hans S. Østergaard, Landbrugets Rådgivningscenter
Skrevet af:	Konsulent Lone Juul Hansen, UNI•C

Prognosen i marts

Målet er at få opstillet en statistisk model til beskrivelse af jordens indhold af $N_{\min}$ i foråret, der kan anvendes i forbindelse med de årlige gødningsprognoser.

Der opstilles en **model for hver jordtype**: sand (jordgruppe 2, 4 og 5) og lerjord (jordgruppe 3). Der er for få punkter på grovsand til at en statistisk model i første omgang kan opstilles.

Den statistiske model dækker følgende situationer:

- Arealet er enten ubevokset eller bevokset med vinterkorn/græs (crop=60, 70, 80, 82, 113, 300, 304, 370, 391, 702, 709, 766) eller bevokset med andet end vinterkorn/græs på prøvetagningsdato, og
- afgrøden året før er enten korn (crop=10, 11, 12, 20, 21, 30, 50, 60, 61, 70, 80, 82) eller frøgræs (crop=300, 304, 320, 370, 391) eller rodfrugt (crop=600, 601, 610, 611, 620, 630, 631, 640, 641, 642, 645) eller græs/ærter/rafs (crop=100, 101, 130, 131, 135, 140, 420, 430, 702, 704, 709, 710, 713, 719, 730, 770, 782, 783, 787, 997, 999), og
- ingen husdyrgødning udbragt mellem 1.7. året før og prøvetagningsdato, og
- ingen handelsgødning udbragt mellem 1.7. året før og prøvetagningsdato.

Responsen i den statistiske model er $N_{\min}$ fra 0-75 cm på sandjord, og $N_{\min}$ fra 0-100 cm på lerjord.

Der anvendes data 14 år tilbage, og punkter med målt $N_{\min} > 150$ kgN/ha er udelukket.

Den statistiske metode er variansanalyse med gentagne målinger, idet der kan være målinger på det samme punkt i flere på hinanden følgende år. Disse målinger kan ikke antages at være uafhængige af hinanden. Den statistiske analyse er udført med SAS Proc Mixed.

Data er hentet fra Kvadratnetsdatabasen (SIR) ved hjælp af følgende udtræksprogrammer: stat_amt.retr, stat_nmin.retr, stat_klima.retr, stat_crop.retr og stat_godn.retr.

Resultater for marts 2001

Der blev i marts 2001 foretaget $N_{\min}$ målinger på 259 punkter. Disse punkter lå, bortset fra få undtagelser, enten på lerjord eller på sandjord. Af disse opfyldte 217 punkter kravene med hensyn til gødning og afgrøder.

Til afprøvning af modellen er der udtaget en repræsentativ stikprøve på 50% af punkterne på lerjord og 50% af punkterne på sandjord. Stikprøven er repræsentativ med hensyn til de vigtigste forklarende variable, d.v.s. afgrøde og klimaforhold (stikprøven er fundet ved at stratificere med hensyn til amter, da nedbør og temperatur i de forskellige amter ikke er ens).

Slutmodel på sandjord.

$$Y = AAR + DAGE + HUMUSPCT + SILTPCT + AFGRODE + OGN2 + OGN3 + NEDBSUM1 + NEDBSUM2 + NEDBSUM3 + TEMPGNS3 + AFGRODE * AAR + TEMPGNS3 * AFGRODE$$

Slutmodel på lerjord.

$$Y = AAR + HUMUSPCT + SILTPCT + AFGRODE + OGN2 + OGN3 + NEDBSUM2 + NEDBSUM3 + TEMPGNS2 + TEMPGNS3 + KLIMA2 + AFGRODE * AAR + NEDBSUM2 * AFGRODE$$

hvor

Y	=	$N_{\min}$ (sidste måling i foråret) kgN/ha
AAR	=	Årstal for prøve (1988, 1989,..., 2000,2001)
DAGE	=	Antal dage mellem 1.1. og prøvetagningsdato
HUMUSPCT	=	Humus% i pløjelaget
SILTPCT	=	Silt% i pløjelaget
AFGRODE	=	Afgrødekombination (1. Korn/frøgræs, ubevokset; 2. Korn/frøgræs, korn/græs; 3. Korn/frøgræs, bev. m. andet end korn el. græs; 4. Raps mm, bevokset/ubevokset; 5. Rodfrugt, bevokset/ubevokset)
OGN2	=	Total N udbragt som husdyrgødning fra 1/7 året før til prøvetagningsdato
OGN3	=	Total N udbragt som husdyrgødning 2 år tilbage
NEDBSUM1	=	Nedbørssum i juni, juli og august året før

NEDBSUM2 =	Nedbørssum i september, oktober og november året før
NEDBSUM3 =	Nedbørssum i december, januar, februar/marts indtil prøvetagningsdato
TEMPGNS3 =	Lufttemperaturgennemsnit i december, januar, februar/marts indtil prøvetagningsdato
KLIMA2 =	Produktet mellem nedbørssum og lufttemperaturgennemsnit i september oktober og november året før

Modellerne gav følgende resultater:

Estimeret $N_{\min}$ indhold på sandjord i marts 2001: 28.6 kgN/ha.

Estimeret $N_{\min}$ indhold på lerjord i marts 2001: 39.8 kgN/ha.

I virkeligheden blev der målt 26.5 kgN/ha på sandjord og 39.4kgN/ha på lerjord.

Validering

Ovenstående beregninger viste en stor overensstemmelse mellem modellens forudsagte $N_{\min}$ indhold og det der rent faktisk blev målt. Modellen er ligeledes valideret tilbage i tid, med nogenlunde samme resultater for de enkelte år, se tabellen nedenfor.

	Sandjord		Lerjord	
	Målt	Estimeret	Målt	Estimeret
1997	32.9	33.2	47.4	49.3
1998	28.6	29.5	43.5	42.2
1999	21.7	22.5	35.0	35.7
2000	21.2	20.8	35.0	34.8
2001	26.5	28.5	39.4	39.8

Konklusion

Den statistiske model er velegnet til at forudsige $N_{\min}$ i foråret med støtte fra en repræsentativ stikprøve på 50%.

Der blev på den tidligere statistiske model (se notat fra 29.03.01) undersøgt hvor stor stikprøven behøvede at være, for at få et tilstrækkeligt præcist estimat. Her viste det sig, at en stikprøve på 50% var af passende størrelse. Der er ikke foretaget lignende undersøgelser for modellen i dette notat. Da denne model bygger på flere punkter, kunne man forestille sig, at modellen stadig ville være acceptabel selv med understøttelse af en mindre stikprøve.

Appendiks 3. Notat om variation i jordanalyser for Tørstof, Ammonium N, Nitrat N og N-min

Kristian Kristensen
29. marts 2011

Data og statistisk model for analyse af disse

Hver variabel (analyse) blev analyseret i en mixed model, hvor jordprøve var medtaget som en systematisk effekt. Effekten af År, År indenfor. jordprøve, Tid indenfor år, Tid indenfor jordprøve og år, Delprøve indenfor jordprøve tid og år samt Del-delprøve (residual) var medtaget som tilfældige effekter.

Data omfatter de 4 nævnte analyser på 5 jorde til forskellig tidspunkt i 2009, 2010 og 2011 (2 jorde var dog kun med i 2010 og 2011 – og 1 jord kun med i 2009 og 2010 – de sidste 2 jorde var med i alle år). De enkelte jorde er repræsenteret ved 7-8 tider (mellem 0 og 4 i det enkelte år).

Varianskomponenter og usikkerhed på estimater

Varianskomponenter er beregnet ved brug af "restricted maximum likelihood" og er vist i tabel 1. Det ses at varianskomponenten for del-delprøver (=udtagning og analyseusikkerhed i laboratoriet) varierede meget fra Jordprøve. For alle 4 variable var den mindst for "Ref1_2010 Kasted", men det var også den jord, der havde det højeste tørstofindhold og de laveste kvælstofindhold. For Ammonium og N-min var varianskomponent størst for "Ref2_2010Tåstrup".

Tabel 1 Estimerede varianskomponenter ved brug af alle data

Varianskomponent	Jord	Data fra 2009, 2010 og 2011			
		Dry Matter	Ammonium	Nitrat	N-min
År		0.0000	0.1060	0.3422	0.8901
År(Jord)		0.2871	0.0000	0.1896	0.1103
Tid(År)		0.0386	0.0192	0.0011	0.1077
Tid(Jord×År)		0.0125	0.0236	0.0762	0.1105
Delprøve		1.0304	0.0053	0.0000	0.0275
Del-delprøve	2008	4.0618	0.0832	0.2769	0.4091
	Kærbygaard2008	3.5239	0.1555	0.2694	0.6270
	Majs2008	6.0202	0.2906	0.1144	0.3112
	Ref1_2010Kasted	0.6033	0.0081	0.0612	0.0637
	Ref2_2010Tåstrup	1.4813	0.0656	0.7348	0.7715
	Gennemsnit	3.1381	0.1206	0.2913	0.4365

Da data for 2009 synes at være noget afvigende fra resultaterne i de to andre år (se tabel 7 og figur 1-8) er varianskomponenterne også estimeret alene på baggrund af data fra 2010 og 2011.

Tabel 2 Estimerede varianskomponenter med brug af data fra 2010 og 2011

Varianskomponent	Jord	Data fra 2010 og 2011			
		Dry Matter	Ammonium	Nitrat	N-min
År		0.1399	0.0037	0.0002	0.0000
År(Jord)		0.0093	0.0000	0.1241	0.0748
Tid(År)		0.0212	0.0060	0.0094	0.1079
Tid(Jord×År)		0.0256	0.0183	0.0588	0.0921
Delprøve		1.0792	0.0052	0.0000	0.0234
Del-delprøve	2008	6.2846	0.2153	0.4257	0.7649
	Kærbygaard2008	3.8683	0.1801	0.2208	0.6081
	Majs2008	6.6899	0.3731	0.1211	0.3539
	Ref1_2010Kasted	0.5913	0.0081	0.0612	0.0659
	Ref2_2010Tåstrup	1.4458	0.0662	0.7478	0.7827
	Gennemsnit	3.7759	0.1686	0.3153	0.5151

Varianskomponenterne er efterfølgende benyttet til at beregne approksimative usikkerheder på et gennemsnitstal for den totale N-mængde i rodzonen baseret på hhv. 1, 2, 5, 10, 20, 30, 50, 100, 150 og 200 prøver. Da der kun er taget en jordprøve i 1 dybde er beregningerne baseret på følgende forudsætninger:

1. Usikkerheden på prøvetagningen i de andre dybder er som for den dybde, der her er analyseret
2. Effekter af år, tid og deres vekselvirkning med den pågældende jord er antaget at være den samme i alle dybder
3. Prøver fra forskellig dybde i samme stik er antaget at være korreleret, men da korrelationen ikke er kendt er beregningerne udført for de 2 ekstremer, hvor korrelationen er enten 1.00 eller 0.00.

