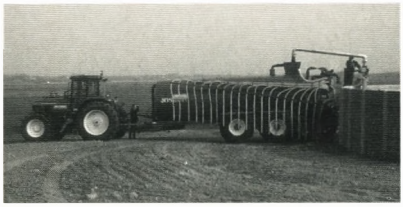
August 1998

DJF rapport

Nr. 6 • Markbrug



Jens Petersen

Prøvetagning og analyse af husdyrgødning

Sampling and analysis of animal manure

Ministeriet for Fødevarer, Landbrug og Fiskeri

Danmarks JordbrugsForskning

Prøvetagning og analyse af husdyrgødning

Sampling and analysis of animal manure

Jens Petersen
Afdeling for Plantevækst og Jord
Forskningscenter Foulum
Postboks 50
DK-8830 Tjele

DJF rapport Markbrug nr. 6 • august 1998 • 1. årgang

Udgivelse:	Danmarks JordbrugsForskning Forskningscenter Foulum Postboks 50 8830 Tjele	Tlf. 89 99 19 00 Fax 89 99 19 19
Løssalg:	t.o.m. 50 sider t.o.m. 100 sider over 100 sider	50,- kr. 75,- kr. 100,- kr.
Abonnement:	Afhænger af antallet af tilsendte rapporter, men svarer til 75% af løssalgsprisen.	
Forsidefoto:	Jens Petersen	

Forord

Arbejdsgruppen vedrørende prøvetagning i husdyrgødning blev igangsat med Fødevareministeriets skrivelse af 9. maj 1997 til Danmarks JordbrugsForskning. Arbejdsgruppen fik til opgave at: '*beskrive de forskellige analysemuligheder, herunder vurdere usikkerheden, i de enkelte håndteringsled såsom:*
- prøveudtagning
- opbevaring af den udtagne prøve
- risiko for tab af ammoniak fra prøveudtagningstidspunkt til analysetidspunkt
- analysering.
Arbejdsgruppen beskriver og vurderer på baggrund af nuværende tilgængelig litteratur og andet materiale ovennævte forhold for følgende gødningstyper: ajle, gylle, fast staldgødning, dybstrøelsesgødning og andre organiske gødninger som spildevandsslam mm.'.

Arbejdsgruppen fik følgende sammensætning:
Forskningschef Jesper Waagepetersen, Danmarks JordbrugsForskning, Afd. for Plantevækst og Jord (formand),
Dyrlæge Linda Bagge, Miljø- og Energiministeriet, Miljøstyrelsens Kemikaliekontor,
Afdelingsleder Magnus Brink, Plantedirektoratet, Sektor for foder- og gødningsstoffer,
Områdechef Lars Buch, Steins Laboratorium A/S,
Souschef Birgit Hansen, Danmarks JordbrugsForskning, Centrallaboratoriet,
Landskonsulent Leif Knudsen, Landbrugets Rådgivningscenter, Landskontoret for Planteavl,
Konsulent Poul Pedersen, Landsudvalget for svin, Afd. for Stalde- og Produktionssystemer,
Videnskabelig medarbejder Jens Petersen, Danmarks JordbrugsForskning, Afd. for Plantevækst og Jord,
Agronom Hans-Jørgen Risager, Pelsdyrerhvervets Forsøgs- og Rådgivningsvirksomhed,
Videnskabelig assistent Kristina Rørbo, Plantedirektoratet, Sektor for miljø og produktionsregulering (indtil 1. marts 1998),
Seniorforsker Sven G. Sommer, Danmarks JordbrugsForskning, Afd. for Jordbrugsteknik, og
Laboratoriechef Niels Kr. Sørensen, Danmarks JordbrugsForskning, Centrallaboratoriet.

Desuden er forsker Ruth Grant, Danmarks Miljøundersøgelser, Afd. for Vandløbsøkologi, løbende blevet orienteret om arbejdsgruppens aktiviteter.

Rapporten er udarbejdet af Jens Petersen, med bidrag fra Niels Kr. Sørensen vedrørende beskrivelse af analysemetoder.

Kristian Kristensen og Arne Kyllingsbæk, Afd. for Jordbrugssystemer, Danmarks JordbrugsForskning, Torkild S. Birkmose, Landskontoret for Planteavl, Landbrugets Rådgivningscenter, samt Margit Schacht, Afd. for Plantevækst og Jord, Danmarks JordbrugsForskning, takkes for kritisk gennemlæsning og konstruktive kommentarer.

Arbejdsgruppen har afholdt et indledende møde den 24. september 1997, samt et møde den 20. februar 1998, hvor et udkast til rapport blev diskuteret. Den endelige rapport er herefter udarbejdet med efterfølgende skriftlig høring i arbejdsgruppen.

Indholdsfortegnelse

Sammendrag 5

Summary 7

1. Baggrund 9

2. Indledning 10
2.1 Mængder af husdyrgødning ab lager 10
2.2 Håndtering af husdyrgødning i praksis 11
2.3 Prøvetagningens formål 12
2.4 Datagrundlag (materialer og metoder) 12

3. Gylle og ajle 14
3.1 Generel beskrivelse af procedurer for prøvetagning af en repræsentativ prøve 15
3.2 Metoder for prøvetagning fra gyllevogne 16
3.3 Metoder for prøvetagning fra lagerbeholdere 18
3.4 Sammenstilling af case stories A-G 21

4. Fast staldgødning og dybstrøelse samt urbant affald 26
4.1 Fast staldgødning 26
4.2 Dybstrøelse i stalde 27
4.3 Urbant affald: Slam og komposteret husholdningsaffald 28

5. Prøvefremstilling, opbevaring, prøveforberedelse og analyse 29
5.1 Fremstilling af slutprøve 29
5.2 Opbevaring indtil analyse 29
5.3 Forberedelse til analyse (findeling, homogenisering) 30
5.4 Analysen 30
5.4.1 Total-N 31
5.4.2 Ammonium-N 31
5.4.3 Tørstof, fosfor og kalium 32
5.5 Laboratorievariation 32

6. Diskussion og konklusion **34**

7. Appendiks 39
Appendiks A. Kommissorium 39
Appendiks B. Case-stories 39
Case A - Resultater fra kommercielle laboratorier 40
Case B - DMU's Landovervågningsoplande 41
Case C - Landskontorets Demonstrationsejendomme 41
Case D - Silstrup Forssøgsstation 42
Case E - Systemforskningsarealerne på Foulumgård 44
Case F - Askov Forsøgsstation 45
Case G - Ringanalyser 47
Case H - Fast staldgødning 47
Case I - Dybstrøelse 48
Case J - Produktionskontrol af slam 49
Case K - Prøvetagningsvariation i slam, kompost og fast staldgødning 49
Case L - Løbende produktion på laboratorier 50
Appendiks C. Regler for prøvetagningen af handelsgødning og slam 51
Handelsgødning 51
Slam 52

8. Referencer 53
8.1 Skriftlige referencer 53
8.2 Personlig kommunikation 55

Sammendrag

Denne rapport er udarbejdet på grundlag af kommissorium fra Ministeriet for Fødevarer, Landbrug og Fiskeri. Kommisoriet begrænser sig til de agrikulturkemiske problemer i forbindelse med udtagning, opbevaring og analyse af organiske gødninger med henblik på bestemmelse af næringsstofindholdet.

Med udgangspunkt i prøvetagningens formål (planlægning, konkret beslutningstagning og intern produktionskontrol i forbindelse med anvendelse af næringsstofferne i planteproduktionen) foretages en gennemgang af mulighederne for prøvetagning i husdyrgødning og andre organiske gødninger. Fremstillingen baserer sig på eksisterende datasæt, der er frembragt med andet formål, og derfor kan de enkelte datasæt ikke belyse prøvetagningens kerne. Ved en sammenstilling har det imidlertid været muligt at foretage en partiel afdækning af problemstillingen.

For gylle er materialet sammenstillet med henblik på opdeling af variationen i varianskomponenter. Da inddelingskriterierne ikke er defineret på samme måde i de enkelte datasæt, er der i høj grad tale om fortolkning af de inkluderede effekter med henblik på klarlæggelse af variationsårsagerne.

Det kan fastslås, at langt den største variation findes mellem bedrifter. Dette understreger, at kvaliteten af husdyrgødningen i næringsstofmæssig sammenhæng knytter sig til produktionsforholdene på den enkelte bedrift.

Årsvariationen er for de fleste parametre større end selve prøvetagningsvariationen, men selvom forskellen ikke er signifikant, vil dette samt ændringer i besætningssammensætning og fodringspraksis (normer) give anledning til løbende ændring i husdyrgødningens næringsstofindhold, og dermed nødvendiggøre en tidsmæssig partiafgrænsning.

For flydende husdyrgødning, primært gylle, behandles mulighederne for prøvetagning dels i gødningslagre med henblik på planlægning af gødningsudbringning, og dels i forbindelse med udbringning med henblik på intern produktionskontrol. Ved prøvetagning i gødningslagre bør der ved omrøring foretages en egalisering forud for prøvetagning.

- Punktprøvetagning er en udbredt metode, men ved utilstrækkelig egalisering og få enkeltprøver giver metoden ikke nødvendigvis en repræsentativ prøve.
- Ved anvendelse af søjleprøvetager i lagerets fulde dybde har prøven sin oprindelse i flere strata af gødningslageret. Herved vil prøvetagning i mindre grad være afhængig af fuldstændig egalisering.

For vandopløselige næringsstoffer (ammoniumkvælstof og kalium) kan prøvetagning ske ved punktprøvetagning, men for tørstofrelaterede næringsstoffer (total-kvælstof og fosfor), vil anvendelse af søjleprøvetager med overvejende sandsynlighed forbedre prøvetagningssikkerheden. For total-kvælstof vil det dog afhænge af forholdet mellem ammonium-kvælstof og organisk kvælstof.

Pga. gyllebeholdernes fysiske størrelse og indretning begrænses antallet af prøvetagningssteder væsentligt, og prøvetagning i alle dele af lageret kan ikke foretages med eksisterende udstyr. Dette er bl.a. medvirkende til, at antallet af delprøver ofte er lavt og ikke sjældent

udtages kun en prøve. For de vandopløselige næringsstoffer kan antallet af delprøver være lavere end for de næringsstoffer, der er knyttet til tørstof.

Ved prøvetagning under udbringning af gylle kan der anvendes sekventiel prøvetagning, som er oplagt at udføre med automatisk udstyr, men der kan imidlertid ikke anvises egnede metoder. I praksis anvendes en langt simplere og manuel metode, men der findes ingen beskrivelser af metodens sikkerhed.

Ved prøvetagning af gylle både fra gødningslagre og under udbringning vil gødningsmængden i enkeltprøverne give en samleprøvemængde, der er større end den nødvendige slutprøvemængde. Der er ikke fundet materiale, der kan belyse variationsbidraget fra denne prøveneddeling.

For fast staldgødning kan der ikke anvises metoder for prøvetagning i gødningslagre. Sekventiel prøvetagning kan anvendes i forbindelse med udkørsel og antallet af enkeltprøver bør være stort. Der opstår således behov for neddeling af samleprøven, men også her mangler der materiale om variationen ved forskellige neddelingsprocedurer. 'Lagkage'-proceduren synes imidlertid at være anvendelig i praksis.

Prøvetagning i andre organiske gødninger (urbane affaldsprodukter) skal ske forud for udbringning af hensyn til kontrol for miljøfremmede stoffer jvnf. den lovbestemte regulering på området. Samtidig analyseres for indhold af kvælstof og fosfor. Herved bliver prøvetagning under udbringning uaktuel.

Selve analysen bidrager minimalt til variationen, men neddelingsproceduren under forbehandlingen af prøven på laboratoriet kan være problematisk. Især er den forudgående homogenisering af fast staldgødning vanskelig.

For de omtalte gødningstyper peges der på udtagningsprocedurer, der potentielt kan anvendes, men disse procedurer er ikke undersøgt nærmere og følgelig kan der ikke gives konkrete anvisninger vedrørende udstyr til prøvetagning og neddeling, samt antal delprøver. For gylle er det således konstateret, at det er muligt at praktisere en prøvetagning, der giver særdeles god reproducerbarhed, men det er dog ikke tilfredstillende klarlagt hvorvidt analyseresultatet påvirkes af systematiske fejl, især for parametrene total-kvælstof og fosfor. For fast staldgødning er udvikling af pålidelige udtagningsmetoder knap begyndt, mens prøvetagning i ajle er relativt uproblematisk.

Ved udarbejdelse af vejledninger for prøvetagning og prøveneddeling må der ske en afvejning af indsatsen mod formålet. Ved en passende anvendelse af redskaber og ved en praktisk tilrettelæggelse af prøvetagningen og prøveneddeling anses det for muligt, at opgaven kan forestås af ikke-laboratoriekyndigt personale.

Summary

This report has been commissioned by the Ministry of Food, Agriculture and Fisheries. It deals with the agricultural-chemical problems related to the sampling, handling and analysis of organic manures for the determination of nutrient contents.

With focus on the aim of sampling (planning, decision-making and internal production control in connection with the utilization of nutrients in plant production), the report analyses the various options of sampling of animal manure and other organic manures. The report is based on data generated for various purposes and by various projects during the last 10 years. Therefore, the individual dataset is not able to illustrate the core of the sampling problem, but a partial uncovering of the problem has been made possible by combining the 12 existing data sets.

Concerning animal slurry, data have been combined with the aim of dividing the variation into components of variance. As the criteria for division are not the same in the various data sets, the estimated variations consequently have to be interpreted separately.

The most significant variation is between farms. This underlines that the quality, in terms of nutrient content, of animal manure is related to the conditions of production at the farms.

The variation between years is for most parameters greater than the variation between samplings. Even though this difference is non-significant, combined with the changes in stock composition and feeding practice it will result in continuous changes in the nutrient content of the manure and therefore imply a temporal batch delimitation with respect to time.

Sampling of slurry (and urine) may be carried out in two ways: 1) sampling from the storage tanks for the planning of slurry application and supplemental fertilization, and 2) sampling at application for internal production control. Sampling from the storage tanks implies equalization of the storage contents.