Disse forudsætninger fører til følgende model for data:

$$X_{jdytsa} = \mu_{jd} + A_y + B_{jy} + C_{yt} + D_{jyt} + E_{jdyts} + F_{jdytsa}$$

hvor

X_{jdytsa} er den observerede værdi for jord j i dybden d udtaget på tid t i år y for analyse a fra prøve s

μ_{jd} er det sande men ukendte værdi for jordprøve j i dybden d

$A_y, B_{jy}, C_{yt}, D_{jyt}, E_{jdyts}$ og F_{jdytsa} er tilfældige effekter for år, år(jord), tid(år), tid(jord×år), prøve og analyse

A_y, B_{jy}, C_{yt} og D_{jyt} antages at være normalfordelte med middelværdien 0 og varianserne $\sigma_y^2, \sigma_{jy}^2, \sigma_{yt}^2$ og σ_{jyt}^2

E_{jdyts} og F_{jdytsa} antages at være normalfordelte med middelværdien 0 og varianserne σ_{jdyts}^2 og σ_{jdytsa}^2 samt at være korrelerede, hvis j, y, t og s alle er identiske

Beregningerne er udført med følgende udtryk:

$$Var_{Gns} = k^2(\sigma_y^2 + \sigma_{jy}^2 + \sigma_{ty}^2 + \sigma_{tyj}^2) + c_\rho(\sigma_{tyjs}^2 / p + \sigma_{tyjsa}^2 / p) \quad \text{Conf.Interval} = 2\sqrt{Var_{Gns}}$$

For data indsendt på samme tid og analyseret i samme arbejdsgang

$$Var_{DifA} = 2(k^2(\sigma_{jy}^2 + \sigma_{ty}^2) + c_\rho(\sigma_{tyjs}^2 / p + \sigma_{tyjsa}^2 / p)) \quad Lsd_A = 2\sqrt{Var_{DifB}}$$

For data indsendt på forskellig tid

$$Var_{DifB} = 2k^2((\sigma_{jy}^2 + \sigma_{ty}^2 + \sigma_{tyj}^2) + c_\rho(\sigma_{tyjs}^2 / p + \sigma_{tyjsa}^2 / p)) \quad Lsd_B = 2\sqrt{Var_{DifB}}$$

hvor p er antal prøver, y, t, j, s og a er hhv år, tid, jord, sample og analyse

k er antal dybder som der summeres over ($k = 3$ for sandjord og $k = 4$ for lerjord)

c_ρ er en konstant, som afhænger af korrelationen, ρ , mellem dybder:
$$\begin{cases} c_\rho = k^2 & \text{for } \rho = 1 \\ c_\rho = k & \text{for } \rho = 0 \end{cases}$$

Resultaterne er vist i tabel 3-6. Eksempelvis for N-Min for sum af 3 dybder, hvor korrelationen mellem observationerne er 1.00 og varianskomponenterne er baseret på alle data fra 2009-2011: Kofidensintervallet for ved udtagning af 1 prøve i hver dybder er ± 7.8 . Lsd-værdien for sammenligning af 2 gennemsnit, hvor 10 prøver er indsendt samme tid og analyseret i samme arbejdsgang bliver 4.4. Hvis prøver ikke er indsendt på samme tidspunkt stiger Lsd-værdien for sammenligning af 2 gennemsnit baseret på 10 prøver fra 4.4 til 5.2.

Beregningerne er gennemført med brug af gennemsnit af alle 5 jordes varianskomponent for del-del prøver. Dette betyder at kofidensintervallerne og Lsd-værdierne nok er lidt for store for jorde som ligner "Ref1_2010 Kasted" og lidt for små for de andre jorde.

Tabel 3 Konfidensintervaller omkring gennemsnit (C.Int) og Lsd-værdier for sammenligning af gennemsnit for prøver indsendt til samme laboratorium på samme tid og analyseret i samme "arbejdsgang" (Lsd_A) eller indsendt på forskellig tidspunkt (Lsd_B) – Sum over 3 dybder med samme middelværdi og varians, hvor korrelationen mellem dybder er antaget at være 1.

Antal prøver	Ammonium N			Nitrat N			N-Min			N-Min ekskl. 2009		
	C.Int	Lsd _A	Lsd _B	C.Int	Lsd _A	Lsd _B	C.Int	Lsd _A	Lsd _B	C.Int	Lsd _A	Lsd _B
1	3.1	3.3	3.5	5.7	6.3	6.3	7.8	7.0	7.6	5.4	7.1	7.7
2	2.8	2.5	2.8	5.2	5.4	5.5	7.2	5.7	6.4	4.4	5.6	6.3
5	2.5	1.9	2.2	4.9	4.8	4.8	6.9	4.8	5.5	3.7	4.4	5.2
10	2.4	1.6	2.0	4.8	4.6	4.6	6.7	4.4	5.2	3.4	4.0	4.9
20	2.4	1.5	1.9	4.7	4.5	4.5	6.7	4.2	5.0	3.3	3.7	4.7
30	2.3	1.4	1.8	4.7	4.5	4.5	6.7	4.1	5.0	3.2	3.6	4.6
50	2.3	1.4	1.8	4.7	4.4	4.4	6.6	4.1	4.9	3.2	3.6	4.5
100	2.3	1.3	1.8	4.7	4.4	4.4	6.6	4.0	4.9	3.2	3.5	4.5
150	2.3	1.3	1.8	4.7	4.4	4.4	6.6	4.0	4.9	3.2	3.5	4.5
200	2.3	1.3	1.8	4.7	4.4	4.4	6.6	4.0	4.9	3.2	3.5	4.5

Tabel 4 Konfidensintervaller omkring gennemsnit (C.Int) og Lsd-værdier for sammenligning af gennemsnit for prøver indsendt til samme laboratorium på samme tid og analyseret i samme "arbejdsgang" (Lsd_A) eller indsendt på forskellig tidspunkt (Lsd_B) – Sum over 4 dybder med samme middelværdi og varians, hvor korrelationen mellem dybder er antaget at være 1.

Antal prøver	Ammonium N			Nitrat N			N-Min			N-Min ekskl. 2009		
	C.Int	Lsd _A	Lsd _B	C.Int	Lsd _A	Lsd _B	C.Int	Lsd _A	Lsd _B	C.Int	Lsd _A	Lsd _B
1	4.2	4.4	4.6	7.6	8.4	8.5	10.4	9.4	10.1	7.2	9.5	10.2
2	3.7	3.3	3.7	6.9	7.3	7.3	9.6	7.6	8.5	5.9	7.5	8.3
5	3.3	2.5	2.9	6.5	6.4	6.5	9.2	6.3	7.3	4.9	5.9	7.0
10	3.2	2.2	2.7	6.4	6.1	6.2	9.0	5.8	6.9	4.6	5.3	6.5
20	3.2	2.0	2.5	6.3	6.0	6.0	8.9	5.6	6.7	4.4	5.0	6.2
30	3.1	1.9	2.5	6.3	5.9	6.0	8.9	5.5	6.6	4.3	4.9	6.1
50	3.1	1.8	2.4	6.3	5.9	5.9	8.9	5.4	6.6	4.3	4.8	6.0
100	3.1	1.8	2.4	6.3	5.9	5.9	8.8	5.4	6.5	4.2	4.7	6.0
150	3.1	1.8	2.4	6.3	5.9	5.9	8.8	5.4	6.5	4.2	4.7	6.0
200	3.1	1.8	2.4	6.3	5.8	5.9	8.8	5.3	6.5	4.2	4.7	6.0

Tabel 5 Konfidensintervaller omkring gennemsnit (C.Int) og Lsd-værdier for sammenligning af gennemsnit for prøver indsendt til samme laboratorium på samme tid og analyseret i samme "arbejdsgang" (Lsd_A) eller indsendt på forskellig tidspunkt (Lsd_B) – Sum over 3 dybder med samme middelværdi og varians, hvor korrelationen mellem dybder er antaget at være 0.

Antal prøver	Ammonium N			Nitrat N			N-Min			N-Min ekskl. 2009		
	C.Int	Lsd _A	Lsd _B	C.Int	Lsd _A	Lsd _B	C.Int	Lsd _A	Lsd _B	C.Int	Lsd _A	Lsd _B
1	2.6	2.2	2.5	5.0	5.1	5.1	7.0	5.2	5.9	4.0	5.0	5.7
2	2.5	1.8	2.1	4.9	4.8	4.8	6.8	4.6	5.4	3.6	4.3	5.1
5	2.4	1.5	1.9	4.8	4.5	4.5	6.7	4.3	5.1	3.3	3.8	4.7
10	2.3	1.4	1.8	4.7	4.5	4.5	6.7	4.1	5.0	3.2	3.6	4.6
20	2.3	1.4	1.8	4.7	4.4	4.4	6.6	4.1	4.9	3.2	3.6	4.5
30	2.3	1.3	1.8	4.7	4.4	4.4	6.6	4.0	4.9	3.2	3.5	4.5
50	2.3	1.3	1.8	4.7	4.4	4.4	6.6	4.0	4.9	3.2	3.5	4.5
100	2.3	1.3	1.8	4.7	4.4	4.4	6.6	4.0	4.9	3.2	3.5	4.5
150	2.3	1.3	1.8	4.7	4.4	4.4	6.6	4.0	4.9	3.2	3.5	4.5
200	2.3	1.3	1.8	4.7	4.4	4.4	6.6	4.0	4.9	3.2	3.5	4.5

Tabel 6 Konfidensintervaller omkring gennemsnit (C.Int) og Lsd-værdier for sammenligning af gennemsnit for prøver indsendt til samme laboratorium på samme tid og analyseret i samme "arbejdsgang" (Lsd_A) eller indsendt på forskellig tidspunkt (Lsd_B) – Sum over 4 dybder med samme middelværdi og varians, hvor korrelationen mellem dybder er antaget at være 0.

Antal prøver	Ammonium N			Nitrat N			N-Min			N-Min ekskl. 2009		
	C.Int	Lsd _A	Lsd _B	C.Int	Lsd _A	Lsd _B	C.Int	Lsd _A	Lsd _B	C.Int	Lsd _A	Lsd _B
1	3.4	2.7	3.1	6.6	6.6	6.6	9.2	6.6	7.5	5.1	6.2	7.2
2	3.2	2.2	2.7	6.4	6.2	6.2	9.0	6.0	7.0	4.7	5.5	6.6
5	3.2	2.0	2.5	6.3	6.0	6.0	8.9	5.6	6.7	4.4	5.0	6.2
10	3.1	1.8	2.4	6.3	5.9	5.9	8.9	5.5	6.6	4.3	4.8	6.1
20	3.1	1.8	2.4	6.3	5.9	5.9	8.9	5.4	6.5	4.2	4.7	6.0
30	3.1	1.8	2.4	6.3	5.9	5.9	8.8	5.4	6.5	4.2	4.7	6.0
50	3.1	1.8	2.4	6.3	5.8	5.9	8.8	5.3	6.5	4.2	4.7	6.0
100	3.1	1.7	2.3	6.2	5.8	5.9	8.8	5.3	6.5	4.2	4.6	5.9
150	3.1	1.7	2.3	6.2	5.8	5.9	8.8	5.3	6.5	4.2	4.6	5.9
200	3.1	1.7	2.3	6.2	5.8	5.8	8.8	5.3	6.5	4.2	4.6	5.9

Forskelle mellem år og tidspunkter indenfor år

For at undersøge om der var systematiske forskelle mellem år og mellem tider indenfor samme år er data desuden analyseret to mixed modeller, hvor:

1. år er medtaget som systematisk effekt i stedet for tilfældig effekt (benyttet for at teste om der er systematiske forskelle mellem år)
2. år og tid indenfor år er medtaget som systematisk effekt i stedet for tilfældig effekt (benyttet for at teste om der er systematiske forskelle mellem tid indenfor år)

Resultaterne viste at der for Ammonium og N-min var en signifikant forskel mellem årene (tabel 7).. Denne forskel skyldes at værdierne for 2009 lå på andre niveauer end værdierne for 2010 og 2011

Tabel 7 P-værdier for test af systematiske forskelle mellem år og mellem tider indenfor år – baseret på analyse med data fra alle 3 år

Effekt	Dry Matter	Ammonium N	Nitrat N	N-min
År	0.2796	0.0006	0.0796	0.0394
Tid(år)	0.5279	0.1736	0.3556	0.1827
Kommentar		2009≠2010 2009≠2011		2009≠2010 2009≠2011

Selv om der ikke er signifikant overordnet effekt af Tid:år er der for flere variable enkelte tidspunkter som er afvigende fra andre (se følgende figurer, signaturforklaring er kun vist i den sidste figur – for N-min).

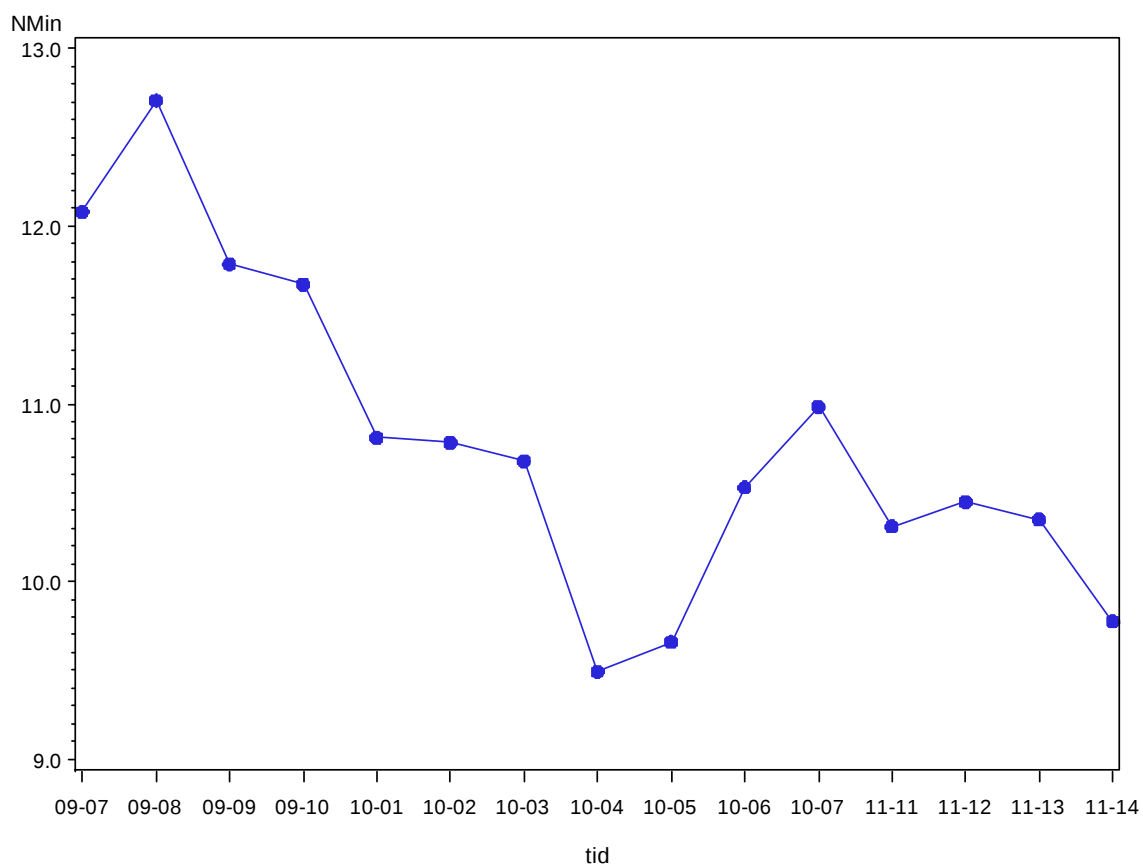
For N-min er der en trend hen over tiden (figur 1), idet N-min indholdet synes at være faldet fra ca. 12.5 til ca. 9.5 over tiden indtil tid 4 i 2010, hvor efter det synes at være steget lidt for så at stabilisere sig omkring en værdi på ca. 10 (men der er så heller ikke ret lange tidsintervaller mellem de sidste tidspunkter).

Tilsvarende trend ses for Ammonium-N, dog synes faldet her især at være sket fra slutningen af 2009 til midt i 2010.

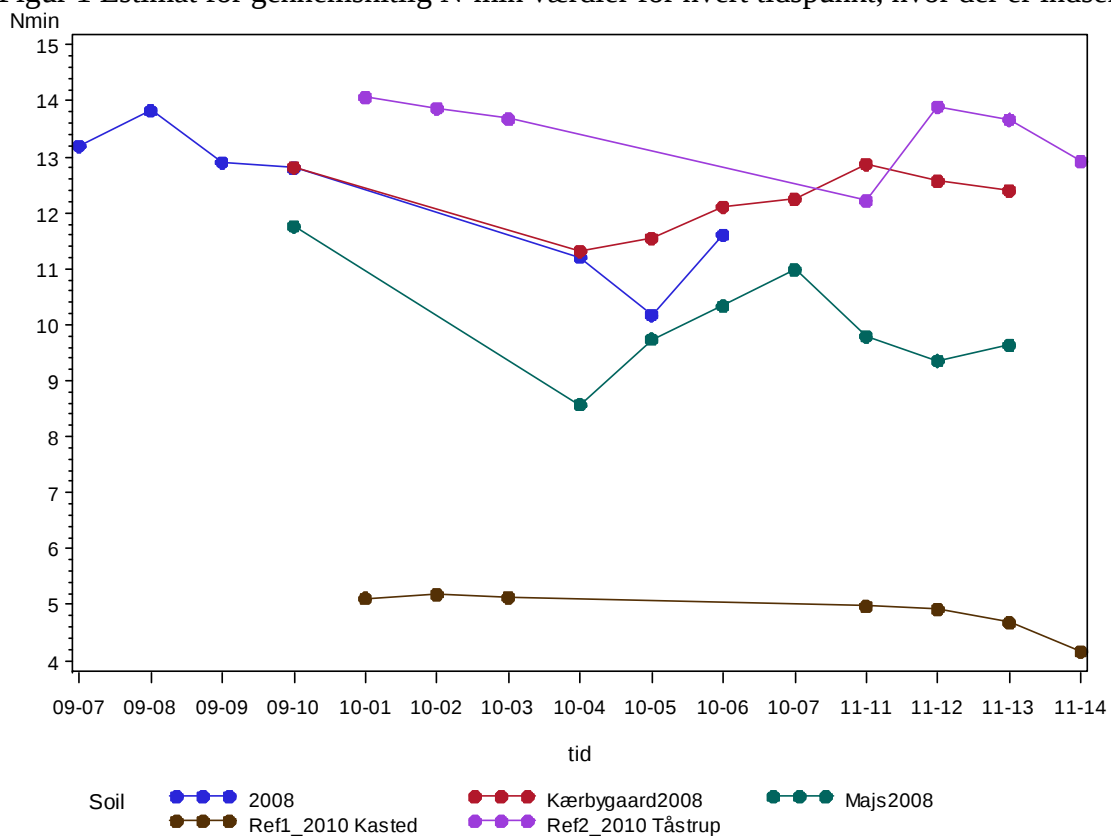
For Nitrat-N synes der at have været en næsten konstant fald over hele perioden.

For tørstofprocenten synes der at have været en stigning i løbet af 2009, hvorefter tørstofprocenten synes at have stabiliseret sig omkring 78-79 %.