- Point sampling is a common method, but by insufficient equalization and few subsamples it does not necessarily give a representative final sample.
- Column sampling to the full depth of the storage tank results in subsamples originating from all strata of the tank. In this way the sampling is less dependent on complete equalization.

For the water-soluble nutrients (ammonia nitrogen and potassium) it is possible to use point samling, but for nutrients related to dry matter (total nitrogen and phosphorus) the column method will in all probability reduce the sampling uncertainty. For total nitrogen the sampling improvement will depend on the ratio between ammonia and organic nitrogen.

The physical size and layout of slurry storage tanks considerably reduce the number of sampling points, and sampling from all parts of the storage is not possible with existing sampling equipment. These circumstances are the reason for the often small number of subsamples and very often only one sample is taken. The number of subsamples taken for the water-soluble nutrients may be smaller than for the dry matter related nutrients.

Sampling during the application of slurry can be done sequentially. Automatic sampling would be an obvious choice, but it is not possible to recommend any suitable method. Trail hose application is a very common application method in Denmark and in practice the sample is taken from the outermost hose during application, but the variation of this sampling method has not been examined.

The total number of slurry subsamples taken from either storage tanks or during application may result in a total sample volume which is larger than the required final sample. No references or data have been found about the variation caused by dividing the total sample into a final sample.

There are no recommended methods for sampling in storages of farmyard manure. Sequential sampling during application may be a possible method, but the number of subsamples has to be high. This results in a requirement for dividing the total sample into a final sample. There is an absence of information about the variation for different dividing procedures, but a layering principle seems to be workable in practice.

Sampling of urban waste products has to take place prior to application for legislative control of enviromental pollutants such as heavy metals. The contents of total nitrogen and phosphorus are determined at the same time which renders sampling during application superfluous and irrelevant.

The analysis itself does not contribute significantly to the variation, but the dividing procedure of the sample at the laboratory may be problematic. Especially the homogenization of farmyard manure is difficult.

For the manure types under discussion, potential sampling procedures are pointed out, but none of the procedures has been examined more closely and therefore no specific instructions can be given concerning sampling equipment, number of subsamples and dividing procedure. It may be concluded that sampling of animal slurry giving high reproduciblity is possible, but it has not been satisfactorily explained whether systematical errors have been excluded, especially for total nitrogen and phosphorus. Sampling of liquid manure (animal urine) is relatively unproblematic, but for farmyard manure the development of reliable sampling methods has scarcely started.

When preparing guidelines for sampling and division procedures, there must be a balance between labour input and objective. By using appropriate tools and by organising a practical procedure for the sampling and dividing, it is envisaged that this task may be performed by non-lab staff.

1. Baggrund

Baggrunden for kommissoriet (Appendiks A) er især overvejelser vedrørende mulighederne for at inddrage aktuelle analyser af husdyrgødning i gødningsplanlægningen, specielt med henblik på at opgøre mængden af næringsstoffer i husdyrgødningen for den enkelte ejendom. Spørgsmålet er aktualiseret af Plantedirektorates bekendtgørelse (Plantedirektoratet, 1996), hvorefter muligheden for opgørelsen af næringsstofmængden i husdyrgødning på grundlag af analyse er bortfaldet.

Udtagning af prøver med henblik på anvendelse overfor kontrolmyndighed omfatter to selvstændige problemer: Dels de tekniske (fysiske/kemiske) muligheder for prøvetagning med efterfølgende analytisk bestemmelse af næringsstofindholdet, og dels hvilken pålidelighed kontrolmyndigheder kan tillægge resultatet. Kommissoriet er imidlertid begrænset til de agrikulturkemiske problemer ved prøvetagning og analysering af husdyrgødning: Hvordan kan det lade sig gøre fagligt at udtage en repræsentativ prøve, opbevare den og foretage analyse, samt med hvilken sikkerhed.

Fra en tidligere rapport (Anonym, 1989) om dette emne er det vurderet, '*at der i praksis vil være betydelige usikkerheder forbundet med prøvetagning og analyse, især pga. problemer med prøvernes repræsentativitet såvel rumligt som over tid. Repræsentativitetsproblemerne er størst for fast gødning. Arbejdsgruppen finder således, at udtagning og analyse hvert 3. år i mange tilfælde vil frembringe et grundlag, som kan være mere vildledende end vejledende*'. Den tidligere rapport peger desuden på, '*at i takt med en øget værdisætning af husdyrgødning, vil motivationen for og det potentielle udbytte af prøvetagning og analyse i forbindelse med udkørsel øges*'.

2. Indledning

Belysning af mulighederne for prøvetagning i husdyrgødning og andre organiske gødninger indledes med en beskrivelse af de foreliggende gødningsmængder, hvorledes disse oplagres og hvilke formål, der kan ligge til grund for prøvetagning. Dernæst beskrives de anvendte materialer og metoder.

2.1 Mængder af husdyrgødning ab lager

Husdyrgødning fra kvæg og svin udgør 97% af den samlede mængde husdyrgødning, der på landsplan i 1995 udgjorde 33 mio. tons (Knudsen, 1997). På svinebedrifterne foreligger omkring 75% af husdyrgødningen som gylle, mens det på kvægbedrifterne er omkring 60% (Tabel 1). Dybstrøelsessystemer er betydeligt mere udbredte på kvægbedrifter end på svinebedrifter. Næringsstofferne kvælstof, fosfor og kalium fordeler sig tilsvarende mellem gødningsformerne, men dog ikke helt proportionalt. Den største forskydning i næringsstoffordelingen sker mellem dyrearter, idet den samlede mængde af fosfor i svinegødning er 25% højere end i kvæggødning, mens 2/3 af kaliummængden findes i kvæggødningen.

Tabel 1. Samlet gødningsmængde ab lager på landsplan 1995 [1000 ton], samt fordelingen mellem gødningsformer [%] (Knudsen, 1997). *Total quantity of cattle and pig manures ex stock in Denmark 1995 [1000 tonnes], and the distribution [%] between the manure types: FYM, urine, deep litter and slurry.*

	Gødningsmængde [1000 ton]	Fast staldgødning [%]	Ajle [%]	Dybstrøelse [%]	Gylle [%]
Kvæg	17.100	13	12	15	61
Svin	15.200	6	16	1	77
Total	32.300	10	14	8	68

Det samlede næringsstofindhold i husdyrgødning udgør en betydelig post i landbrugets næringsstofregnskab (Tabel 2). I takt med øget udnyttelse af næringsstofferne i husdyrgødningen er forbruget af handelsgødning faldet betydeligt i de seneste år (Plantedirektoratet, 1997a). En fosfor- og kaliummængde svarende til omkring 75% af den med foderet indkøbte mængde, kan findes i husdyrgødningen (bl.a. Sibbesen, 1990). Da der indkøbes dobbelt så meget fosfor og kalium med foderet, som der indkøbes i handelsgødning, betyder det, at den samlede mængde af fosfor og kalium i husdyrgødning er betydelig.

I husdyrgødningen findes omkring 60% af kvælstoffet som ammonium-kvælstof, der er let plantetilgængeligt (Petersen, 1996). Dette svarer til ca. 120.000 ton mineralsk kvælstof i handelsgødning, eller omkring 40% af den indkøbte mængde kvælstof i handelsgødning. De resterende 40% kvælstof i husdyrgødningen findes som organisk bundet kvælstof, der ikke er umiddelbart plantetilgængeligt. Næringsstofindholdet i affald, hvor kommunalt spildevandsslam udgør den dominerende affaldstype, giver derimod kun et mindre bidrag til landbrugets næringsstofforsyning (Tabel 2). Affaldsprodukterne er iøvrigt kendetegnet ved et relativt lavt indhold af let plantetilgængeligt kvælstof.

Tabel 2. Næringsstofmængden på landsplan i forskellige næringsstofkilder ab lager (Plantedirektoratet, 1997a; Knudsen, 1997; Petersen, 1997). *The quantity of nutrients [tonnes] in mineral fertilizer, manure and urban waste ex stock in Denmark.*

Næringsstofkilde	Kvælstof [ton]	Fosfor [ton]	Kalium [ton]
Handelsgødning	290.800	21.500	82.400
Husdyrgødning	201.200	49.300	155.700
Affald	9.700	5.500	300
Total	501.700	76.300	238.400

2.2 Håndtering af husdyrgødning i praksis

Husdyrgødningen skal betragtes som en kilde for plantenæringsstoffer og dermed anvendes som sådan med henblik på planteproduktion (Miljø- og Energiministeriet, 1994). Dette betyder, at husdyrgødningen skal opsamles og opbevares indtil den kan udbringes til afgrøderne. Dette indbærer et krav om op til 9 måneders opbevaringskapacitet (Miljø- og Energiministeriet, 1994). For at sikre tilstrækkelig lagerkapacitet, dimensioneres der ofte med op til 12 måneders opbevaringskapacitet.

Der findes en mangfoldighed af staldsystemer, hvilket bl.a. bunder i den historiske udvikling. Heraf følger betydelige forskelle i håndtering af husdyrgødningen, og derfor skal der her kun foretages en generel beskrivelse baseret på Knudsen & Kromann (pers. komm.).

Gylle opsamles i kanaler under staldgulvet, og med jævne mellemrum (daglig, ugentlig eller hver 14. dag, afhængig af kanalernes volumen) sluses gyllen til en fortank, der varierer i størrelse fra almindelige samlebrønde på <2 m^3 til tanke på 40 m^3, men oftest 10-20 m^3. Ofte er der let adgang til fortanken, men indholdet er en relativ frisk gylle, som kun i mindre grad er påvirket af omsætningsprocesserne under lagring, herunder tab ved ammoniakfordampning. Desuden mangler muligheden for omrøring i disse tanke ofte. Når fortanken er fuld pumpes indholdet til lagerbeholder, der varierer i størrelse fra 100-3500 m^3. Det er ikke ualmindeligt, at den samlede lagerkapacitet på en bedrift består af flere lagerbeholdere.

I staldsystemer med fast gødning og ajle, løber ajlen via riste i grebningen kontinuerligt og direkte til ajlebeholderen, som er overdækket. Den faste gødning udmuges dagligt og opbevares på befæstede møddingspladser, hvorfra saftafløb ledes til ajlebeholderen. Systemer med tilførsel af den faste gødning på toppen af en kegleformet mødding er det mest udbredte system. I nyere anlæg findes trykudmugning, hvor døgnets produktion tilføres i bunden af møddingsstakken, som derved bliver lavere og kræver en større møddingsplads.

For malkekvæg og søer tømmes dybstrøelsestaldene sædvanligvis kun en gang om året, hvor udbringning i marken sker samtidig med tømning. For kvægopdræt, der er på stald i vinterhalvåret, sker tømningen i forbindelse med udbinding. Produktionsperioden for slagtesvin er omkring 90 dage og stalden tømmes for dybstrøelse efter hvert hold (Pedersen, pers. komm.), dvs. tømning ca. 4 gange om året, hvilket medfører behov for oplagring af dybstrøelsen ved tømning i perioder, hvor udbringning ikke kan foretages.

2.3 Prøvetagningens formål

Formålet med prøvetagning og analyse af næringsstofindholdet i husdyrgødning kan være:

a) planlægning af udbringningen (planlægnings- og styringsredskab),
b) beslutning i den konkrete udbringningssituation (beslutningsstøtte), eller
c) justering af gødningsplanen (intern produktionskontrol)

ad a) Planlægningen af tildelingen af husdyrgødning vil ofte ske på grundlag af resultater fra tidligere analyser og kendskab til den konkrete husdyrgødningsproduktion på den enkelte bedrift. Foreligger sådanne oplysninger ikke eller er der tale om levering i forbindelse med 'naboaftale' jvnf Harmonibekendtgørelsen (Landbrugs- og Fiskeriministeriet, 1994), vil udtagning af en prøve ab lager til analyse være relevant.

ad b) I den konkrete udbringningssituation kan analyse af husdyrgødningens indhold af ammonium-kvælstof, bestemt på stedet ved en hurtigtest metode, bidrage til en korrekt dosering i forhold til afgrødens kvælstofbehov.

ad c) Ved udtagning af prøver under udbringning kan næringsstofindholdet efterfølgende bestemmes ved analyse på laboratorium. Analyseresultatet vil sammen med den udbragte mængde give mulighed for ajourføring af gødningsplanen, hvorved beregningen af den eventuelle supplerende mængde handelsgødning vil kunne ske på et korrekt grundlag.

Derudover kan udtagning af prøver ske med henblik på myndighedskontrol. Formålet med myndighedskontrollen må forventes at være sammenfaldende med et af ovenstående driftsorienterede formål, men hvilket konkret sammenfald der måtte være tale om må nødvendigvis afhænge af kontrollens formål. Yderligere diskussion af formålet med en eventuel myndighedskontrol ligger imidlertid udenfor kommissoriet for denne rapport.

2.4 Datagrundlag (materialer og metoder)

Siden afgivelse af en tidligere rapport om prøvetagning i husdyrgødning (Anonym, 1989), er der gennemført en række undersøgelser vedrørende husdyrgødning. Disse undersøgelser har haft forskellige formål, men hvor det frembragte datamateriale er fundet egnet til belysning af variationen i forbindelse med udtagning af prøver af husdyrgødning, er det inddraget her. Datamaterialet er venligst stillet til rådighed af arbejdsgruppens medlemmer samt kollegaer ved Afdelingen for Plantevækst og Jord, Danmarks JordbrugsForskning.

Der er imidlertid ikke udført systematiske danske undersøgelser, der belyser variationen og reproducerbarhed i forbindelse med prøveudtagning af husdyrgødning. Ved anvendelse af casestudies kan de indsamlede data på forskellig vis belyse problemstillingen, idet der kan foretages en indsnævring af de faktorer, der påvirker variationen. For gylle er der fundet det største antal og de mest omfattende cases, mens datagrundlaget for fast staldgødning og slam er mere sparsomt. De ialt 12 cases er detaileret beskrevet og gennemgået i Appendiks B.

Den internationale litteratur på området er ligeledes sparsom, men er inddraget hvor der er fundet relevante referencer. Til orientering refereres der i Appendiks C desuden kort regler og procedurer for prøvetagning af handelsgødning og slam.