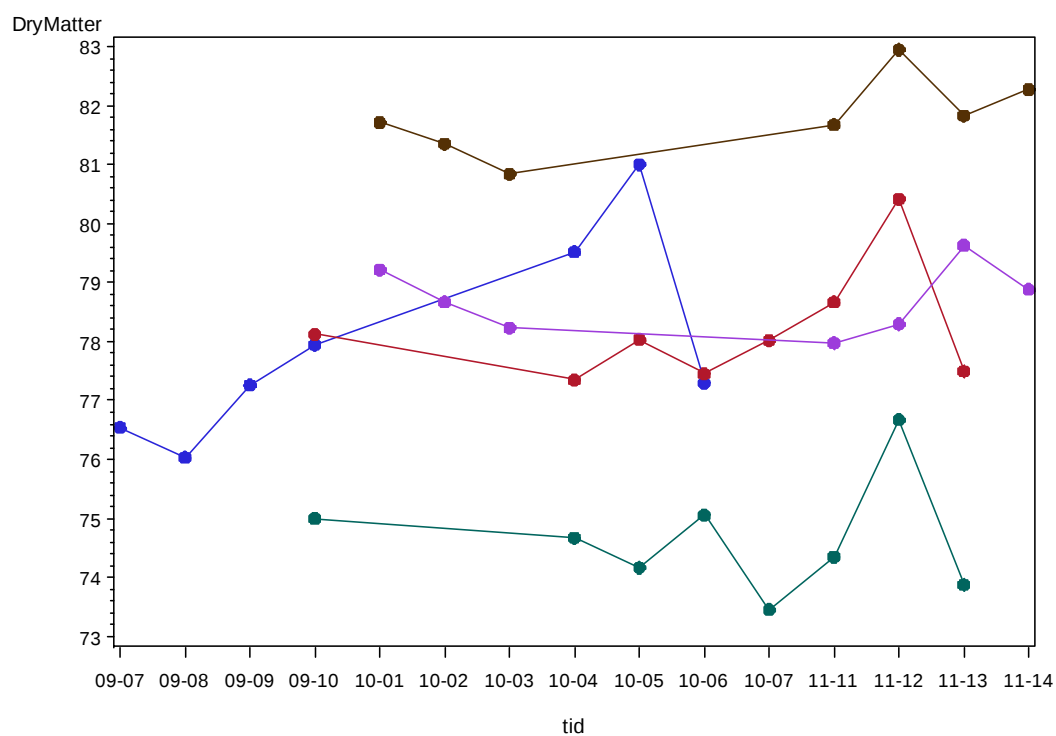
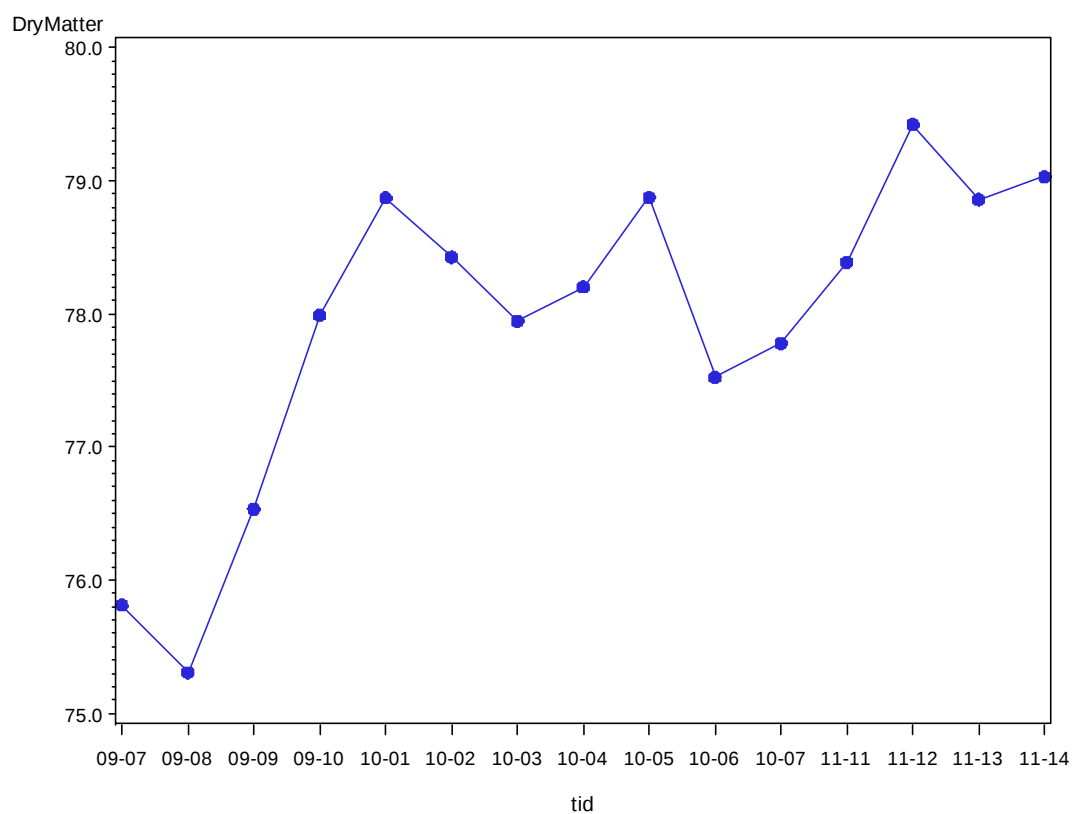
Forløbet er dog ikke helt ens for alle prøver idet forløbet især synes at være bestemt af de prøver, der er udtaget i 2008 (Figur 2), men også for Ref1 og Ref2 udtaget i 2010 er der en tilsvarende trend, dog synes dykket her kommer lidt senere end for prøverne udtaget i 2008.



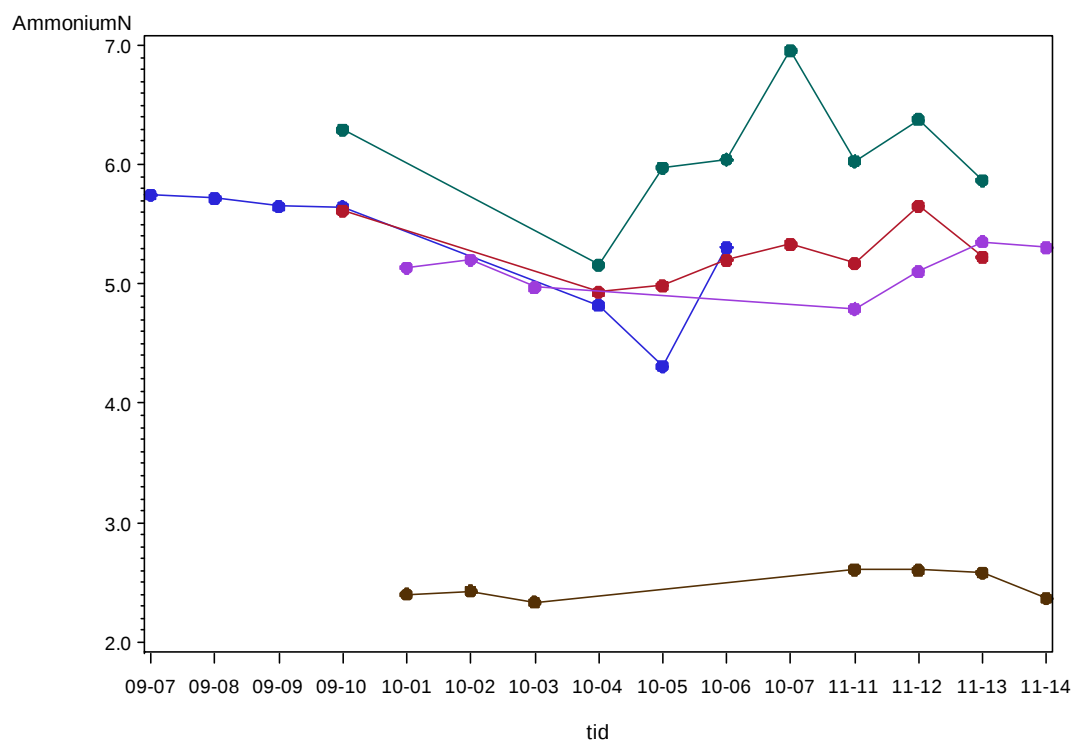
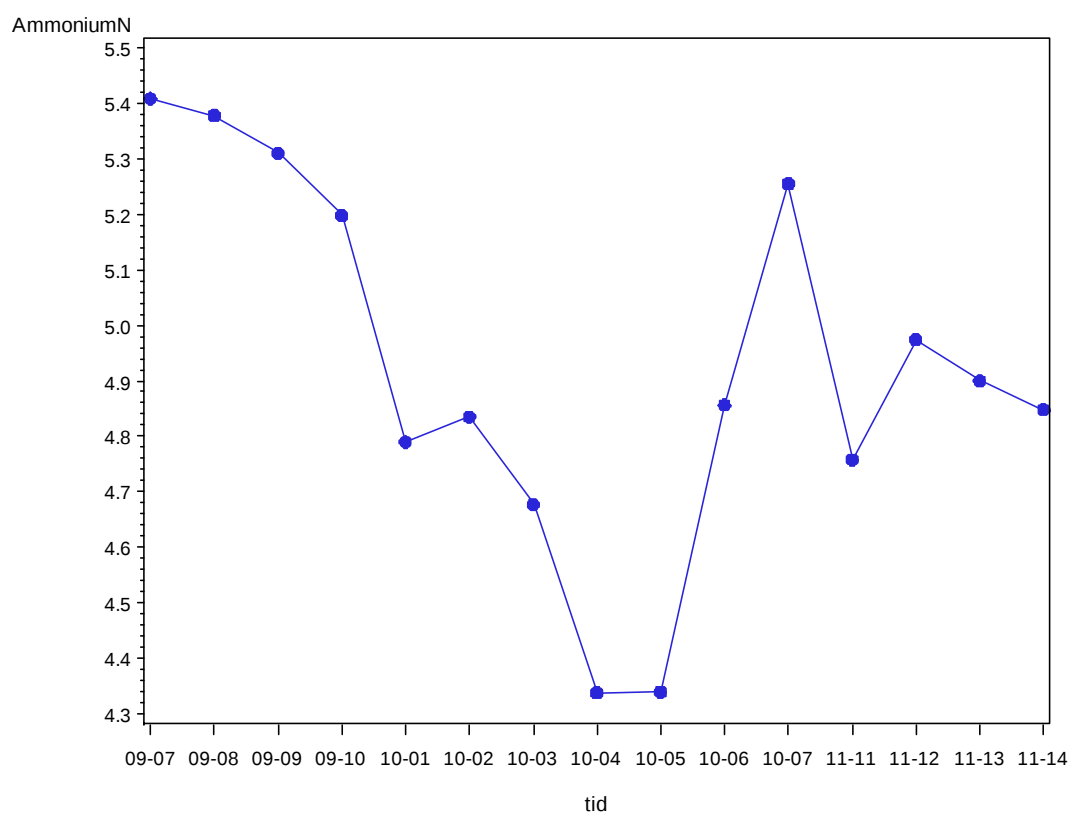
Figur 1 Estimat for gennemsnitlig N-min værdier for hvert tidspunkt, hvor der er indsendt prøver



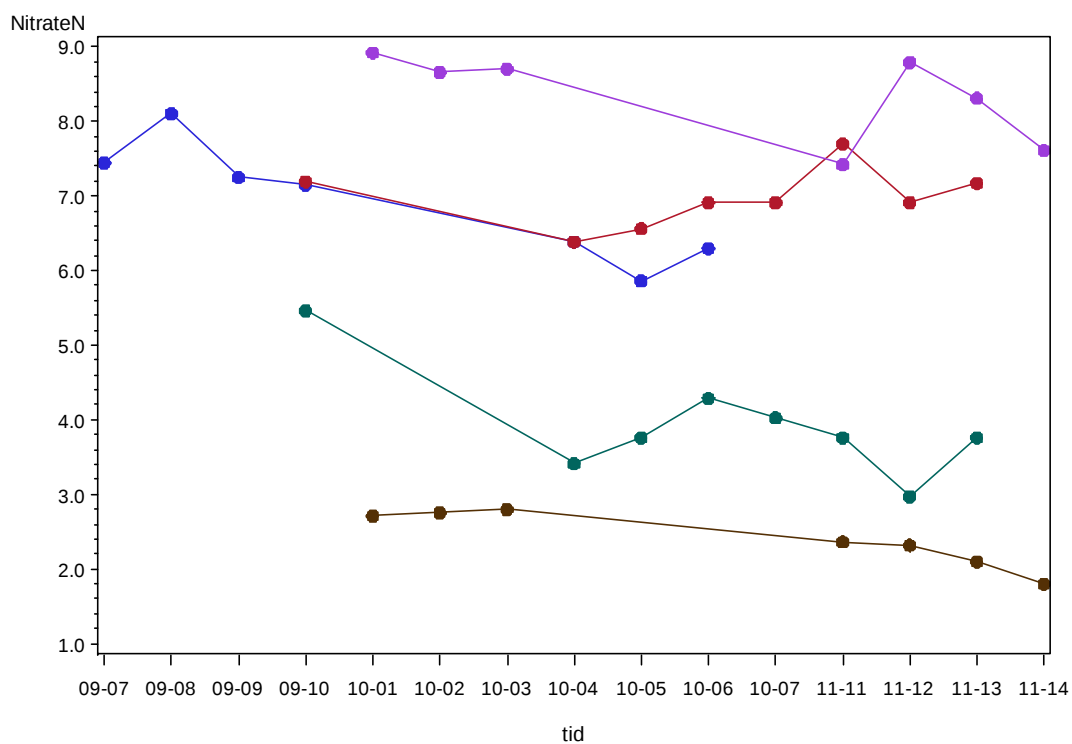
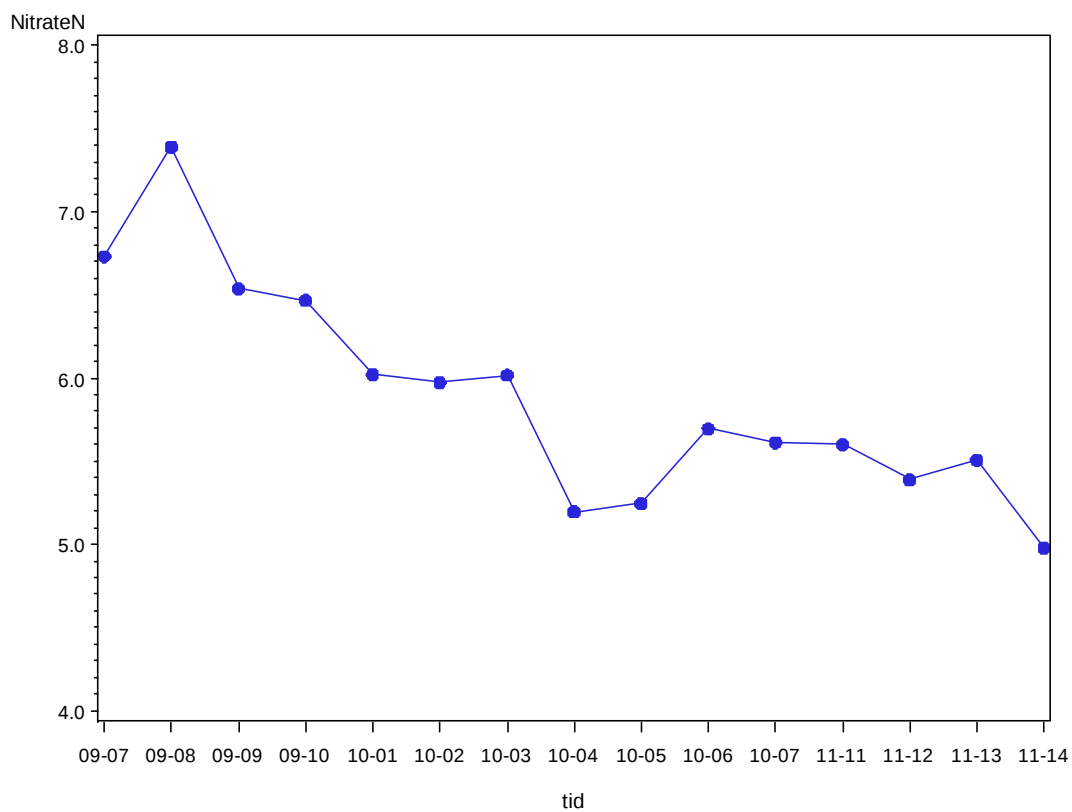
Figur 2 Estimat for N-min værdier for hver prøve til hvert tidspunkt, hvor der er indsendt prøver



Figur 3 og 4. Estimerede værdier for tørstofprocenten



Figur 5 og 6. Estimerede værdier for Ammonium-N



Figur 7 og 7. Estimerede værdier for Nitrat-N

Appendiks 4. Analyse af ringanalyser

Kristian Kristensen
GBI, AU

Data

Materialet omfatter data fra 11 (varslede) ringanalyser (1-2 ringanalyser hvert år i 1997-2003) og 5 uvarslede ringanalyser (1 ringanalyse hvert af årene 1998-2002). Fra de obligatoriske ringanalyser for jordbundsanalyser, som blev udført i Danmark indtil 2003. I hver ringanalyse var der 10-12 prøver, som blev udsendt til 6-7 laboratorier. I alt var der 696 observationer fra de 11 (varslede) ringtest og 317 observationer fra de 5 uvarslede ringtest. Denne analyse omfatter kun fosfortallet.

Ved analyse af data blev der fundet enkelte stærkt afvigende observationer (tabel 1).

Tabel 1 Oversigt over observationer, som varierede meget

År	Prøve no	Laboratorium	Værdi for Pt	Forventet Pt	Håndtering
Varslede ringtest					
2002-2	2002-13	DEG	13.0	0.9	Rettet til 1.3
1999-1	Farsø-1	Steins	9.6	6.1	En ekstra analyse uden data fra Steins laboratorium ved den første ringtest i 1999.
1999-1	Farsø-2	Steins	3.7	6.2	
1999-1	Farsø-3	Steins	6.2	3.9	
1999-1	Farsø-5	Steins	3.8	6.3	
1999-1	1998-11	Steins	3.1	6.2	
Uvarslede ringtest					
2002	13	Steins	4.1	6.8	Ekstra analyse uden denne obs.

Analysemetode

Data i (varslet) ringtest og uvarslet ringtest blev analyseret hver for sig i en mixed model med prøve indenfor ringtest som systematisk effekt og med laboratorium, ringtest:laboratorium og residual effekt som tilfældige effekter. Mere detaljeret kan modellen skrives således:

$$Y_{yls} = \mu + \alpha_{ys} + B_l + C_{yl} + E_{yls}$$

hvor

Y_{yls} er målt Pt i ringtest y for prøve s (i ringtest y) ved laboratorium l

μ er generel niveau af Pt, mens α_{ys} er effekt af prøve s i ringtest y

B_l , C_{yl} , og E_{yls} er tilfældige effekter af hhv. laboratorium, ringtest:laboratorium og residual.

B_l , C_{yl} og E_{yls} antages alle at være indbyrdes uafhængige med middelværdien 0 og varianserne

$$\sigma_B^2, \sigma_C^2 \text{ og } \sigma_E^2$$

Desuden blev data for udvalgte standardprøver (jordprøver, som blev brugt ved flere ringanalyser) analyseret i en model, hvor også den tilfældige effekt af år blev inddraget. Denne model kan skrives således:

$$Y_{yls} = \mu + \alpha_s + A_y + B_l + C_{yl} + E_{yls}$$

hvor

Y_{yls} er målt Pt i ringtest y for prøve s ved laboratorium l

μ er generel niveau af Pt, mens α_s er effekt af prøve s

A_y, B_l, C_{yl} , og E_{yls} er tilfældige effekter af hhv. ringtest, laboratorium, ringtest:laboratorium og residual.

A_y, B_l, C_{yl} og E_{yls} antages alle at være indbyrdes uafhængige med middelværdien 0 og varianserne

$$\sigma_A^2, \sigma_B^2, \sigma_C^2 \text{ og } \sigma_E^2$$

Resultater

De estimerede varianskomponenter er vist i tabel 2. Analyserne viser at de afvigende observationer havde en betydelig effekt på den estimerede varianskomponent for residual effekterne. Således faldt residualeffekten for (varslede) ringtest med mere end 50 % (fra 0.151 til 0.070) når disse afvigende observationer blev udeladt. Det ses også at alle varianskomponenter for de uvarslede ringtest er større end for (varslede) ringtest, hvilket kunne tyde på at laboratorierne er ekstra omhyggelige, når de ved at det drejer sig om analyse af en prøve i en ringtest. De estimerede varianskomponenter var alle større end de, der fandtes ved analyse af to standardprøver ved Clab og JPM, hvor varianskomponenterne for hhv. Lab, Test:lab og residual blev estimeret til henholdsvis 0.0034, 0.012-0.031 og 0.014 (se Appendiks 6). Her er det dog værd at bemærke at varianskomponenten for Lab i Appendiks 6 var baseret på kun to laboratorier og at disse tilhørte samme organisation samt at residual effekten her næsten kun indeholdt variationen mellem gentagne målinger ved samme tidspunkt.

Tabel 2 Estimerede varianskomponenter for hver type af ringtest /med/uden afvigende observationer samt for standardjorde. Desuden er nederst i tabellen vist usikkerheden for et estimat.

Varianskomponent	(Varslede) ringtest		Uvarslede ringtest		Standard jord (Haugaard)	
	Alle data	Excl Steins i 1999-1	Alle data	Excl afvig. obs	Alle data	Excl Steins i 1999-1
Lab	0.043	0.044	0.060	0.060	0.078	0.052
Ringtest	-	-	-	-	0	0.046
Ringtest×Lab	0.038	0.047	0.077	0.070	0.329	0.047
Residual	0.151	0.070	0.151	0.134	0.141	0.142
Std _y	0.48	0.40	0.54	0.51	0.74	0.54

Note: Estimatene for analyserne af Standard jord er dog noget usikker, da denne er baseret på blot en prøve (da vi p.t. ikke kender nøglen til de øvrige indsendte jordprøver).