Beskrivelse af prøveforberedelse og analyse bygger på analysegangen på Centrallaboratoriet, Danmarks JordbrugsForskning og på de kommercielle danske laboratorier understøttet af den citerede litteratur, samt indsamlet datamateriale fra Hedeselskabets laboratorium og Centrallaboratoriet.

Kommissoriet omfatter næringsstofparametrene kvælstof (N), fosfor (P) og kalium (K). Denne rapport omfatter total-indholdet af disse næringsstoffer analyseret som omtalt i afsnit 5. Ammonium-kvælstof (NH4-N) udgør den kvælstoffraktion, som kan tillægges en førsteårs virkning, der svarer til virkningen af kvælstof i handelsgødning. Ud fra et praktisk anvendeligt synspunkt er også denne parameter medtaget. Som et led i analysegangen foretages en tørstofbestemmelse (DM), og denne parameter er derfor også medtaget i denne rapport. Tørstof angives i procent af foreliggende gødning, mens næringsstofparametrene angives i kg/ton foreliggende gødning.

Ved gennemgangen af datamaterialet i de enkelte cases er den statistiske varians (σ^2) estimeret og variationskoefficienter er angivet med henblik på sammenligning af analyseparametre indenfor den enkelte case (Appendiks B). For sammenligning af den enkelte analyseparameter mellem cases anvendes i afsnit 3-5 derimod spredningen ($s = \hat{\sigma}$). Denne spredning er et udtryk for sikkerheden på de konkrete data, men kan imidlertid også benyttes til at udtrykke den usikkerhed, der kan forventes ved fremtidige målinger. Antallet af observationer (n) er tillige angivet i tabellerne.

For gylle har det været muligt at afdække bidraget fra forskellige varianskomponenter. Metoden er beskrevet i tilknytning til præsentationen af resultaterne i afsnit 3.4.

3. Gylle og ajle

I løbet af udbringningssæsonen tømmes lagerbeholderen ofte ad flere omgange, dvs. delvis tømning, idet udbringningen bl.a. skal tilpasses det optimale udbringningtidspunkt for de enkelte afgrøder. Mellem hver tømningshændelse kan der ske lagerforskydninger og ændring i næringsstofkoncentrationen som følge af nytilførsel, fordampning samt nedbør, hvilket der skal tages højde for ved vurdering af prøvens anvendelighed. Derudover kan der ske en passiv, gravimetrisk separation (bundfældning og flydelagsdannelse) ved henstand således, at indholdet stratificeres. Efter omrøring kan stratificeringen i visse tilfælde reetableres efter blot få timers henstand. Den rumlige fordeling af næringsstoffer i uomrørte ajle- og gyllebeholdere er belyst i en række danske undersøgelser, som refereres i det følgende.

Undersøgelser viser, at der sker en stratificering af tørstof og næringsstoffer samt, at der i de fleste beholdere dannes et flydelag (Kjellerup & Petersen, 1989; Petersen & Kjellerup, 1990). Tørstofindholdet i flydelaget og bundlaget er betydeligt højere end midt i beholderne (Tabel 3). Tilsvarende er fundet af Ørtenblad & Kjellerup (1991) i undersøgelser over fordeling af plantenæringsstoffer i to lagerbeholdere med afgasset gylle.

Tabel 3. Det relative indhold af tørstof og næringsstoffer i fire gyllebeholdere. Gennemsnitlig indhold i prøverne = 100. (Kjellerup & Petersen, 1989). LSD_{95} er mindste sikre forskel på 95% niveauet. *The relative content of dry matter and plant nutrients in four storage tanks. Average of all samples = 100. The four layers are: floating layer, 5 cm below floating layer, middle layer and bottom layer.*

Dybde	DM	N	NH4-N	P	K
Flydelag	125	103	93	129	98
5 cm under flydelag	77	99	103	77	101
½ dybde	87	98	103	85	101
Bundlag	111	101	101	109	102
LSD_{95}	22	4	6	24	3

Selvom tørstofindholdet i flydelaget og bundlaget er forholdsvis ens, viste resultaterne forskelle mht. lagenes kemiske sammensætning. Det skyldes sandsynligvis, at flydelaget domineres af halm- og foderrester samt andre lettere materialer, medens bundlaget består af tungere partikler. Især flydelaget adskiller sig fra næringsstofindholdet i den øvrige del af beholderne.

Indholdet af vandopløselige plantenæringsstoffer (ammonium-N, kalium og natrium) i flydelaget er mindre end i de øvrige lag (Kjellerup & Petersen, 1989; Tabel 3). For de undersøgte lagre af biogasgylle fandtes derimod ingen klar forskel på lagene (Ørtenblad & Kjellerup, 1991). I 8 beholdere med ikke-afgasset gylle var de vandopløselige næringsstoffer ligeledes jævnt fordelt i lagene under flydelaget (Kjellerup & Petersen, 1989). Fosfor, samt Ca, Mg, Cu, Mn og Zn følger ændringerne i tørstofindholdet, hvilket er i overensstemmelse med andre undersøgelser.

Den rumlige variation i ajlebeholdere er undersøgt af Kristensen (1907). De øverste 20 cm af beholderens indhold havde et klart lavere indhold af kvælstof, hvilket tilskrives tab ved ammoniakfordampning. Især i dårligt afdækkede ajlebeholdere vil kvælstofindholdet i de øverste 20-50 cm være lavere end i den øvrige del af beholderen.

I det følgende fokuseres der på gylle, men en række forhold vil også være gældende for ajle.

3.1 Generel beskrivelse af procedurer for prøvetagning af en repræsentativ prøve

Ved prøvetagning af flydende husdyrgødning kan der opstilles flere generelle procedurer for udtagningen (Tabel 4). For hver procedure kan der anvendes forskellige typer af udtagningsudstyr, hvilket omtales i afsnit 3.2 og 3.3.

Tabel 4. Oversigt over generelle procedurer for kombinationer af omrøringsintensistet og tidspunkt i forhold til udbringning. *Overview of general procedures for combinations of stirring intensity* (±) *and sampling time in relation to field application (before/in connection with).*

	Før udbringning	Under udbringning
Uomrørt lagerbeholder	Procedure I	Procedure III
Omrørt lagerbeholder	Procedure II	Procedure III

Procedure I - Prøvetagning i uomrørte lagerbeholdere

Fra uomrørte beholdere kan der i princippet udtages flere delprøver jævnt fordelt i hele beholderen. Disse delprøver slås sammen til en samleprøve, der neddeles til en slutprøve.

Da indholdet i en gyllebeholder er statificeret jvnf. ovenfor, vil anvendelse af denne procedure kræve særlige overvejelser mht. samleprøvens repræsentativitet. Generelt kan der foretages en opdeling af lageret i et antal imaginære dele, hvorfra der udtages enkeltprøver med henblik på dannelse af en repræsentativ samleprøve. Der kan imidlertid ikke gives gode og praktiske anvisninger på hvorledes den imaginære opdeling skal foretages og hvorledes enkeltprøverne skal udtages for opnåelse af en repræsentativ samleprøve. Derfor må anvendelsen af denne procedure frarådes.

Procedure II - Prøvetagning i omrørte lagerbeholdere

Med henblik på den praktiske gennemførelse af udbringningen foretages sædvanligvis en omrøring af beholderens indhold, idet risikoen for driftsstop herved reduceres. Omrøringen vil desuden virke egaliserende og derved lette en prøvetagning. Omrøring i ½-2 døgn forud for prøvetagning og udbringning anbefales ofte. Anbefalet antal delprøver varierer fra 2 (Misselbrook, pers. komm.) til 5 (Kemppainen, pers. komm.; Smith, pers. komm.).

Ved denne procedure vil det være muligt at foretage en analyse af ammoniumindholdet i den udtagne prøve med en hurtigtestmetode. Resultatet vil umiddelbart kunne anvendes til bestemmelse af doseringen ved udbringning.

Prøvetagning efter denne procedure er formentlig den mest anvendte, men der foreligger sjældent detailerede prøvetagningsforeskrifter, ligesom prøvetagningsudstyret ikke er beskrevet. De udtagne delprøver er ofte på ½-1 L.

Procedure III - Prøvetagning under udbringning: sekventiel prøvetagning

Prøvetagning efter procedure II giver en prøve, der repræsenterer lagerbeholderens indhold. Analyseresultaterne kan anvendes til planlægning af den forestående udbringning. Ved delvis tømning af lagerbeholderen og til intern produktionskontrol kan der alternativt anvendes en sekventiel prøvetagning, hvor samleprøven består af delprøver udtaget fra alle dele af den aktuelt udbragte mængde.

Sekventiel prøvetagning kan gennemføres som prøvetagning fra hvert n'te læs, hvilket skal sikre korrekt vægtning af delprøverne i samleprøven. Den bedste vægtning opnås ved prøvetagning fra hvert læs, men dette kræver en ikke ubetydelig arbejdsindsats. Det er imidlertid vigtigt, at udtagningen sker ækvidistant og, at delprøverne har samme størrelse. Udtages delprøverne for hvert n'te læs, hvor $n \geq 2$, da skal det sikres, at den ækvidistante afstand mellem delprøverne ikke er sammenfaldende med systematiske forhold i forbindelse med udbringning, f.eks. må prøverne ikke udelukkende udtages før eller efter en pause i arbejdet.

Da en udbringninghændelse kan strække sig over flere dage skal det desuden sikres, at de allerede udtagne delprøver ikke undergår ændringer. Det vil bl.a. sige, at den endnu ufuldstændige samleprøve skal opbevares således, at ammoniakfordampning hindres. Ved prøvetagning direkte fra gyllevognen af den aktuelt udbragte gylle, bør gyllevognen være forsynet med effektivt omrøringsudstyr, så fysisk separering ikke forekommer.

Foretages der sekventiel prøvetagning ved hver enkelt udbringningshændelse, vil samleprøven efter neddeling kunne sendes til laboratorium for analyse. Foretages den sekventielle prøveudtagning derimod over flere udbringningshændelser øges kravene til opbevaring af den ufuldstændige samleprøve, og denne fremgangsmåde kan derfor ikke anbefales.

Ved udbringning af gylle fra uomrørte lagerbeholdere må der forventes en variation i næringsstofindholdet i den oppumpede gylle. For opnåelse af en repræsentativ prøve må der derfor tages en prøve fra hvert enkelt læs. Variationen kan også give anledning til en uforudsigelig og uensartet fordeling af næringsstofferne i marken.

3.2 Metoder for prøvetagning fra gyllevogne

En nyere hollandsk undersøgelse gennemgår forskellige typer af udstyr til prøveudtagning af flydende husdyrgødning (Derikx *et al.*, 1997). Det undersøgte udstyr (ialt 6 stk) kan opdeles i tre typer af metoder:

- Udtagning vha. udstyr monteret på siden/væggen af gyllevognen. Der blev afprøvet en metode under tre grader af omrøring i gyllevogen.
- Udtagning i en gyllestrøm under lastning af gyllevognen. Ved de fire undersøgte opstillinger lastedes gyllevognen gennem et lukket slangesystem, med en diameter på 6" og med en pumpekapacitet på 1-3 m^3/min. Den udbredte fyldningsmetode i Danmark er imidlertid oppumpning til et udløb over gyllevognens påfyldningshul (vandhaneprincippet), og der anvendes pumper med en kapacitet på op til 10 m^3/min.
- Referencemetode, hvor udtagning sker med 2 m lang cylinderformet prøvetager via mandehul i omrørt gyllevogn.

Der blev foretaget målinger på gylle fra kvæg, svin og fjerkræ. Der blev udtaget 30 prøver for hver kombination af prøvetagningsudstyr og husdyrgødningstype. De udtagne prøver blev analyseret for indhold af DM, aske (sand), N, P og K.

Analyseresultatet af næringsstofindholdet i prøver udtaget efter de undersøgte metoder afveg gennemsnitlig kun lidt fra referencemetoden, og denne afvigelse var størst for parametrene DM og P. Afvigelsen var større i kvæg- og fjerkrægylle end i svinegylle. Indenfor de enkelte grupper af metoder fandtes der ingen forskel mellem udtagningsudstyret.

Udstyrets reproducerbarhed blev desuden bestemt, men Derikx *et al.* (1997) angiver ikke spredningen direkte og derfor er en gengivelse ikke mulig her. Generelt var reproducerbarheden for parametrene N og K langt bedre end reproducerbarheden for DM og P. For parametre, der er relateret til tørstofindholdet, var det således betydeligt vanskeligere at udtage repræsentative prøver. Der fandtes en vekselvirkning mellem gylletype og udtagningsudstyret således, at forskellene mellem typer af udtagningsudstyr var størst i svinegylle, hvor reproducerbarheden generelt var bedst. Udtagning af gylle i bevægelse gav generelt den bedste reproducerbarhed, idet muligheden for fysisk separation var reduceret. Udtagning i gyllestrømmen under lastning gav således den bedste reproducerbarhed. Derikx *et al.* (1997) har imidlertid ikke oplyst reproducerbarheden for referencemetoden.

Derikx *et al.* (1997) peger på muligheden for og relevansen af at videreudvikle prøvetagningsudstyret således, at udtagningen kan ske automatisk, med en forøgelse af betjeningsvenligheden.

På danske gyllevogne findes der almindeligvis ikke udstyr til automatisk prøveudtagning (Høy, pers. komm.). Udtagning ved gyllevognens påfyldningshul må frarådes på grund af risiko for frigivelse af giftige gasser, primært svovlbrinte, især i forbindelse med påfyldning.

Den i Danmark mest udbredte udbringningsmetode er idag anvendelse af slæbeslanger. Prøvetagning fra dette udstyr kan i praksis ske ved at opsamle gylle fra en af slangerne i en spand. Ud fra et praktisk synspunkt vil prøvetagning ofte ske fra en af de yderste slanger, hvorved prøvetagning kan ske under selve udbringningen. Metoden er simpel og let gennemførlig, men fremgangsmåden kræver tilstedeværelse af to persenoner (traktorfører og prøvetager). Et problem kunne dog være, at den yderste slange ofte er 10-15 lang og strømningen i slangen er passiv. Dette forhold kunne give anledning til separation i slangen, men der er imidlertid ikke udført undersøgelser over variationen ved denne prøvetagningsmetode. Indflydelsen fra denne potentielle separation kan reduceres ved at afpasse størrelsen på den udtagne prøve efter slangens volumen, ligesom prøvetagning ved foragerene (start/stop) bør undgås.