Model for analyse af data blev efterfølgende udvidet således at der blev estimeret en residual-variens for hver enkelt laboratorium. Denne analyse viste at der var signifikant forskel på laboratoriernes residual-variens. For (varslede) ringtest havde laboratoriet med den største residual en varians som var ca. 10 gange større end for laboratoriet med den mindste residual-variens når de

afvigende observationer fra Steins i 1999 var udeladt (tabel 3). Det ses også at alle laboratorier – uden undtagelse – havde en større residual-varians for de uvarslede ringtest end for de (varslede) ringtest.

Tabel 3 Estimerede varianskomponenter for hver type af ringtest /med/uden afvigende observationer i analyse med specifik residual-varians for hvert laboratorium (A til H).

Varianskomponent	(Varslede) ringtest		Uvarslede ringtest	
	Alle data	Ekskl. Steins i 1999-1	Alle data	Ekskl. afvig. obs
Lab	0.044	0.043	0.061	0.061
Ringtest				
Ringtest×Lab	0.044	0.045	0.072	0.068
Residual				
A	0.041	0.044	0.098	0.102
B	0.032	0.033	0.090	0.075
C	0.097	0.088	0.104	0.099
D	0.104	0.110	0.137	0.162
E	0.114	0.117	0.236	0.239
F	0.019	0.011		
G	0.541	0.033	0.244	0.131
H	0.067	0.066		

Note: Analysen af standardjord er ikke inkluderet her, da der kun er en standardjord

På baggrund af modellen, hvor der benyttes en fælles residual-varians for laboratorierne, blev varianskomponenterne (i tabel 2) benyttet til at beregne usikkerheden på estimatet for en enkelt analyse samt usikkerheden ved sammenligning af resultatet fra 2 prøver. Resultatet heraf er vist i nederst linie i tabel 2 samt i tabel 4.

Tabel 4 Beregnede usikkerheder på sammenligning af Pt i to prøver (Std_b) - beregnet på baggrund af 3 forskellige sæt af data (2 forskellige modeller)

Sammenligning		(Varslede) ringtest		Uvarslede ringtest		Standard jord (Haugaard)	
Samme test	Samme lab	Alle data	Ekskl. Steins i 1999-1	Alle data	Ekskl. afvig. obs	Alle data	Ekskl. Steins i 1999-1
Ja	Ja	0.55	0.37	0.55	0.52	0.53	0.53
Ja	Nej	0.68	0.57	0.76	0.73	1.05	0.69
Nej	Ja	0.61	0.48	0.68	0.64	0.97	0.69
Nej	Nej	0.68	0.57	0.76	0.73	1.05	0.76

Appendiks 5. Analyse af Ptal fra 3 laboratorier i 2010

Kristian Kristensen

Data

Seks forskellige referencejorde, som var tørret og sigtet ($< 2\text{mm}$) blev anvendt. Neddelingen af referencejordene før udsendelse til laboratorierne foregik således: Store portioner (spandfulde) af hver jord blev blandet grundigt, hvorefter hver jordportion blev fordelt i 10 småbunker, hvor hver småbunke bestod af minimum 10 delprøver fra den store bunke. Hver af de 10 småbunker blev grundigt blandet. Små plastdåser til fremsendelse til laboratorierne blev herefter fyldt med 10 gram jord fra hver småbunke (i alt 100 g). Dåserne blev lukket og mærket med stregkodelabels.

Tre laboratorier fik fremsendt to (et laboratorium, LAB B) eller fire (to laboratorier LAB A og C) dåser af hver af de 6 referencejorde per fremsendelse. Der var 3 fremsendelser til 1 laboratorium og 4 fremsendelser til de to andre laboratorier. Hvert laboratorium skulle yderligere neddele hver prøve i 2 selvstændige delprøver før analyse. Et laboratorium foretog yderligere en dobbeltafvejning af hver selvstændig delprøve (Lab B). Jordene blev analyseret for det danske Ptal.

Følgende resultat blev udeladt af de statistiske analyser på grund af et meget ekstremt resultat: Jord nr. 12 i Serie 2 fra Delprøve 8, DelDelprøve a på LAB C blev udeladt da den registrerede Ptal var 2.0, mens den i DelDelprøve b var registreret med et Ptal på 8.2 (gennemsnittet af alle øvrige Ptal for jord 12 var 8.98).

Desuden var der to resultater for hver af prøverne: Jord nr. 5, i serie 2 fra Delprøve 7, DelDelprøve b på både LAB A og LAB C. De registrerede Ptal var: LAB A: 6.5 og 6.3; LAB C: 6.1 og 5.5. Den sidste DelDelprøve b for hvert laboratorium er rettet så den nu kommer fra DelDelprøve a i Delprøve 8 (det ændrede ikke resultaterne væsentligt).

Følgende 2 observationer havde relativ store residualer (alle fra LAB C). Det drejer sig om jord nr 12, serie 1, prøve 4b, jord nr 14, serie 2, prøve 5b og jord nr 14, serie 2 prøve 6a, der havde residualer på hhv. 2.2, -2.2 og -1.6.

I det følgende er det antaget at alle plastdåser, som fremsendes til laboratorier er lavet på samme tid og at det efterfølgende er tilfældigt hvornår hver enkelt dåse fremsendes og til hvilket laboratorium det fremsendes.

Resultater

En analyse af data fra LAB B, hvor alle effekter blev betragtet som systematiske viste at alle systematiske effekter var signifikante når variationen mellem dobbeltbestemmelser benyttedes som mål for den tilfældige variation (kolonnen P i tabel 1), d.v.s. variationen mellem Delprøver var større end mellem dobbeltbestemmelser. En analyse, hvor alle effekter undtagen Nr, blev betragtet som tilfældige

viste at der var en stor variation mellem serier, men også at variationen for forskellene mellem jorde varierede meget fra serie til serie. De øvrige 3 varianskomponenter var lidt mindre.

Tabel 1 DF og P-værdier for analyse af Ptal fra LAB B med antagelse om at alle effekter undtagen variationen mellem dobbeltbestemmelser samt varianskomponenter med antagelse om at alle effekter undtagen Nr er tilfældige.

Effekt	DF	P	Varians komponent
Nr: Standard-jord	5	<.0001	
Serie	2	<.0001	0.01087
Nr*Serie	10	<.0001	0.00866
DelP(Nr*Serie)	18	<.0001	0.00368
DelDel(Nr*Serie*DelP)	36	0.0012	0.00495
Residual	72		0.00752

Før alle laboratorier blev analyseret samlet blev der taget gennemsnit af de to dobbeltbestemmelser ved LAB B.

Igen blev der lavet to analyser – en hvor alle effekter undtagen variationen mellem DelDelprøver blev betragtet som systematiske og en hvor alle effekter undtagen effekten af Nr blev betragtet som tilfældige. Det er altså antaget at de andre 2 laboratorier også har lavet dobbeltbestemmelser og derefter rapporteret gennemsnittet.

Resultaterne er vist i tabel 2. Det fremgår heraf at variationen mellem Delprøver ikke var signifikant når variationen mellem DelDelprøver benyttes som mål for den tilfældige variation (kolonnen P i tabel 2), d.v.s. variationen mellem Delprøver var ikke signifikant større end mellem DelDelprøver.

Den største varianskomponent fandtes for variationen mellem laboratorier. Desuden viste resultaterne at der var stor forskel på variationen mellem DelDelprøver ved de 3 laboratorier. Variationen mellem DelDelprøve var størst for LAB C og mindst for LAB B (Variationen mellem DelDelprøve var ca. 20 gang større ved LAB C end ved LAB B – svarende til at spredningen ved LAB C var ca. 4.5 gange større end ved LAB B).

Da varianskomponenten for Delprøve ikke var signifikant blev der også lavet en analyse uden denne komponent (varianskomponenter i sidste kolonne i tabel 2). Udelades denne blev usikkerheden mellem laboratorier en anelse mindre.

Tabel 2 Varianskomponenter ved analyse af data fra alle 3 laboratorier (gennemsnit af dobbeltbestemmelser ved LAB B er benyttet)

Effekt	DF	P	Varians komponent	Varians komponent
Nr: Standard-jord	6	<.0001		
Laboratorium	2	<.0001	0.1683	0.1682
Serie	3	<.0001	0.0000	0.0000
Serie*Laboratorium	5	0.0052	0.0811	0.0811
Nr*Laboratorium	9	<.0001	0.0428	0.0428

Nr*Serie	17	0.0001	0.0000	0.0000
Nr*Serie*Laboratorium	23	<.0001	0.0228	0.0231
DelP(Nr*Laboratorium*Serie)	162	0.2330	0.0022	
LAB A	95/167		0.0376	0.0302
LAB B	36/54		0.0092	0.0110
LAB C	94/166		0.1842	0.1854

Gennemsnitstal for kombinationer af jorde, laboratorier og serier er vist i tabel 3. Det fremgår heraf at LAB A havde den største gennemsnitsværdi for samtlige jorde, mens LAB C i de fleste tilfælde havde den mindste gennemsnitsværdi. Gennemsnittet for LAB C var ca. 0.9 enheder mindre end gennemsnittet for LAB A. Forskellen mellem gennemsnit af Delprøver for disse to laboratorier svingende mellem 0.3 og 1.3 enheder.

I gennemsnit var Ptal mindst ved serie 2 og 4.

Den største forskel mellem gennemsnitstal for kombinationer af laboratorier og serier fandtes for jord 12, hvor forskellen mellem LAB A og LAB C ved serie 4 var 2.8 enheder.

Tabel 3 Gennemsnitlige værdier for hver jord for 1) kombinationer af laboratorium og serie, 2) for hvert laboratorium og 3) for hver serie

	1)												2)			3)			
	LAB A				LAB B			LAB C				A	B	C		alle			
Ser	1	2	3	4	1	2	3	1	2	3	4	all	all	all		1	2	3	4
1	.	.	.	.	3.4	3.6	3.7	.	.	.	.	.	3.5	.		3.4	3.6	3.7	.
3	3.1	3.5	3.7	3.9	3.1	3.3	3.2	3.7	3.2	3.2	2.9	3.5	3.2	3.2		3.3	3.3	3.4	3.4
5	6.1	6.5	6.5	7.0	5.9	6.3	6.3	5.9	5.5	5.4	4.9	6.5	6.1	5.4		6.0	6.1	6.0	6.0
7	2.6	2.9	2.9	3.2	2.0	2.2	2.2	2.4	2.2	2.2	2.0	2.9	2.1	2.2		2.4	2.4	2.4	2.6
12	9.4	9.4	9.6	10.4	9.0	9.0	9.4	9.4	8.6	8.2	7.6	9.7	9.1	8.4		9.3	9.0	9.1	9.0
14	7.0	7.0	6.9	7.0	6.2	6.1	6.3	6.6	5.5	6.1	5.1	7.0	6.2	5.8		6.6	6.2	6.4	6.1
27	3.1	3.2	3.3	3.5	.	.	.	3.0	2.5	2.6	2.3	3.3	.	2.6		3.1	2.9	2.9	2.9
all	5.2	5.4	5.5	5.8	4.9	5.1	5.2	5.1	4.5	4.6	4.1	5.5	5.1	4.6		5.1	5.0	5.1	5.0

Den største forskel mellem 2 analyser for samme jordprøve fandtes for jord nr. 12, hvor den største og mindste værdi var hhv. 7.1 og 11.4 (tabel 4), når der ses bort fra værdien på 2.0 for jord 12 ved LAB C. Den mindste variation blev fundet for jord nr. 1, men denne jord er også kun udsendt tre gange.