Udtagning fra gyllevogn kunne være er farbar vej til opnåelse af en repræsentativ prøve for den udbragte gylle. Dette vil dog kræve, at der mht. de af Derikx (1997) undersøgte metoder vil kunne findes en bedre/lettere praktisk prøvetagningsmetode. For den ovennævnte mere simple metode vil det kræve belysning af prøvetagningsvariationen. Under alle omstændigheder skal enkeltprøverne slås sammen til en samleprøve og der skal foreligge procedurebeskrivelse herfor.

3.3 Metoder for prøvetagning fra lagerbeholdere

Den simpleste prøvetagningsmetode er nedsænkning af en spand med en snor (Misselbrook, pers. komm.; Smith, pers. komm.). Denne metode er formentlig den mest udbredte i praksis. Mere eller mindre avancerede cylinderformede prøvetagningsprober benyttes også (Grant, pers. komm.; Carton, pers. komm.; Tunney & Molloy, 1975; Martzopoulos & Nielsen, 1980; Askestad, 1987; Kjellerup & Petersen, 1989; Lorenzen, pers. komm., Hoeksma *et al.*, 1995). Længden af proberne varierer fra 20 cm (Kjellerup & Petersen, 1989) til >2 m (Tunney & Molloy, 1975; Askestad, 1987).

To undersøgelser belyser variationen ved forskellige udtagningsmetoder fra lagerbeholder (Martzopoulos & Nielsen, 1980; Hoeksma *et al.*, 1995). Begge undersøgelser refereres relativt grundigt nedenfor, idet der ikke haves kendskab til andre, der belyser dette emne. Imidlertid kan undersøgelserne på ingen måde betragtes som udtømmende

Martzopoulos & Nielsen (1980) undersøgte tre metoder:

MN1 Nedsænkning af en 16 cm høj cylindrisk beholder med 6 cm diameter (=1.8 liter). Beholderen blev nedsænket lodret med den åbne ende opad.

MN2 Som MN1, men med en prop, der blev fjernet når prøvetagningsbeholderen befandt sig i den ønskede position.

MN3 Cylinderformet prøvetagningsprobe (5 cm diameter), der nedsænkes til lagerbeholderens bund og tilproppes (søjleprøvetager). Probens længde er større end væskestandens højde i lagerbeholderen.

For alle tre metoder blev der udtaget prøver i fire punkter i hver af fire gyllebeholdere. Punkterne repræsenterer således gentagelser. For beholdermetoderne MN1 og MN2 blev der i hvert punkt udtaget prøver i tre dybder. Ved en særlig konstruktion blev alle syv prøver i hvert punkt udtaget samtidig. Prøverne blev analyseret for tørstofindholdet (DM), som var 10-19%, hvilket er højt set i relation til danske forhold.

For metode MN1 og MN2 blev effekten af udtagningspunkt, metode, dybde samt vekselvirkningen mellem metode og dybde analyseret for hver af de fire gyllebeholdere, men resultaterne var ikke entydige. Ved beregning af gennemsnit for de tre dybder kunne alle tre metoder derimod sammenlignes (Tabel 5). Metode MN3 gav signifikant 10-30% højere tørstofindhold end både metode MN1 og MN2. Det anføres, at partikler (tørstof) vanskeligere flyder ind i beholderne, der anvendtes ved metoder MN1 og MN2. Derudover var variationen mellem udtagningspunkterne lavere for metode MN3 sammenlignet med metode MN1 og MN2, især hvor der ikke er sket en forudgående egalisering i form af omrøring. For metode MN3 svarer variationskoefficienten for tørstofindholdet til en spredning på 0.04-0.14 %-point. For den undersøgte parameter resultererde prøvetagning efter metode MN3 således i alle tilfælde i høj reproducerbarhed, men det kan ikke siges med sikkerhed, om metoden udelukker en systematisk fejl. Variationskoefficienten for metode MN1 og MN2 var afhængig af gylletypen/opbevaringsform, mens metode MN3 var relativt upåvirket.

Beklageligvis præsenterer Martzopoulos & Nielsen (1980) ikke tilsvarende opgørelser for plantenæringsstofferne N, P og K. Det må dog antages, at reproducerbarheden for disse parametre er på samme niveau eller bedre end for tørstofparameteren.

Anvendelse af søjleprøvetager (metode MN3) må, pga. den højere reproducerbarhed og den formodentlig mere korrekte estimering af analyseparameteren, foretrækkes frem for nedsænkning af en beholder. Dette gælder især i uomrørte, men formodentlig også i omrørte lagerbeholdere.

Tabel 5. Variationskoefficient for tørstofparameteren mellem fire udtagningspunkter ved tre prøvetagningsmetoder (Martzopoulos & Nielsen, 1980). *Coefficient of variation for the content of dry matter between sampling points (n=4) for three sampling methods (MN1-3). The sampling methods were tested in four different slurry types.*

Beskrivelse af gylletype og opbevaring	Prøvetagningsmetode		
	MN1	MN2	MN3
Malkekvæg på majsfoder, overdækket og omrørt	0.3	0.4	0.3
Malkekvæg på lucerne, overdækket og stratificeret	4.9	4.6	0.9
Ungdyr, åben og stratificeret	19.1	14.4	0.7
Blandet produkt, åben	1.6	1.4	0.8

Denne formodning underbygges i en vis udstrækning af Hoeksma *et al.* (1995), der undersøgte tre prøvetagningsmetoder i to gyllebeholdere både før og efter omrøring. I den ene beholder var der 1000 m^3 svinegylle med et lag bundslam af ukendt oprindelse, mens den anden indholdte 500 m^3 kvæggylle. Der blev analyseret for indhold af DM, aske, N, P og K.

De tre underssøgte prøvetagningsmetoder var:

H1 Søjleprøvetagning (udtagning af en eller to søjler som alternative procedurer).

H2 Nedsænkning af flaske med prop, som blev fjernet, når beholderen var i den ønskede dybde. Der blev udtaget delprøver to steder i beholderen og hvert sted i tre dybder (top, midt og ved bund). Samleprøven bestod af ialt seks delprøver.

H3 Nedsækning af stempelprøvetager. Delprøverne udtaget som ovenfor i tre eller alternativt i fem dybder, så ialt seks eller ti delprøver indgik i samleprøven.

Ved udtagning i to punkter var disse diametralt beliggende. Dvs. prøvetagningspunkterne var beliggende ved kanten af gyllebeholderen og ikke valgt frit i hele beholderens volumen. Der blev dannet ni samleprøver for hver metode med henblik på at belyse prøvetagningsvariationen.

Til sammenligning anvendtes en referencemetode, der bestod i, at indholdet af hver lagerbeholder blev pumpet over i en tilsvarende via en 35 m^3 vogn. Hvert vognlæs blev omrørt, og der blev udtaget fire delprøver med henblik på dannelse af fire samleprøver. Gennemsnittet af analyseresultaterne for disse samleprøver udgør referencegrundlaget. Denne ompumpning af beholdernes indhold var iøvrigt et led i omrøringen.

Omrøring havde ingen væsentlig indflydelse på de enkelte metoders overensstemmelse med referencemetoden, mens der var en tendens til en mindre prøvetagningsvariation efter omrøring, især for punktudtagningsmetoderne (H2 og H3).

For kvæggyllen var der <2% afvigelse i forhold til referencemetoden, dog underestimerede alle metoderne fosforindholdet i uomrørt gylle med 5-6%, mens punktmetoderne (H2 og H3) overestimerede fosfor med 3-5% i omrørt gylle. I uomrørt kvæggylle var prøvetagningsvaria-

tionen mindst for søjleprøvetageren (H1), mens alle metoderne i omrørt gylle gav en lav variation.

Prøvetagning i svinegylle med bundslam var langt vanskeligere, og her gav stempelprøventageren (H3) både uacceptable afvigelser fra referencemetoden samt en uacceptabel høj prøvetagningsvariation. Både i uomrørt og omrørt svinegylle havde søjleprøvetageren (H1) tendens til at overestimere tørstof, aske og fosfor med 3-12%, mens flaskemetoden (H2) underestimerede de samme parametre med 2-6%. Afvigelsen fra referencemetoden skal dog ikke tillægges afgørende betydning, idet bundslammet ikke indgik i referencegrundlaget. Imidlertid viser resultaterne forskelle mellem metode H1 og H2. I uomrørt gylle var prøvetagningsvariationen størst for flaskemetoden, mens den samme metode i omrørt svinegylle tilsyneladende gav en lavere prøvetagningsvariation end søjleprøvetagning.

Det skal bemærkes, at prøvetagningsmetoderne kun er undersøgt i to gylletyper, hvor det endda er uklart fra hvilken produktionsform de stammer, og dermed hvilken repræsentativitet disse gylletyper har for danske forhold. Imidlertid viser resultaterne, at prøvetagning i gyllelagre med bundslam stiller store krav til prøvetagningsmetoden, særlig for de parametre, der er relateret til tørstofindholdet. Prøvetagning med henblik på analyse af vandopløselige næringsstoffer er derimod uden væsentlige problemer.

Almindeligevis anbefales i Danmark kun prøvetagning af omrørte lagerbeholdere. Landskontoret for Planteavl har formidlet specielt konstrueret prøvetagningsudstyr til de lokale konsulenter (L. Knudsen, pers. komm.), hvorved prøvetagning kan ske ved hurtig nedsænkning af en 1 L almindelig prøveflaske til ½-1 m dybde. En enkelt konsulent har senere anbefalet landboforeningens medlemmer at anvende selvkonstruerede søjleprøvetagere (Lorenzen, pers. komm.). Der foreligger imidlertid ingen undersøgelser af metoderne.

Uanset metode kan udtagning af prøver almindeligvis ikke ske frit i hele lagerbeholderens volume, da prøveudtagningsudstyret sædvanligvis kun kan betjenes langs kanten af lagerbeholderen, der ofte er 15-25 m i diameter. For overdækkede (ajle-) beholdere kan prøver kun udtages gennem mandehul. Heraf følger der en risiko for systematisk prøvetagningsfejl. For åbne lagerbeholdere vil en teknisk udvikling med f.eks. en hydraulisk styret arm kunne tænkes at løse dette problem.

Opgørelse af fosforbalancer for 'Demonstrationsejendommene' ved Landskontoret for Planteavl (Knudsen & Østergaard, 1998) tyder på, at de udtagne gylleprøver (Appendiks B, case C) underestimerer fosforindholdet. I balanceberegningerne indgår poster for fosfor i indkøbt foder og eksporterede animalske produkter, lagerbeholderens indhold af gylle samt analyseresultatet for den udtagne prøve. Der er ikke opgivet usikkerheder på de indgående poster, men det skal især bemærkes, at prøven er udtaget ved nedsænkning og fyldning af en prøveflaske. Da fosfor er knyttet til tørstof så vil der, på baggrund af resultaterne fra Martzopoulos & Nielsen (1980) samt Hoeksma *et al.* (1995), kunne forventes udtagning af en mere repræsentativ prøve ved anvendelse af en søjleprøvetager.

3.4 Sammenstilling af case stories A-G

Danske undersøgelser har ikke sigtet mod belysning af variationen i forbindelse med prøvetagning. Analyser af husdyrgødning er derimod foretaget som rutineanalyser i en lang række projekter, bl.a. med henblik på beregning af næringsstofbalancer, hvor udgangspunktet er prøvetagning i omrørte lagerbeholdere. Hvor der foreligger et større datamateriale er dette indsamlet og bearbejdet (Appendiks B). De omtalte cases indeholder forskellige variationsårsager, hvilket netop kan bidrage til at belyse betydningen af de enkelte variationsårsager.

I Appendiks B er variationen beskrevet med variationskoefficienter, hvilket giver mulighed for sammenligning af variationen mellem de enkelte parametre for hver case. Derimod kan variationskoefficienten ikke anvendes som et udtryk for ændringer i variationen af den aktuelle parameter mellem cases.

Smith *et al.* (1993) angiver følgende årsager til variation i husdyrgødning:

- Fodring (diæt og intensitet)
- Fortynding med regn- og vaskevand, samt spildt drikkevand
- Tilførsel af strøelse og foderrester
- Lagertab ved ammoniakfordampning, og for fast staldgødning desuden tab af kvælstof og kalium ved saftafløb
- Heterogenitet i lageret forårsaget af sedimentation eller flydelagsdannelse

Effekten af disse årsager kan imidlertid ikke isoleres enkeltvis i det indsamlede datamateriale. Variationen kan derimod beskrives som sammensat af flere effekter, der kan beskrives ved inddelingskriterierne: år, bedrift og laboratorium (Tabel 6). Da prøvetagningen i case A-G er sket ved forskellige fremgangsmåder vil bidraget fra disse effekter imidlertid variere, og desuden vil fortolkningen af varianskomponeterne afhænge af fremgangsmåden i den enkelte case, idet det valgte inddelingskriterie kan indholde andet og mere end den rene effekt, som umiddelbart fremgår af den anvendte betegnelse for inddelingskriterierne.

Residualvariansen (Tabel 6) består i alle cases af en sum af variationen indenfor år, indenfor bedrift og indenfor laboratorium, samt eventuelle vekselvirkninger, men også her er bidraget fra de enkelte komponenter relateret til fremgangsmåden for prøvetagning i den enkelte case. Da datamaterialet ikke er fremkommet på baggrund af systematiske undersøgelser, kan flere af varianskomponenterne iøvrigt være koblede. Fortolkningen er i de fleste cases yderst vanskelig, og i disse tilfælde omtales residualvariansen ikke yderligere. Kun i case A, B, F og G kan der foretages en meningsfyldt fortolkning af residualvariansen.

For hver case A-G og gylletype er der opstillet en generel linær model, der for de enkelte cases omfatter effekterne angivet i Tabel 6. Effekterne er betraget som tilfældige og estimeret ved anvendelse af REML metoden i SAS proceduren PROC MIXED. Hvor det har været muligt at isolere varianskomponenterne er disse estimeret og angivet som spredningen.

Ved den valgte statistiske beregningsmetode er der desuden foretaget en approksimativ normalfordelingstest, der udtrykker sandsynligheden for, hvorvidt hypotesen om, at estimaterne er lig nul, må forkastes. Dette er i Tabel 7 og Tabel 8 angivet generelt for de undersøgte parametre, idet der ikke fandtes afgørende forskelle mellem parametrene. Signifikansen for

den approksimative normalfordelingstest afhænger i høj grad af det bagvedliggende antal observationer, som i visse tilfælde kan være ganske få.

Tabel 6. Oversigt over case A-G. Effekter isoleret i den statistiske model (◆■*), samt effekter, der indgår i residualspredningen (●○). *Overview of cases A-G. Variations isolated in the general linear model* (◆■*), *and variations included in the residual* (●○). *The variation components are: year, farm, year within farm, laboratory and residual.*

Inddelingskriterie	Case						
(Effekt)	A	B	C	D	E	F	G
År	◆	●		○	◆	◆	
Bedrift	●		■				■
År indenfor Bedrift			◆				
Laboratorium	●	●?	○				●*
Residual	●	●	○	○	○	●	●

◆ Varianskomponent estimeret og spredning angivet i Tabel 7. *The component of variance has been estimated and the standard deviation is stated in* Tabel 7.

■ Varianskomponent estimeret og spredningen angivet i Tabel 8 som C_B og G_B. *The component of variance has been estimated and the standard deviation is stated in* Tabel 8 *as* C_B *and* G_B.

* Varianskomponent estimeret og spredning omtalt i afsnit 5.5 Tabel 16. *The component of variance has been estimated and the standard deviation is mentioned in section 5.5* Tabel 16.

● Effekten indgår i residualvariansen og spredningen fremgår af Tabel 8. *The variation is included in the residual and the standard deviation is stated in* Tabel 8

○ Effekterne er ikke isolerbar eller fortolkningsegnet og derfor ikke omtalt yderligere. *The variation may not be isolated or be suitable for expounding and is therefore not futher mentioned.*

Udfra det foreliggende datamateriale har det været muligt at belyse:

1) spredningen for variationskomponenten ÅR, og
2) ændringer i spredningen jo mere afgrænsningen i prøvernes oprindelse kan indsnævres til et parti.

Hvor det har været muligt at isolere en effekt af varianskomponenten ÅR er dette sket og en sammenstilling er foretaget i Tabel 7. I case E indeholder komponenten ÅR dog noget mere, bl.a. fordi gyllebeholderen blev efterfyldt flere gange hvert år. De estimerede spredninger fandtes ikke at være signifikant forskellig fra nul, hvilket bl.a. skyldes få observationer, men ved en sammenligning mellem case A, C og F synes estimaterne dog at ligge på samme niveau. Spredningen på DM og K forårsaget af årseffekten synes større i kvæggylle end i svinegylle, mens det omvendte er tilfældet for N og NH4-N.

Tabel 7. Estimater for spredning (s) mellem år, samt sandsynligheden for, at hypotesen s=0 må forkastes. Se iøvrigt tekst og Appendiks B case A, C, E og F. *Estimates of standard deviation (s) between years, and approximately significance for rejecting of the hypothesis s=0. See Appendix B for description of cases.*

Case	Varianskomponent	DM [%]	N [kg/ton]	NH4-N [kg/ton]	P [kg/ton]	K [kg/ton]	Signifikans
Kvæggylle							
A	ÅR	0.53	0.29	0.17	0.05	0.41	ns
F	ÅR	0.47	0.24	0.21	0.18	0.42	ns
C	ÅR indenfor Bedrift	0.43	-	-	-	0.38	ns
E	ÅR+noget mere	1.21	0.39	0.18	0.17	0.61	*
Svinegylle							
A	ÅR	0.13	0.35	0.26	0.06	0.25	ns
F	ÅR	1.05	0.32	0.19	0.10	0.30	ns
C	ÅR indenfor Bedrift	0.37	0.37	0.29	0.11	0.24	ns
E	ÅR+noget mere	1.49	0.36	0.25	0.22	0.25	*

I Tabel 8 er sammenstillet estimater på spredninger, der illustrerer den reduktion, der vil kunne opnås ved en mere afgrænset definition af de partier hvorfra prøverne skal udtages, og der afsluttes med spredningen mellem og indenfor laboratorier. De estimerede spredninger svarer imidlertid ikke til 'rene' varianskomponenter, men varianskomponenterne indeholder flere variationsårsager som med det foreliggende datagrundlag ikke har kunnet estimeres (Tabel 9). Cases i Tabel 8 og Tabel 9 er rangordnet således, at der afskæres mere og mere variation.

Tabel 8. Estimater for spredning (s) mellem partier med stigende afgrænsning, samt sandsynligheden for, at hypotesen s=0 må forkastes. Se iøvrigt tekst. Estimaterne for Case G er ens for kvæg- og svinegylle jvnf. beskrivelse i Appendiks B. *Estimates of standard deviation (s) between batches with increasing delimitation, and approximately significance for rejecting of the hypothesis s=0. See Appendix B for description of cases and* Tabel 9 *for description of variation components.*

Case	Varianskomponent	DM [%]	N [kg/ton]	NH4-N [kg/ton]	P [kg/ton]	K [kg/ton]	Signifikans
Kvæggylle							
A	Residual	2.11	0.92	0.57	0.26	0.90	***
B	Residual	1.69	0.24	0.47	0.44	0.90	ns
G_B	Bedrift	1.24	0.64	0.49	0.18	0.58	*
C_B	Bedrift	0.57	0.43	0.61	0.13	0.20	ns
F	Residual	0.27	0.34	0.12	0.10	0.21	***
G	Residual	0.30	0.13	0.10	0.06	0.17	**
Svinegylle							
A	Residual	2.03	1.32	0.91	0.58	0.80	***
B	Residual	1.57	1.03	0.67	0.53	0.59	ns
G_B	Bedrift	2.01	1.13	0.66	0.49	0.47	*
C_B	Bedrift	0.67	1.08	0.68	0.30	0.73	ns
F	Residual	0.36	0.19	0.10	0.15	0.20	***
G	Residual	0.30	0.13	0.10	0.06	0.17	**

Tabel 9. Forklaring af anvendte betegelser og varianskomponenter for cases i Tabel 8. *Explanation of the variation components for the cases in* Tabel 8.

Case	Beskrivelse af de indgående variationsårsager. *Causes of variation included in the deviation*
A	Den maksimale spredning, der i praksis vil kunne forventes mellem bedrifter. *Maximum deviation, as expected to be observed between farms*
B	Spredningen på en enkelt bedrift. Denne spredning indeholder imidlertid også en årseffekt og muligvis en laboratorieeffekt. *The deviation at a farm. The deviation includes variation caused by year and perhaps laboratory.*
G_B	Spredningen mellem tilfældigt udvalgte bedrifter. *The deviation between randomly selected farms*
C_B	Spredningen mellem systematisk udvalgte bedrifter, der indgik i en planlagt undersøgelse. *The deviation between systematically selected farms, which forms part of a plan*
F	Spredningen mellem prøver udtaget i et afgrænset parti, hvor nytilførsel af gylle ikke er sket. Der er kun sket en bortførsel i forbindelse med udbringning. Denne situation kan egentlig sammenlignes med spredningen mellem vognlæs eller den rene prøvetagningsvariation. Spredningen indeholder dog også laboratoriets interne variation. *The deviation between samples from a batch where fresh manure is not applied to the storage tank. This situation is comparable to deviation between loads or the variation caused only by sampling. The deviation includes the variation within the laboratory.*
G	Spredningen mellem laboratorier, samt den tilfældige spredning indenfor laboratorier forårsaget af prøveneddeling og analyse. Denne spredning er et udtryk for den minimumsspredning, der kan forventes på analyseresultater for prøver sendt til et vilkårligt laboratorie. *The deviation between laboratories and the random deviation at laboratories caused by division of samples and analysis. This deviation is assumed to be the minimum variation that may be expected when sending samples to any laboratory.*

Spredningen for case B, G_B og C_B er betydelig, men samtidig er estimaterne ikke bestemt med afgørende sikkerhed (Tabel 8). Tilsyneladende er variationen indenfor en bedrift (case B) meget stor i forhold til mellem bedrifter (case G_B og C_B), men hertil skal det bemærkes, at estimaterne for case B hviler på få observationer, samt indeholder mere end variationen indenfor bedrift. De store spredninger for case B, G_B og C_B passer godt sammen med den betydelige reduktion i spredningen, der sker fra case A til F. Denne reduktion i spredningen (variansen) kan testes statistisk: For hver gylletype og parameter er forholdet mellem residualvarianserne (case A/case F) beregnet og sammenholdt med F-værdier for 95% fraktilen for F-fordelingerne (∞,16) og (∞,26) for henholdsvis kvæg- og svinegylle (Tabel 10).

Det fremgår, at der er opnået en betydelig reduktion i residualvariansen ved prøvetagning som i case F. I svinegylle er der endda en overordentlig stor reduktion af variansen ved prøvetagning i et afgrænset og velomrørt parti. Dette skyldes formentlig især de store forskelle i fodringspraksis mellem de enkelte brug.

Tilsvarende er der også foretaget en sammenligning af residualvariansen i case F (den tilfældige prøvetagningsvarians) med variansen mellem og indenfor laboratorier (fra case G), F-fordelt med frihedgraderne hhv. (16,4) og (26,4) (Tabel 10). Under en antagelse om, at

residualvariansen i case G kun kan være mindre end i case F, er 95% fraktilen anvendt. Residualvariansen i case G indeholder imidlertid også komponenter for laboratorievariationen samt variation i forbindelse med neddeling af parallelprøver til ringanalysen, og havde det været antaget, at residualvariansen i case G både kunne være større eller mindre end i case F, burde 97.5% fraktilen have været anvendt.

Det skal understreges, at residualvariansen beregnet i case G hviler på meget få observationer og, at der således ikke er foretaget beregninger for hver gylletype. Derfor skal fortolkningen af signifikante forskelle (N i kvæggylle og P i svinegylle) ske med megen forsigtighed. Der er imidlertid en tendens til, at netop N og P er vanskeligere at håndtere end de øvrige analyseparametre, men muligheden for udtagning af prøver fra et velafgrænset parti med henblik på bestemmelse af N og P kan ikke afvises.

Tabel 10. Statistisk F-test af residualvarianserne i case A mod F, samt F mod G. *Statistical F-test of residuals in case A compared with case F. There is a significant reduction in the residual variance by using the sampling routine in case F. By comparing case F with G, please notice that there are very few observations in case G, and the significance simply indicates that the parameters N and P are more difficult to handle than the other parameters.*

Case	F-test	n	DM	N	NH4-N	P	K
Kvæggylle *Cattle slurry*							
A		1300	4.472	0.844	0.329	0.068	0.816
F		17	0.071	0.118	0.015	0.009	0.044
	A/F		63 ***	7 ***	22 ***	8 ***	19 ***
Svinegylle *Pig slurry*							
A		3400	4.103	1.748	0.830	0.337	0.637
F		27	0.130	0.036	0.009	0.024	0.040
	A/F		32 ***	49 ***	92 ***	14 ***	16 ***
Kvæg+Svin							
G		5	0.0923	0.0169	0.0098	0.0037	0.0292
	F/G-kvæg		0.8 ns	7.0 *	1.5 ns	2.5 ns	1.5 ns
	F/G-svin		1.4 ns	2.1 ns	0.9 ns	6.5 *	1.4 ns

For de øvrige parametre (DM, NH4-N og K) må det konkluderes, at prøvetagning fra et velafgrænset parti kan ske på en sådan måde, at usikkerheden på analyseresultatet ikke forøges signifikant i forhold til usikkerheden på selve analysen.

4. Fast staldgødning og dybstrøelse samt urbant affald

Indledningsvis må det konstateres, at der for de i overskriften nævnte gødningstyper ikke eksisterer samme grundlag mht. både data og litteratur som for gylle. Emnet kan imidlertid belyses gemmen case H-K, der en nærmere beskrevet i Appendiks B.

Der findes ikke metoder, der er egnede til prøvetagning af fast staldgødning og dybstrøelse forud for udbringning. Istedet anbefales almindeligvis sekventiel udtagning (Petersen, 1996). For den praktiske gennemførelse refereres til den metode, der anvendes i 'Helårsforsøgene' (Kristensen, pers. komm.): Gødningen læsses med gummiged el. lign og fra den overflade, der kommer til syne ved tømning af gødningslageret, tages delprøverne med greb. På en ren gulvflade dannes en 'lagkage' på 1-2 m^2, idet hver grebfuld udbredes jævnt på dette areal. 'Lagkagen' anlægges på et sted, hvor risikoen for ammoniakfordampning er begrænset, dvs. i skygge og læ. Der udtages 20-40 grebfulde under tømningen af lageret. Afslutningsvis udtages et lagkagestykke svarende til 2-5 kg, som sendes til laboratoriet.

Vedrørende prøvetagning af urbane affaldsprodukter henvises til beskrivelsen af reglerne i Appendiks C.

4.1 Fast staldgødning

Den rumlige variation i en stak fast svinegødning efter 3 måneders opbevaring uden overdækning er illustreret i Tabel 11. Der sker tydeligvis en fordampning af vand og ammoniak fra de øverste lag. Derudover sker der en nedbrydning af organisk materiale, hvorved der sker en opkoncentrering af de ikke-flygtige næringsstoffer. For svinegødning kunne kulstoftabet være op til 50%, mens det for kvæggødning var omkring 10% og ikke-signifikant (Petersen *et al.*, 1998).