Tabel 4 Variation i resultater for samme jordprøver

Nr	Min	Gennemsnit	Max	Max-Min
1	3.4	3.5	3.9	0.6
3	2.7	3.3	4.3	1.6
5	4.4	6.0	7.3	2.9
7	1.7	2.4	3.3	1.6

12	7.1	9.1	11.4	4.3
14	3.5	6.3	7.7	4.2
27	2.2	2.9	3.8	1.6

På baggrund af varianskomponenterne i tabel 2 (sidste kolonne) er usikkerheden ved sammenligning af Pt i to prøver beregnet for 3 forskellige analyseusikkerheder i laboratoriet samt afhængig af om prøverne analyseres på samme laboratorium og/eller i samme serie. Resultatet er vist i tabel 5. Det ses heraf at usikkerheden på sammenligning af resultatet fra to forskellige prøver afhænger meget af analyseusikkerheden, af om der er benyttet forskellige laboratorier og/eller serier. Usikkerheden er mindst når begge prøver indsendes til samme laboratorium og her analyseres i samme serie på et laboratorium med en lav analyseusikkerhed (på 0.011). I så fald bliver spredningen på differencen ca. 0.15 Pt (en 95% LSD-værdi vil være ca. 2 gange større end spredningen på differencen, d.v.s. her ca. 0.30 Pt). Vælges i stedet et laboratorium med en stor analyseusikkerhed – på 0.185 bliver spredningen på differencen ca. 0.61 Pt. Hvis prøverne analyseres i forskellige serier på et laboratorium med en analyseusikkerhed på 0.185 bliver spredningen på differencen ca. 0.76 Pt. Størst bliver spredningen på differencen hvis de to prøver analyseres på forskellige laboratorier: vælges et laboratorium med en analyseusikkerhed på 0.185 bliver spredningen på differencen da ca. 1.00 Pt.

Sammenlignes disse resultater med resultaterne fra tidligere ringtest finder man at spredningen på differencen varierer mere her end i de tidligere ringtest. Det skyldes bl.a. at der ved beregning i de tidligere ringtest ikke var så stor forskel på laboratoriernes usikkerhed, hvorfor spredningen på differencen i de tidligere ringtest er baseret på en gennemsnitlig analyseusikkerhed for alle laboratorier, samt at forskellene mellem laboratorier er større i de nye data end i tidligere ringtest (hvilket måske skyldes at et afvigende laboratorium slår kraftigere ud, når der er få laboratorier end når der er mange laboratorier).

Tabel 5 Beregnede spredninger for sammenligning af Pt i to prøver (Std_D) - beregnet på baggrund af 3 forskellige analyseusikkerheder (tallene i modellen uden selvstændig varianskomponent for delprøver)

Sammenligning		Analyseusikkerhed		
Samme serie	Samme lab	0.011	0.030	0.185
Ja	Ja	0.15	0.24	0.61
Ja	Nej	0.81	0.83	1.00
Nej	Ja	0.48	0.52	0.76
Nej	Nej	0.81	0.83	1.00

Appendiks 6. Usikkerheder ved beregning af Ptal

Kristian Kristensen
Afdeling for Genetik og Bioteknologi
Århus Universitet

Data og Metode

Datamaterialet omfatter Ptalanalyser af 2 standardjorde (referencejorde) kaldet DS1 og Liselund ved de to enheder ved det forhenværende Danmarks Jordbrugsforskning her kaldet Centrallaboratoriet (CLab) og Institut for Jordbrugsproduktion og Miljø (JPM).

Ved CLab blev disse to prøver analyseret 205 gange i perioden 1999-2003 (heraf dog kun 2 gange i 2003) – de fleste gange på forskellige datoer og med forskellige standardkurver. Ved JPM blev prøverne analyseret 77 gange i perioden 2004-2008 – de fleste gange på forskellige datoer og med forskellige standardkurver. Ved CLab svingede temperaturen mellem 15.0 og 25.0 °C, mens den ved JPM svingede mellem 20.0 og 23.0 °C. Ved begge laboratorier var der enkelte dage, hvor temperaturen ikke var angivet. Ved begge laboratorier var der oftest benyttet en ny standard, men i 32 og 40 tilfælde var den samme standard genbrugt ved flere analyser ved hhv. CLab og JPM.

Indledende figurer viste at Pt synes at stige med stigende temperaturer for analyser ved CLab, mens der ikke syntes at være en sådan tendens ved JPM. Desuden syntes Pt at falde med tiden for CLab, men der ikke syntes at være en sådan tendens ved JPM (se figur 1).

Data blev først analyseret i en mixed model, hvor effekten af jordtype (DS1 eller Liselund) samt effekter af temperatur indf. Laboratorium og dato indf. Laboratorium var inkluderet som systematiske effekter, mens laboratorium og standardkurve samt residual blev medtaget som tilfældige effekter, dog således at variansen for laboratorium og standardprøve afhang af laboratoriet. Til sammenligning blev data også analyseret i en model, hvor de systematiske effekter af temperatur og data blev udeladt samt en model hvor den tilfældige effekt af standardkurve blev erstattet af observationspar.

Desuden blev differencen mellem de 2 jordprøver analyseret i en mixed model med laboratorier som tilfældig effekt. Denne simple model blev derefter udvidet af to omgange:

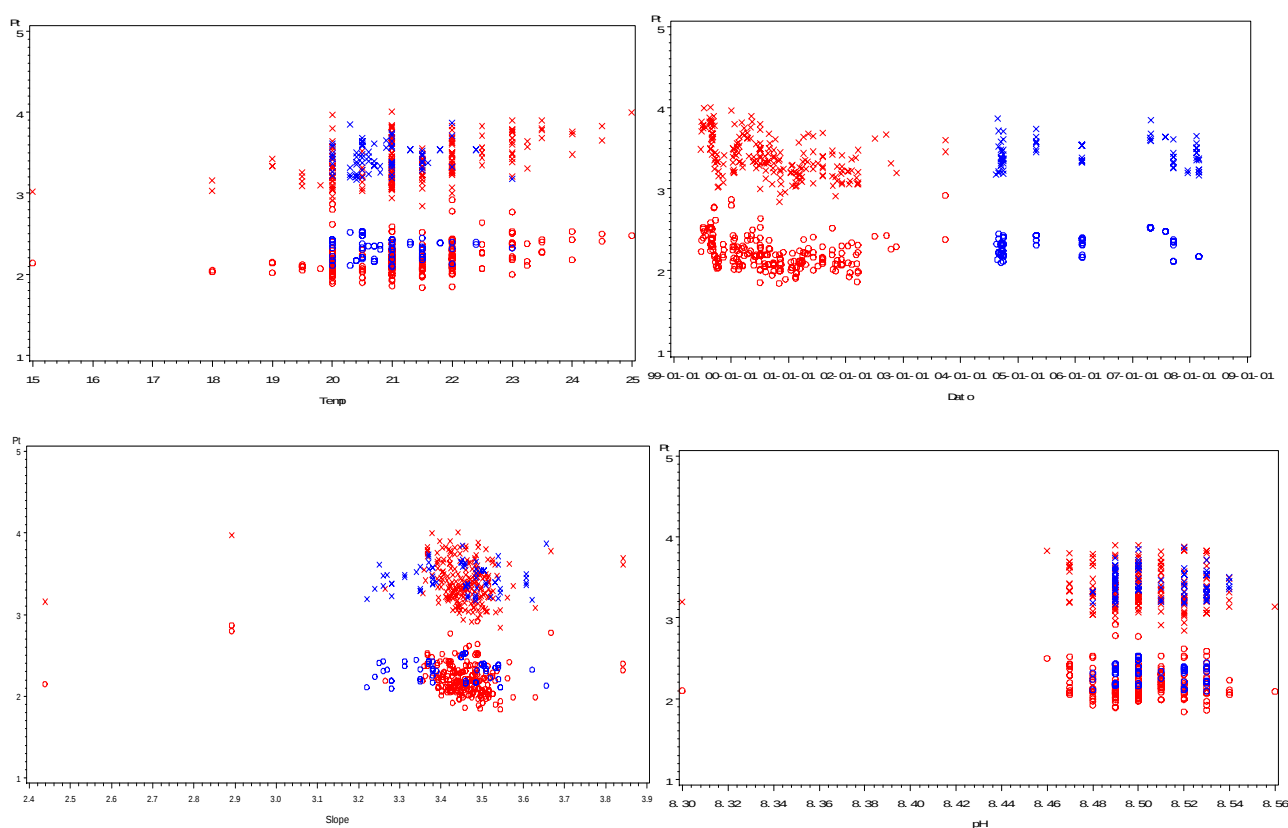
- I den første udvidede model blev det testet om modellen kunne forbedres ved at tillade forskellige residualvarians for de to laboratorier
- I den anden blev det undersøgt om differencen mellem de 2 jorde afhang af dato/standardkurve eller kørsel.

Før analyserne blev udført blev observationen på $P_t=4.44$ for standardprøven DS1 analyseret ved Centrallaboratoriet den 3/1 2000 udeladt, da den syntes at være urimelig høj. Desuden blev 2 afvigende observationer, som var tastefejl, rettet.

Resultater

Analyse af 2 standardjorde ved Centrallaboratoriet og Institut for Jordbrugsproduktion og Miljø.

Som nævnt tidligere synes der at være en sammenhæng mellem målt Pt og temperatur samt data for analyserne på CLab (2 øverste plots i figur 1). Af figuren fremgår også at variationen i temperatur var meget større på CLab end på JPM (øverst til venstre i figur 1). For hældningen i standardkurve og pH, synes der ikke at være en sådan sammenhæng (2 nederste plots i figur 1). Tilsvarende var der ved CLab en meget ekstrem lav pH, men også her uden at den registrerede Pt var ekstrem (nederst til højre i figur 1).