Tabel 11. Tørstof- og næringsstofindhold i en stak fast svinegødning efter 3 måneders opbevaring (juni-august). Højden er fra bunden af stakken (Petersen *et al.*, 1998; S.O. Petersen, pers. komm.). *Contents of dry matter and nutrients in a heap of FYM (pig) after 3 months' storage (June-August). The nutrient content at establishment of the heap is stated in the bottom line.*

Højde [cm]	DM [%]	N [kg/ton]	NH4-N [kg/ton]	P [kg/ton]	K [kg/ton]
110	33.2	13.5	0.4	11.3	12.0
80	33.5	14.4	0.7	10.4	11.9
50	22.6	10.0	1.1	4.7	7.1
25	23.9	11.3	1.3	5.1	5.9
Ved forsøgets anlæggelse	24.3	11.7	1.1	3.9	5.4

Graden af denne stratificering afhænger af oplagringsperiodens længde og den aktuelle fordampning i denne periode, forholdet mellem stakkens overflade og volumen, samt om tilførsel af frisk gødning sker ovenfra eller nedefra. Disse forhold gør det vanskeligt at kvantificere stratificeringens omfang og dermed dens betydning for prøvetagning.

Ved udtagning af prøver fra tre homogene partier af fast staldgødning er der fundet spredninger for næringsstofparametre som angivet i Tabel 12.

Tabel 12. Spredning (s) for næringsstofparametre i fast kvæg- og svinegødning (S.O. Petersen, pers. komm.) (Appendiks B case H og J). *Standard deviation (s) for dry matter and nutrient content in FYM (cattle and pig) in cases H and J.*

Case		DM [%]	N [kg/ton]	NH4-N [kg/ton]	P [kg/ton]	K [kg/ton]
H	Kvæg	0.64	0.58	0.31	0.18	0.63
	Svin 1	1.00	0.52	0.55	0.35	0.48
	Svin 2	2.24	0.70	0.86	0.73	0.25
J	Svin	0.92	0.54	-	0.30	0.28

De estimerede spredninger for de fire homogeniserede gødningspartier i Tabel 12 ligger ikke på et ensartet niveau for den enkelte analyseparameter, hvilket viser, at prøvetagning i fast staldgødning er vanskelig. I praksis kan der som udgangspunkt forventes en stor variation i gødningslageret, men anvendelse af omhyggelig sekventiel prøvetagning forventes imidlertid at kunne tage højde for denne variation.

4.2 Dybstrøelse i stalde

Den rumlige variation for næringsstofparametrene kan i dybstrøelse påvirkes af:

- Dyrenes adfærd mht. afsætning af fæces og urin,
- Spildte foderrester omkring foderbord og båse,
- Fortynding ved tilførsel af frisk halm, samt
- En afledt effekt som følge af omsætnings- og transportprocesser.

Disse forhold vanskeliggør udtagning af en repræsentativ prøve. Ved udtagning i tre partier er der fundet spredningerne i Tabel 13. Da prøverne er udtaget fra små og forholdsvis homogene partier, må der ved udtagning af prøver af dybstrøelse i praksis forventes en større spredning.

Tabel 13. Spredning (s) i dybstrøelse (Askegaard, pers. komm.) (Appendiks B case I). *Standard deviation (s) for dry matter and total nitrogen in deep litter.*

År	DM [%]	N [kg/ton]
1995	3.7	0.60
1996	2.4	0.21
1997	1.7	0.88

Opbevares dybstrøelse i en periode mellem tømning af stalden og selve udbringningen, vil der ske en stratificering som beskrevet under fast staldgødning.

4.3 Urbant affald: Slam og komposteret husholdningsaffald

Laboratorier, der foretager analyser af affaldsprodukter jvnf. Affaldsbekendtgørelsen (Miljø- og Energiministeriet, 1996), skal, forud for levering af partiet, tilsende Plantedirektoratet analyseresultatet samt dokumentation for prøvens oprindelse (Landbrugs- og Fiskeriministeriet, 1996). Dette datamateriale vil kunne belyse variationen mellem partier og renseanlæg. Derimod kan datamaterialet ikke anvendes til at belyse variationen ved prøvetagning af et parti.

De strenge krav til prøvetagning relaterer sig til myndighedkontrol af indholdet af miljøfremmede stoffer. Når disse prøvetagningskrav er opfyldt, må det antages, at også kravene for en repræsentativ prøve til analyse for DM, N og P er opfyldt. Affaldsbekendtgørelsen kræver ikke analyse af parametrene NH4-N og K.

Ud fra to mindre dataserier fra produktionskontrollen på et renseanlæg, har det været muligt at estimere spredningen på de målte analyseparametre (Tabel 14).

Tabel 14. Spredning (s) for næringsstofparametre i 2 slamtyper (Lind, pers. komm.) (Appendiks B case J). *Standard deviation (s) for dry matter and nutrient content in two types of sewage sludge during a production period of a year.*

	DM [%]	N [kg/ton]	NH4-N [kg/ton]	P [kg/ton]	K [kg/ton]
Anaerobt slam	1.23	0.42	-	0.70	-
Aerobt slam	1.65	0.66	-	0.60	-

Ved prøvetaging i små, velafgrænsede og homogene partier af affald er der fundet spredningerne i Tabel 15. Ved at indsnævre afgrænsningen fra en løbende produktion til et enkelt slamparti reduceres spredningen.

Tørstofindholdet i komposten er 75%, hvilket er ca. 3 gange mere end i de øvrige produkter, og den estimerede spredning skal sættes i relation hertil.

Tabel 15. Spredningen (s) for næringsstofparametre i 3 udvalgte affaldsprodukter ved Askov Forsøgsstation (J. Petersen, pers. komm.) (Appendiks B case J). *Standard deviation (s) for dry matter and nutrient content in batches of two types of sewage sludge and one compost of household waste.*

	DM [%]	N [kg/ton]	NH4-N [kg/ton]	P [kg/ton]	K [kg/ton]
Anaerobt slam	0.54	0.15	-	0.20	0.01
Aerobt slam	0.16	0.22	-	0.05	0.03
Kompost	4.22	0.70	-	0.18	0.34

5. Prøvefremstilling, opbevaring, prøveforberedelse og analyse

Fremstillingen af en slutprøve omfatter neddeling af samleprøven på prøvetagningsstedet, samt påfyldning på passende prøvebeholder. Mht. opbevaring indtil analyse er der en glidende overgang til prøveforberedelsen på laboratoriet, hvor slutprøven homogeniseres og neddeles yderligere. Beskrivelse af slutprøvefremstilling, opbevaring og laboratoriets prøveforberedelse baserer sig på almindelige betragtninger vedrørende god laboratoriepraksis, idet der ikke findes hverken data eller litteratur angående dette. Afsnittet om selve analysen omfatter også variation opstået under prøveforberedelse.

5.1 Fremstilling af slutprøve

Det er ikke muligt, på det foreliggende datagrundlag, at kvantificere variationsbidraget fra prøveneddelingen på prøvetagningsstedet i forhold til den estimerede prøvetagningsvariation i case F (Tabel 8).

Fremstilling af slutprøver af flydende gødninger kan foretages som beskrevet for slam i Appendiks C. For en praktisk anvendelse kræver det dog en konkret vejledning. Den tilsvarende metode for neddeling af fast slam og kompost er arbejdskrævende og ikke praktisk anvendelig. Derimod synes 'lagkage'-metoden, som er beskrevet i afsnit 4, at være realistisk set ud fra et praktisk synspunkt.

Prøvebeholderen fyldes helt, så den ikke indeholder luft, og lukkes med tætsluttende låg. Prøven mærkes, så den kan identificeres.

5.2 Opbevaring indtil analyse

Organisk gødning er et levende materiale, hvor der fortløbende sker en omsætning. Prøverne skal derfor opbevares køligt fra udtagning og indtil analyse. For sekventiel prøvetagning gælder dette også fra prøvetagning af delprøver til fremstilling af slutprøven, samt at opbevaring skal ske under (tætsluttende) låg. Normalproceduren for de kommercielle laboratorier er, at prøverne forsendes i specielle kasser, hvor prøverne holdes kolde af kølelementer. Såfremt der går mere end 1 - 2 dage fra udtagning til prøverne er fremme ved laboratoriet, bør prøverne fryses.

Til planlægningsformål, som det er tilfældet med prøver indsendt fra landmænd til de kommercielle laboratorier, analyseres prøverne straks efter modtagelsen på laboratoriet. Kun en mindre del af prøvematerialet anvendes til selve analysen og resten af prøven opbevares på køl (<4 °C) indtil analyseresultaterne foreligger og er godkendt af laboratoriet.

Prøverne opbevares ligeledes på køl, hvis det ikke er praktisk muligt at påbegynde analyseringen umiddelbart efter modtagelsen. Dette kan f.eks. være tilfældet, hvis prøverne modtages en fredag eftermiddag. Opbevaring på køl anvendes kun, hvis prøverne skal opbevares nogle få dage. Ved længere tids opbevaring f.eks. i forbindelse med forsøgs- og forskningsprojekter, sker dette i frossen tilstand (< ÷18 °C). Analysen sker her umiddelbart efter optøning.

5.3 Forberedelse til analyse (findeling, homogenisering)

Ajle og gylle er som hovedregel findelte uden større partikler ved modtagelsen. Yderligere findeling er derfor unødvendigt. Homogeniseringen indskrænker sig til en omhyggelig blanding ved omrystning eller oprøring efterfulgt af en øjeblikkelig neddeling. Bestemmelse af samtlige parametre sker normalt på små delprøver udtaget direkte af den oprindelige prøve.

For fast staldgødning og dybstrøelse er det vanskeligt at beskrive en fast procedure, men mekanisk bearbejdning af delvist optøede prøver er udbredt. Prøvens lave temperatur vil reducere risikoen for ammoniakfordampning under neddelingsproceduren. Laboratorierne vurderer hvilken bearbejdningsteknik, der er egnet i det enkelte tilfælde. Såfremt gødningen er rimeligt omsat kan findeling ske med en kraftig kødhakkemaskine eller med en snitter med roterende knive. Såfremt gødningen er uomsat og halmrig er det vanskeligt at opnå en rimelig homogenisering. Der er behov for udvikling af et egnet (kraftigt) udstyr, der kan findele uomsatte gødninger med et højt indhold af strå. For at minimere tabet af ammoniak skal behandlingen imidlertid ikke være kraftigere end nødvendigt.

Bestemmelse af total- og ammonium-kvælstof sker direkte på delprøver af den oprindelige prøve udtaget før tørring, hvorimod bestemmelse af fosfor, kalium og andre næringsstoffer sker på delprøver, der er udtaget efter tørring og formaling af en større del af den oprindelige prøve. Derved minimeres neddelingsvariationen for disse stoffer.

Andre gødninger vil, afhængig af prøvens art og tilstand, normalt kunne behandles som én af de forannævnte kategorier.

5.4 Analysen

Der er metodefrihed ved analysering af organiske gødninger. For hver af ovennævnte gødningsformer og nedennævte analyseparametre findes flere egnede teknikker. Det er det enkelte laboratoriums ansvar, at den anvendte metode giver korrekte resultater. Denne valgfrihed er en fordel, idet laboratorierne ikke er bundet til bestemte metoder, men kan følge med i den kemiske og tekniske udvikling.

Teknisk er selve analysen ikke mere krævende end analyser af foder, hvorfor erfaringerne fra foderstofanalyser kan understøtte vurderingen af analysevariationen. Under de enkelte analyseparametre gives en kort omtale af de analytiske muligheder.

Analyser på organiske gødninger udføres normalt som enkeltbestemmelser, men laboratorierne udfører en del af bestemmelserne som dobbelt bestemmelser for at kontrollere kvaliteten af deres analytiske arbejde.

Udstyr til montering på gyllevogne med henblik på måling af næringsstofindholdet i gylle har været forsøgt fremstillet (Møller, pers. komm.). Metoderne baserer sig på ikke-kemisk måling af tørstofindholdet og indirekte bestemmelse af næringsstofindholdet. En væsentlig svaghed ved metoderne er den manglende sammenhæng mellen tørstofindholdet og næringsstofindholdet, som bl.a. er dokumenteret hos Petersen (1996). Der findes pt. ingen god metode, og der synes ikke at foreligge potentielle metoder til direkte måling af næringsstofindholdet.

En mekanisk og manuelt betjent hurtigtestmetode til bestemmelse af ammoniumkvælstof beskrives i afsnit 5.4.2.

5.4.1 Total-N

Det største problem ved bestemmelse af total kvælstof er homogenisering af prøven og udtagning af en repræsentativ delprøve til analyse, idet der konstant skal tages hensyn til risikoen for ammoniaktab. Efter neddeling kan total-kvælstof bestemmes efter såvel den klassiske Kjeldahl metode som efter Dumas metoden.

Kjeldahl metoden bygger på en omdannelse af total kvælstof til ammonium-N ved destruktion med svovlsyre, hvorefter ammonium-N bestemmes ved destillering og titrering (AOAC, 1990). Svagheden ved Kjeldahl metoden er, at den ikke medtager alt nitrat-N. Kun i stærk omsat staldgødning kan der forekomme nævneværdige mængder nitrat, mens nitrat-N normalt ikke forekommer i gylle.

Dumas metoden bygger på omdannelse af total kvælstof til elementært kvælstof ved forbrænding ved 900°C i en ren iltatmosfære. Den dannede kvælstof bestemmes i en kemisk konduktivitetscelle overfor Helium (Hansen 1989). Svagheden ved Dumas metoden er, at risikoen for ammoniaktab er større end ved Kjeldahl metoden, ligesom den lille prøvemængde, der tages i arbejde, på visse instrumenter stiller større krav til prøvens homogenitet.

Begge metoder må anses for egnede og analyseusikkerheden er på samme niveau. Analyseteknisk er det største problem imidlertid at undgå fordampning af ammoniak ved påbegyndelse af analysen. Dette forhold kræver som nævnt speciel opmærksomhed ved Dumas metoden.

5.4.2 Ammonium-N

Ammonium kan bestemmes med tilfredsstillende resultat efter destillation med magnesiumoxyd og efterfølgende titrering eller efter dialyse med efterfølgende spektrofotometrisk bestemmelse. Destillation med natriumhydroxyd er stærkt korreleret med ovennævnte metoder, men giver højere resultater. Anvendelse af ionspecifik elektrode er pH afhængig og giver for lave resultater (Sommer *et al.*, 1992; Crooke & Simpson, 1971).