Figur 1 Plot af Pt mode temperatur (ØV), dato(ØH), hældning i standard kurve (NV) og Ph (NH). Rød: CLab, Blå: JPM, Krydser: DS1, Cirkler: Liselund.

Analyserne viste at effekten af temperatur og dato var signifikant forskellig fra nul for analyserne på CLab, mens der ikke var signifikante effekter heraf for analyserne på JPM (tabel 1). Ved CLab faldt Pt med 0.077 enheder for hvert år, der gik, mens faldet ved JPM kun var 0.009 enheder for hver år, men dette fald var dog ikke signifikant forskellig fra 0. Ved CLab steg Pt med 0.074 enheder når temperaturen steg med 1 °C, mens Pt stigningen ved JPM kun var 0.0009 enheder når temperaturen steg med 1 °C, men denne stigning var ikke signifikant forskellig fra 0.

Tabel 1 Estimer i 3 modeller for Pt ved gentagne analyser af 2 standardjorde ved hhv. CLab og JPM

	Model 1		Model 2	
Parameter	Residual		Standardkurve	
Fixed eff.	Estimate	S.E.	Estimate	S.E.
DS1	3.381 ^a	0.709	3.417 ^a	0.044
Liselund	2.205 ^b	0.709	2.239 ^b	0.044
Dato (CLab)	-0.00021 ^{***}	0.000037		
Dato (JPM)	-0.00002 ^{ns}	0.000039		
Temp (CLab)	0.07385 ^{***}	0.009121		
Temp (JPM)	0.00091 ^{ns}	0.025100		
Varianscomp.				
Lab	1.00450		0.00342	
Stdk (CLab)	0.01837		0.03145 ^a	
Stdk (JPM)	0.01295		0.01222 ^b	
Res (Begge)	0.01441		0.01423	
Fit statist.				
- 2 log L	-469.6		-410.1	
AIC	-451.6		-398.1	

Varianskomponenterne for laboratorium er meget usikkert bestemt, data der kun var 1 frihedsgrad til bestemmelse af denne. Den store variation af laboratorium antages derfor (delvis) at skyldes denne store usikkerhed. I model 1 var varianskomponenten for Lab ikke signifikant forskellig fra 0. Varianskomponenten for standard kurve ved CLab reduceredes meget, når dato og temperatur inddrogtes i modellen og her var varianskomponenterne for standard kurve ikke signifikant forskellige ved de 2 laboratorier. Når denne korrektion ikke brugtes var varianskomponenten for standard kurve mere end dobbelt så stor ved CLab end ved JPM. Varianskomponenten for standard kurve var af samme størrelsesorden (eller større) end residualvariansen (variansen mellem gentagne analyser med brug af samme standardkurve).

Det blev herefter undersøgt om differencen og/eller logaritmen til kvotienten mellem de to standardprøver var afhængig af temperatur og/eller dato samt om der for denne differens var signifikant forskel på varianskomponenterne for standardkurve og analysefejl. Analyserne viste at differencen mellem de 2 prøver afhang signifikant af både temperatur og dato samt at varianskomponenten for standard kurve (og analysefejl) afhang af laboratoriet. Logaritmen til kvotienten var signifikant afhængig af datoen og ændrede sig med 0.0081 enhed pr år, hvilket svarer til ca. 1% af kvotienten pr år. Selv om ændringen var signifikant var den dog ikke voldsom stor. Logaritmen til kvotienten var ikke signifikant afhængig af temperaturen – lige som varianskomponenterne for laboratorium og standard prøve ikke var signifikant forskellige fra 0. Residualvariansen var ikke signifikant forskellige for de 2 laboratorier.

Det blev derfor undersøgt, hvor meget sikkerheden på den en standard prøve kunne forbedres ved at korrigere med værdien for den anden standard prøve. Resultaterne er vist i tabel 2. Det fremgår heraf at spredningen på den enkelte analyse faldt når der blev korrigeret for den anden standard prøve. Således reduceredes standard afvigelsen fra 0.246 til 0.193 (d.v.s. 22%) ved analyse på CLab, når prøven DS1 blev korrigeret til gennemsnittet på 2.24 for Liselund prøven. Tilsvarende blev standard afvigelsen på Liselund prøven reduceret fra 0.197 til 0.130 (d.v.s. ca. 34%) når denne blev korrigeret til gennemsnittet på 3.42 for DS1 prøven. Af tabellen fremgår det at det især er varianskomponenten for standard kurven der reduceres når der korrigeres for den anden prøve.

Denne korrigeres så meget at residual variansen nu bliver den dominerende komponent. Man må derfor forvente at usikkerheden på en indsendt prøve ville blive endnu sikrere bestemt, hvis begge standard prøver indgik i korrektionen.

Tabel 2 Estimerede varianskomponenter (øverst) og standard afvigelser for 2 standardjorde hhv. ± korrigeret for den anden standardjord

Varianskomponent	DS1		Liselund	
	Ukorrigeret	Korrigeret	Ukorrigeret	Korrigeret
Lab	0.00045	0.00347	0.00334	0.00144
Standardkurve CLab	0.04009	0.00725	0.02026	0.00339
Standardkurve JPM	0.01518	0	0.00703	0
Residual	0.01678	0.02409	0.01344	0.01027
<i>Inkl. variation mellem laboratorier</i>				
Std.afvigelse CLab	0.239	0.187	0.192	0.123
Std.afvigelse JPM	0.180	0.166	0.154	0.108
<i>Ekskl. variation mellem laboratorier</i>				
Std.afvigelse CLab	0.238	0.177	0.184	0.117
Std.afvigelse JPM	0.179	0.155	0.143	0.101

Et approksimativt udtryk for usikkerheden, hvis, 1, 2, 3, 4 eller ∞ standardprøver blev benyttet ved korrektioner. Ved beregningerne blev gennemsnit af varianskomponenter for de to standard prøver benyttet her under antagelse af at bidraget fra varianskomponenten for standardkurve er uafhængig af hvor mange standardprøver, der blev benyttet, mens bidraget fra varianskomponenten for residualen kan skrives som $(0.5+1/s)V_R$, hvor s er antal standardprøver og V_R er residual variansen. Resultaterne er vist i tabel 3.

Tabel 3 Approksimative standard afvigelser for analyseresultater efter korrektion i forhold til antal standardprøver benyttet i korrektionen (beregningerne er ekskl. variation mellem laboratorier)

Laboratorium	Antal standardprøver					
	0	1	2	3	4	∞
CLab	0.212	0.150	0.135	0.130	0.127	0.118
JPM	0.162	0.131	0.114	0.107	0.104	0.093

Forfatterliste

Aarhus Universitet
Institut for Agroøkologi
Postboks 50
8830 Tjele

Gitte H. Rubæk, gitte.rubaek@agrsci.dk

Erik Steen Kristensen,
eriksteen.kristensen@agrsci.dk

Goswin Heckrath, goswin.heckrath@agrsci.dk

Mogens H. Greve, mogensh.greve@agrsci.dk

Peter Sørensen, peter.sorensen@agrsci.dk

Finn P. Vinther, finn.vinther@agrsci.dk

Bjørn Molt Petersen,
bjornm.petersen@agrsci.dk

Christen Duus Børgesen,
christen.borgesen@agrsci.dk

Maria Knadel, maria.knadel@agrsci.dk

Charlotte Kjærgaard, c.kjaergaard@agrsci.dk

Aarhus Universitet
Institut for BioScience
Vejløvej 25
8600 Silkeborg

Gitte Blicher Mathiesen, gbm@dmu.dk

Aarhus Universitet
Institut for Geoscience
Høegh-Guldbergs Gade 2
bygning 1671, lokale 213
8000, Aarhus C

Kristian Dalsgaard,
kristian.dalsgaard@geo.au.dk

Søren M. Kristiansen, smk@geo.au.dk

Charlotte Rasmussen,
charlotte.rasmussen@geo.au.dk

Aarhus Universitet
Institut for Molekylærbiologi og Genetik
Postboks 50
8830 Tjele

Kristian Kristensen,
kristian.kristensen@agrsci.dk

KU-LIFE
Institut for Grundvidenskab og Miljø
Thorvaldsensvej 40
1871 Frederiksberg C

Ole K. Borggaard, okb@life.ku.dk

Videncentret for Landbrug
Agro Food Park 15
8200 Aarhus N

Hans Østergaard, hso@vfl.dk

Leif Knudsen, lek@vfl.dk

De Nationale Geologiske Undersøgelser
for Danmark og Grønland (GEUS)
Ø. Voldgade 10
1350 København K

Kim H. Esbensen, ke@geus.dk

Vibeke Ernstsén, ve@geus.dk

DCA - Nationalt Center for Fødevarer og Jordbrug er den faglige indgang til jordbrugs- og fødevareforskningen ved Aarhus Universitet (AU). Centrets hovedopgaver er videnudveksling, rådgivning og interaktion med myndigheder, organisationer og erhvervsvirksomheder.

Centret koordinerer videnudveksling og rådgivning ved de institutter, som har fødevarer og jordbrug, som hovedområde eller et meget betydende delområde:

Institut for Husdyrvidenskab
Institut for Fødevarer
Institut for Agroøkologi
Institut for Ingeniørvidenskab
Institut for Molekylærbiologi og Genetik

Herudover har DCA mulighed for at inddrage andre enheder ved AU, som har forskning af relevans for fagområdet.

RESUME

Jordanalyser er et vigtigt beslutningsgrundlag for landbrugets planteproduktion. Traditionelle jordbundskort baseres ligeledes på jordanalyser, ligesom jordbundsanalyser indgår i beslutningsgrundlaget i forbindelse med miljøregulering af landbrugsproduktionen.

Det er derfor vigtigt, at de jordanalysemetoder, der anvendes er "up to date" og egnede til de specifikke formål der adresseres med analyserne. Ligeledes er det væsentligt, at analyseresultaterne er nøjagtige og at de ressourcer, der anvendes til jordanalyserne, står mål det udbytte, der fås ved at inddrage dem i beslutningsgrundlaget for produktion og miljøregulering i Danmark.

Der har i de senere år både været problemer med kvaliteten af jordanalyserne og der har været rejst tvivl om visse af de anbefalede metoders egnethed. Formålet med denne vidensyntese har derfor været, at skabe overblik over anvendelse, egnethed og nøjagtighed af jordanalyser for mineralsk kvælstof, tilgængeligt fosfor og tekstur i Danmark.

Vidensyntesen er et resultat af jordanalyseudvalgets arbejde. Dette udvalg blev nedsat i 2010 på foranledning af Plantedirektoratet og Miljøstyrelsen.