Agrosmåleren, er en hurtigtestmetode, der bygger på udvikling af elementært kvælstof. Denne gasvolumetriske metode er bl.a. beskrevet af Tovborg Jensen (1929). Metoden er afprøvet overfor destillation med magnesiumoxyd. Der er fundet en høj korrelationskoefficient på 0,94, dog med en svag tilbøjelighed til undervurdering ved lavt ammonium indhold og en overvurdering ved højt ammonium indhold (Kjellerup, 1985). Metoden kan anvendes i marken og kræver ikke laboratoriekyndig betjening.

Ligesom ved total kvælstofbestemmelsen er de største problemer homogenisering af prøven inden neddeling. Analyseteknisk er det største problem ligeledes at undgå fordampning af ammoniak inden analysen.

5.4.3 Tørstof, fosfor og kalium

Tørstofbestemmelsen foregår i ventilerede varmeskabe ved 80°C, og analysen er uproblematisk.

Prøveneddeling ved bestemmelse af fosfor, kalium, kobber og en lang række andre næringsstoffer sker normalt direkte fra flydende prøver. Dette kræver specielt for fosfor og kobber en omhyggelig egalisering før prøveudtagningen.

For faste gødninger er normalproceduren at tørre og formale en større portion gødning. Derved opnås en meget mere homogen vare og en deraf følgende meget forbedret prøveneddeling.

Analysen bygger på en destruktion og opløsning i syre efterfulgt af en bestemmelse af fosforindholdet enten spektrofotometrisk efter en farvereaktion med ammoniumvanadatmolybdat eller direkte i syreopløsningen med ICP (Benjaminsen & Jensen 1956; Stuffins, 1967). Destruktionen kan være våddestruktion med iltende syrer eller tørdestruktion ved under 550°C. I praksis anvendes samtlige ovennævnte teknikker.

Kalium bestemmes i samme ekstrakt som fosfor, normalt ved flammeemission enten ved relativ lav temperatur på flammefotometer eller ved høj temperatur på ICP (Anonym, 1971).

5.5 Laboratorievariation

Variation i forbindelse med fremstilling af slutprøven er knyttet til variationskomponenten for prøvetagningen. Variationen for opbevaring er knyttet til dels variationskomponenten for prøvetagningen og dels variationskomponenten for laboratoriets interne variation. Fordelingen mellem disse to komponenter er afhængig af både pakkemetode og forsendelsestid. Det har imidlertid ikke været muligt at belyse dette emne nærmere.

Den rene laboratorievariation er vurderet på grundlag af resultater fra den løbende produktion på to laboratorier (Appendiks B, case L). Endvidere er der anvendt resultater fra ringanalysen, som er beskrevet i case G, og det er denne spredning (usikkerhed), der må påregnes ved modtagelse af analyseresultater fra laboratorierne.

I case G har det været muligt yderligere at opdele residualspredningen (Tabel 8) i dels spredningen mellem laboratorier, der også omfatter variationen i forbindelse med neddeling af parallelprøverne, og dels spredningen indenfor laboratoriet (Tabel 16). Det fremgår tydeligt, at spredningen mellem laboratorierne er lav, dvs. analyseresultatet kun i meget ringe grad påvirkes af laboratorievalget i forbindelse med indsendelse af gylleprøven.

Spredningen indenfor laboratorier i case G omfatter fire forskellige laboratorier, mens spredningen i case L er opgivet for to specifikke laboratorier (Tabel 16). Ved denne afgrænsning reduceres spredningen yderligere, idet det bemærkes, at datagrundlaget for case G kun består af få observationer. For fire parallelprøver fandt Hoeksma *et al.* (1995) spredninger af samme størrelse som nævnt i Tabel 16 for case L.

Tabel 16. Spredningen (s) for ringanalyser, samt opdelingen i spredningen mellem og indenfor laboratorier (case G), og spredningen indenfor to udvalgte laboratorier (case L). *Standard deviation of ring analysis (*Tabel 8 *case G) and the standard deviation between and within laboratory (case G) and within two laboraties (case L).*

Case	Variations-årsag	DM [%]	N [kg/ton]	NH4-N [kg/ton]	P [kg/ton]	K [kg/ton]
G	Residual	0.304	0.130	0.099	0.061	0.171
	Mellem laboratorier	0.060	0.062	0.030	0.024	-
	Indenfor	0.298	0.114	0.095	0.056	0.171
L	Centrallaboratorie	0.07	0.05	0.05	0.02	0.06
	Hedeselskabet	-	0.04/0.08	0.07	0.02	0.09

6. Diskussion og konklusion

Med hensyn til data- og litteratur-grundlag er der fundet flest oplysninger om gylle, som da også er den mest udbredte gødningstype (Tabel 1). For den enkelte driftleder er netop gødningstypen på hans bedrift den mest interessante, og derfor kan de øvrige gødningstyper ikke lades ude af betragtning, selv om de volumenmæssigt udgør en mindre del. Den stigende interesse for staldsystemer med en høj anvendelse af strøelse øger tilsvarende interessen for prøvetagning i sådanne gødningstyper.

I forhold til handelsgødning findes der betydelige mængder næringsstof i husdyrgødning (Tabel 2), og med en i bekendtgørelsesform fastlagt målsætning om planteernæringsmæssig anvendelse af disse næringsstoffer (Miljø- og Energiministeriet, 1994), fremkalder det et behov for et konkret kendskab til mængden af næringsstoffer i lagre af husdyrgødning og/eller i udbragt husdyrgødning. Mængden af næringsstoffer kan findes ved at multiplicere koncentrationen med gødningsmængden. I denne udredning behandles udelukkende mulighederne for bestemmelse af næringsstofkoncentrationen i husdyrgødning ved prøvetagning. Derimod er mulighederne for og sikkerheden ved bestemmelse af gødningslagrenes størrelse eller den udbragte gødningsmængde ikke behandlet, da dette emne ikke er omfattet af kommissoriet (Appendiks A). Ligeledes er der alene fokuseret på de agrikulturkemiske spørgsmål belyst ud fra eksisterende datamateriale, mens problemer, der kan opstå i forbindelse med udøvelse af myndighedskontrol, er udeladt.

En vurdering af mulighederne for prøvetagning af gylle må ses i sammenhæng med formålet, jvnf. afsnit 2.3 og Tabel 17.

I en planlægningssituation ønskes der kendskab til næringsstofindholdet i lagerbeholderen. Da næringsstofindholdet i flydende husdyrgødning i betydelig grad er relateret til produktionsforholdene, må der foretages afgrænsning til et ensartet parti. Partiafgrænsningen kan let ske på bedrifter med flere lagerbeholdere, idet der kun tages prøver fra lagerbeholdere, som ikke tilføres frisk gylle. Ved en kontinuerlig tilførsel til gyllebeholderen vil den udtagne prøve kun være repræsentativ på selve tidspunktet for prøvetagningen. Det kan således ikke lade sig gøre at udstrække repræsentativiteten til hele udbringningssæsonen endsige flere udbringningssæsoner. Dette er ikke i uoverensstemmelse med den tidligere rapport (Anonym, 1989), hvor prøvetagning hvert 3. år afvises som interval for prøvetagningen.

Egaliseringen kan i en vis udstrækning foretages ved omrøring. Der findes dog ikke angivelser af den nødvendige intensitet i relation til fordelingen af næringsstofferne. Udfra et praktisk synspunkt omrøres så driftsstop, som følge af tilstopning af pumpesystem og gyllevogn, hindres.

Normalt foretages prøvetagning i lagerbeholdere ved nedsænkning af en prøvebeholder. I bedste fald udtages flere delprøver, men ofte udtages kun en prøve, der således bliver slutprøven, som fremsendes til analyse på laboratorie. Da der kan være tvivl om egaliseringsgraden, opstår der risiko for udtagning af en ikke-repræsentativ prøve. Ved anvendelse af søjleprøvetager udtages der kontinuerlige delprøver gennem alle strata i lagerbeholderens fulde dybde. Denne metode er undersøgt af Martzopoulos & Nielsen (1980) samt Hoeksma *et al.* (1995), og der er en stærk formodning for, at denne udtagningsmetode vil kunne reducere

prøvetagningsvariationen, især for de tørstofrelaterede parametre, men det vil kræve udvikling af metoden samt udarbejdelse af konkret vejledning.

Prøvetagning sker ved den letteste adgang til lagerbeholderen, hvilket begrænser udtagning af delprøver fra alle dele af beholderen, og prøven tages derfor ved beholderens kant. Udtagning blot få meter fra kanten anses for nuværende ikke at være muligt. Igangsættes udvikling af søjleprøvetagningsmetoden må nødvendigheden af og muligheden for udtagning i hele lagerbeholderen undersøges.

For gylle er der i afsnit 3.4 forsøgt at opdele variationen i forskellige varianskomponenter. Da grundlaget består af forskellige datasæt frembragt under varierende betingelser, er en entydig opdeling vanskelig. De isolerede og estimerede spredninger indeholde mere end betegnelsen umiddelbart angiver. Et nøjere kendskab til spredningen for de enkelte variationsårsager vil være et godt grundlag ved udarbejdelse af prøvetagningsforeskrifter. De umiddelbart mest anvendelige estimater er dels spredningen på selve prøvetagningen (case F, Tabel 8), der dog også indeholder den interne laboratorievariation, og dels spredningen mellem og indenfor laboratorier (case G, Tabel 8), der hviler på få observatioener samt indeholder prøveneddelingsvariationen ved dannelse af parallelprøver. Ses der bort fra disse forbehold, kan spredningen (usikkerheden) på fremtidige målinger beregnes:

$$\sigma_{resultat} = \sqrt{\sigma^2_{provetagning} / n_{delprøver} + \sigma^2_{laboratorium} / n_{analyser}}$$

Normalt er laboratorievariationen lille og der gennemføres sædvanligvis kun enkeltanalyser, hvilket betyder, at reduktion i spredningen på det nye resultat skal søges ved forøgelse af antallet af delprøver. Bidraget fra prøvetagningsvariationen er omvendt proportionalt med kvadratroden af antal delprøver. Dvs. 4 delprøver vil give en halvering af bidraget, mens der skal 16 delprøver til en 75% reduktion.

Det nødvendige antal delprøver afhænger af analyseparameteren. Ud fra ovenstående formel er der på grundlag af de estimerede spredninger beregnet et overslag over antallet af delprøver. Det blev forudsat, at prøvetagningsvariationen ikke måtte forøge spredningen på resultatet med mere end 10% i forhold til laboratorievariationen, hvilket er et forholdvist strengt krav. Overslaget skal betragtes som illustration af hvorledes de enkelte analyseparametre påvirkes af antallet af delprøver. For de vandopløselige næringsstoffer NH4-N og K bidrager prøvetagningsvariationen ikke væsentligt til den samlede variation i forhold til laboratorievariationen (Tabel 8 og Tabel 10), og antallet af delprøver kan være lavt (6-8). For en bestemmelse af NH4-N med en hurtigtestmetode med henblik på beslutningsstøtte i den konkrete udbringningssituation anses udtagning og analyse af 2-3 prøver for tiltrækkelig. For tørstof og næringsstoffer, der knytter sig hertil (N og P), er der en tendens til, at prøvetagning forøger variationen i forhold til laboratorievariationen (Tabel 8 og Tabel 10). Dette kan opvejes af et større antal delprøver (ca. 25), hvorved det er sandsynligt, at der også for disse parametre i praksis kan udtages reproducerbare og repræsentative prøver, især ved anvendelse af søjleprøvetager. For gylle med en høj andel af ammonium-kvælstof er der en tilsvarende mindre andel organisk kvælstof, som er relateret til tørstof. For sådanne gylletyper, typisk svinegylle, kan omkring 10-15 delprøver formodentlig være tilstrækkelig til bestemmelse af total-N.

Til intern produktionskontrol, hvor der ønskes kendskab til indholdet af næringsstoffer i den aktuelt udbragte gødning, kan der anvendes sekventiel prøvetagning, idet der udtages delprøver fra hvert n'te læs.

Automatisk udtagning og/eller analyse direkte i gyllevognen er en interessant mulighed, men vil i forhold til øvrige simple metoder kræve megen udvikling. Såfremt automatiske systemer kan realiseres vil der efter længere tids drift opstå spørgsmål om både vedligeholdelse og pålidelighed af sådant udstyr. Kan simple, manuelle og robuste prøvetagningsmetoder anvises, vil de langt hurtigere kunne implementeres end metoder, der kræver en teknisk udvikling.

I afsnit 3.2 er der beskrevet en simpel og manuel metode til prøvetagning under udbringning. En anbefaling af denne metode vil imidlertid kræve undersøgelse af variationen samt udarbejdelse af en konkret vejledning. Mht. antallet af delprøver kan der henvises til betragtningerne ovenfor.

Både for udtagning fra lagerbeholdere og ved sekventiel prøvetagning i forbindelse med udbringning vil samleprøven skulle neddeles. Erfaringer fra laboratorierne viser, at neddelingen af prøven til analyse er den vanskeligste del af laboratoriernes arbejde. Prøveneddeling i marken vil ikke være mindre vanskelig, og dette bør belyses. Opsamles delprøverne i en spand vil denne indledningsvis kunne betragtes på samme måde som en lagerbeholder, og der kan i princippet foretages lignende overvejelser som ved prøvetagning fra omrørte lagerbeholdere, jvnf. ovenfor. Dette svarer iøvrigt til metoden for neddeling af flydende slam som beskrevet i Appendiks C.

Ovenstående kombinationer af prøvetagningsformål, prøvetagningsprocedure og analysemetode er sammenfattet i Tabel 17. Det skal bemærkes, at den til laboratoriet fremsendte prøve på 1-2 L, hvoraf kun en mindre del anvendes til analyse, ofte skal repræsentere et parti på 500 m^3, altså en faktor på omkring 10^6.

Tabel 17. Oversigt over udtagningsprocedurer og analysemetoder, der er anvendelige til bestemmelse af næringsstofindholdet i gylle i overensstemmelse med formålene omtalt i afsnit 2.3. *Overview of sampling procedures (batch or sequential sampling) and methods of analysis (laboratory or rapid method) suitable for determination of the nutrient content of slurry in accordance with the purpose (planning, decision-making or control).*

	Formål		
	Planlægning	Beslutningsstøtte	Intern produktionskontrol
Udtagningsprocedure			
Lagerbeholder	+	(+)	-
Sekventiel	-	(+)	+
Analyse metode			
Laboratorie metode	+	-	+
Hurtigtest (kun NH4-N)	-	+	-

Datagrundlaget for faste organiske gødninger er ikke så omfattende og har ikke kunnet systematiseres på samme måde som for gylle. Det fremgår imidlertid, at spredningen på analyseresultaterne for fast staldgødning og dybstrøelse er 2-10 gange højere end for gylle.

Sammenlignes den relative variation (variationskoefficient) i case H med case F, synes denne også at være størst for fast staldgødning, især for parametrene NH4-N, P og K. Det skal bemærkes, at de faste gødninger er anvendt til forsøgsformål og derfor har gennemgået en egalisering forud for prøvetagning. Variationen ved udtagning af fast gødning må i praksis forventes at være større.

Det er ikke muligt at anvise metoder for udtagning af prøver fra lagre af faste organiske gødninger med henblik på planlægningsformål. Dette beror dels på den manglende mulighed for den praktiske gennemførelse og dels på stratificeringen i gødningslagre under opbevaring (Tabel 11). I stedet kan kendskab til tidligere års analyseresultater eller normværdier med fordel anvendes.

Med henblik på intern produktionskontrol kan der i en udbringningssituation derimod udtages prøver fra alle dele af hele partiet. En sekventiel prøvetagning med neddeling efter 'lagkage'-princippet, som er beskrevet i afsnit 4, synes at være en potentiel metode. Også denne metode burde undersøges med henblik på udfærdigelse af vejledningsmateriale. Blandemetoder, som omrøring eller omrystning, kan ikke umiddelbart anbefales, idet der kan være risiko for separering selv om intentionerne har været egalisering. Dette skyldes, at bestanddelene (strøelse, fæces og urin) har forskellige fysiske egenskaber.

For urbane affaldsprodukter betyder de strenge krav til begrænsningen i udledningen af miljøfremmede stoffer, at prøvetagning skal ske forud for udbringning, hvorved sekventiel prøvetagning i udbringingssituationen bliver uaktuel. Derimod kan der udføres sekventiel prøvetagning i forbindelse med selve slamproduktionen. Tilsyneladende er variationen for analyseparametrene mindre for slam end for fast staldgødning, både absolut og relativt, ved udtagning i afgrænsede og homogene partier.

Den relative og absolutte variation (CV og s) for faste organiske gødninger kan sættes i forhold til hverandre samt til variationen i gylle. Der fandtes igen væsentlige forskelle mellem analyseparametrene og derfor kan der opstilles en generel rangorden.

- Den relative variation (CV) øges i følgende rangorden: slam < gylle < kompost < fast staldgødning.
- Den absolutte variation (s) er omtrent ens for både slam og gylle. I fast staldgødninger er spredningen ca. dobbelt så høj som i gylle, og endnu højere i dybstrøelse.

Foretages påfyldning af prøvebeholder og opbevaring som beskrevet i afsnit 5.1 og 5.2, antages det, at disse faktorer ikke påvirker analyseresultatet for NH4-N og dermed heller ikke total-N.

Analytisk er analyser af organiske gødninger relativt ukomplicerede. Problemerne er koncentreret omkring homogenisering og neddeling af prøven. For de flydende gødninger er det kritiske punkt neddeling til analyse for total kvælstof og fosfor. I faste gødninger er den forudgående findeling kritisk når det drejer sig om bestemmelse af total- og ammonium kvælstof, og der er behov for udvikling af udstyr til findeling af uomsatte gødninger indeholdende strå. Den samlede interne neddelings- og analyseusikkerhed er absolut <0.07 (% tørstof eller kg næringsstof/ton, Tabel 16) eller relativt <3.5%, hvilket må betegnes som tilfredsstillende.

Ved udarbejdelse af vejledninger for prøvetagning og prøveneddeling må der ske en afvejning af indsatsen mod formålet. Ved en passende anvendelse af redskaber og ved en praktisk tilrettelæggelse af prøvetagningen og prøveneddeling anses det for muligt, at opgaven kan forestås af ikke-laboratoriekyndigt personale.

7. Appendiks

Appendiks A. Kommissorium

Ministeriet for Fødevarer, Landbrug og Fiskeri anmoder Danmarks JordbrugsForskning om at nedsætte en arbejdsgruppe af personer med analyseteknisk erfaring, der skal beskrive muligheder for at gennemføre analyser af indholdet af kvælstof, fosfor og kalium i organisk gødning og ajle mv.

Arbejdsgruppen skal beskrive de forskellige analysemuligheder, herunder vurdere usikkerheden, i de enkelte håndteringsled så som:
- prøveudtagning
- opbevaring af den udtagne prøve
- risiko for tab af ammoniak fra prøveudtagningstidspunkt til analysetidspunkt
- analysering

Arbejdsgruppen beskriver og vurderer på baggrund af nuværende tilgængelig litteratur og andet materiale ovennævte forhold for følgende gødningstyper: ajle, gylle, fast staldgødning, dybstrøelsesgødning og andre organiske gødninger som spildevandsslam mm.

Ministeriet for Fødevarer, Landbrug og Fiskeri skal anmode Danmarks JordbrugsForskning om at varetage formandsskabet i arbejdsgruppen. Man anmoder Danmarks JordbrugsForskning om at sammensætte arbejdsgruppen, idet man finder, at foruden repræsentanter udpeget fra erhvervet, bør Miljøstyrelsen, Danmarks Miljøundersøgelser, en repræsentant fra de autoriserede laboratorier og Plantedirektoratet være repræsenteret.

Working commission

Describe the possibilities for analysis of the contents of nitrogen, phosphorus and potassium in organic manure and liquid manure etc.

The working group is requested to describe the various options of analysis, including an estimate of the uncertainties at each step of handling such as
- *sampling*
- *storage of sample*
- *risk of ammonia volatilization from time of sampling to analysis*
- *analysis*

The desription has to be based on the presently available literature and other material for the following types of manure: liquid manure (urine), slurry, farmyard manure, deep litter and other organic manures such as sewage sludge, etc.

Appendiks B. Case-stories

I de enkelte cases er der foretaget en beregning af variationskoefficienten ($CV = s/\bar{x} \times 100$), hvorved spredningen (s) normeres i forhold til middeltallet ($\bar{x}$). Variationskoefficienten er den afvigelse, udtrykt som procent, hvor 2/3 af resultaterne vil befinde sig indenfor. Herved er det muligt at sammenligne variationen for de målte parametre i de enkelte cases.

Ved gennemgangen er der foretaget en opdeling i kvæg- og svinegylle, idet disse gødningstyper er et resultat af så forskellige produktionsforhold, at det systematisk vil påvirke gødningens næringsstofsammensætning. I princippet kunne denne systematiske effekt være inddraget i de statistiske modeller, men estimering af en eventuelt vekselvirkning mellem denne systematiske effekt og de tilfældige variationsårsager vil derimod ikke kunne belyses, pga. af det ofte begrænsede antal observationer. Desuden er effekten af gødningstypen stærkt koblet til variationen mellem bedrifter.

Case A - Resultater fra kommercielle laboratorier

I 1995-1997 blev der indsendt gylleprøver til analyse på henholdsvis Steins Laboratorium og Hedeselskabets Laboratorium. For kvæggylle drejer det sig om 400-450 prøver årligt, mens antallet af prøver med svinegylle er steget fra 600 til 1100 i 1996 og yderligere til knap 1800 i 1997. Resultaterne fra disse analyser er venligst formidlet af Landskontoret for Planteavl (Birkmose, pers. komm.). Der foreligger ingen oplysninger om prøvetagningsproceduren, men det antages at være sket efter almindelig god praksis.

Tilsvarende undersøgelse er foretaget i Irland, hvor der i sommeren 1991 blev udtaget prøver fra 50 gyllebeholdere for hver gylletype (O'Bric *et al.*, 1992; Carton, pers. komm.).

Tabel B 1. Variationskoefficient (CV [%]) på landsplan i Danmark for næringsstofindholdet i to gylletyper 1995-97 (Birkmose, pers. komm.), samt i Irland 1991 (O'Bric *et al.*, 1992; Carton, pers. komm.). *Coefficient of variation [%] for two slurry types at national level: Denmark 1995-1997 and Ireland 1991.*

	DM	N	NH4-N	P	K
Kvæggylle					
1995 (n=450)	37	27	26	41	30
1996 (n=450)	28	23	24	34	25
1997 (n=450)	35	27	30	40	28
Irland (n=50)	31	26	-	37	38
Svinegylle					
1995 (n=600)	58	33	32	64	37
1996 (n=1100)	58	30	27	60	33
1997 (n=1800)	53	31	28	58	32
Irland (n=50)	73	45	-	74	37

De to gylletyper adskiller sig ved, at variationen for parametrene tørstof og fosfor er højere i svinegylle end i kvæggylle (Tabel B 1). For tørstof fandtes samme spredning, men pga. det lavere tørstofindhold i svinegylle bliver variationskoefficienten højere. Mht. fosfor var såvel gennemsnittet som spredningen højest i svinegylle. Variationen i disse prøver er et udtryk for den maksimalt forventelige variation, der tilsyneladende er uafhængig af år og land. Variationen i de følgende cases kan sættes i relation til denne maksimale variation.

Case A - Variation in practice

In 1995-1997 several hundred farmers sent samples to commercial laboratories. There is no information about sampling the procedure, but normal good practice is assumed. The obtained variation is assumed to express the maximum possible variation.

Case B - DMU's Landovervågningsoplande

I forbindelse med landovervågningsoplandene er der ved udbringning af husdyrgødning udtaget prøver til analyse (Grant *et al.*, 1996). Prøvetagningen er udført 2 gange årligt i forbindelse med alm. udkørsel af husdyrgødning. Prøveudtagning er i de fleste tilfælde foretaget af de lokale planteavlskonsulenter eller af amtets teknikere, men det er forekommet, at landmanden selv, efter aftale, har udtaget prøven som derefter er blevet afhentet af konsulent/tekniker. Til udtagning i flydende gødninger er der anvendt en 1 L flaske. Fra en omrørt gyllebeholder er der udtaget 10 delprøver, mens der i forbindelse med udkørsel er udtaget fra mindst 5 læs. Delprøverne er samlet i en spand og neddelt til 2-4 L, der i nedkølet tilstand er sendt til laboratorium.

Den beskrevne fremgangsmåde repræsenterer hvad der kan forventes i praksis uden specielle krav til prøvetagningens gennemførelse. Datamaterialet er behæftet med flere usikkerhedsmomenter (Grant *et al.*, 1996), men en analyseserie fra henholdsvis en kvæg- og en svinebedrift er udvalgt til illustration af variationen indenfor en bedrift (Tabel B 2). Det skal dog bemærkes, at der tillige indgår en årsvariation.

Tabel B 2. Variationskoefficient (CV [%]) for to bedrifter i landovervågningsoplandene (Grant, pers. komm.). *Coefficient of variation [%] at two farms in the nitrate-sensitive areas.*

Gylletype	DM	N	NH4-N	P	K
Kvæg (n=5)	21	9	24	78	28
Svine (n=8)	42	26	24	54	31

Case B - Nitrate-sensitive areas

Data from two farms in the nitrate-sensitive areas are selected to illustrate the variation at farm level during several years. The final sample for analysis is based on several subsamples and the sample equipment is a one liter bottle.

Case C - Landskontorets Demonstrationsejendomme

På demonstrationsejendommene (Knudsen & Østergaard, 1998) er der ligeledes udtaget prøver af husdyrgødning. Prøverne kan være udtaget af landmanden, af konsulenten eller af landskontorets personale i forbindelse med gennemførelse af markforsøg med husdyrgødning. Der er imidlertid ingen yderligere beskrivelse af udtagningsproceduren, men da det drejer sig om ejendomme, hvor driftslederen er meget opmærksom på problemerne vedrørende anvendelse af husdyrgødning, så må det formodes, at udtagningen er repræsentativ og er foretaget omhyggeligt. Variationskoefficienten for analyseparametrene på 6 af de 10 bedrifter fremgår af Tabel B 3. Bedrifterne er udvalgt så antallet af prøver er >8 og der er udtaget >2 prøver om året.

For resultaterne fra demonstrationsejendommene er variationen i fosforanalyserne generelt højere end variationen i kvælstof- og kaliumanalyserne (Tabel B 3). Dette tilskrives det forhold, at fosfor følger tørstoffraktionen, mens ammonium-kvælstof og kalium følger vandfasen. Knudsen & Østergaard (1998) konkluderer således, at udtagning af repræsentative prøver for analyse af fosfor er betydeligt vanskeligere end for kvælstof og kalium.

Tabel B 3. Variationskoefficient (CV [%]) i projektet vedrørende demonstrationsejendommene 1991-96 (Knudsen & Østergaard, 1998). *Coefficient of variation [%] at the demonstration farms 1991-96.*

	DM	N	NH4-N	P	K
Ejendomme med overvejende svinebesætninger					
Kalundborg (n=17)	29	14	19	35	41
Roskilde (n=11)	21	11	10	38	9
Holstebro (n=9)	39	16	10	29	12
Ejendomme med overvejende kvægbesætninger					
Tørring (n=13)	12	13	22	17	16
Assens (n=23)	21	18	24	25	13
Korsør (n=10)	12	13	16	23	21

Det skal bemærkes dels, at de anførte variationskoefficienter (Tabel B 3) omfatter også en årsvariation og dels, at antallet af prøver i de enkelte år kan variere. For svinebedrifterne dækker variationen desuden over ændring i fordringspraksis, hvor overskuddet af fosfor og kvælstof er reduceret i løbet af projektperioden 1991-96. Dette er f.eks. illustreret af Petersen (1996), hvor der blev udtaget prøver i perioden marts 1989 til marts 1993 på en enkelt svinebesætning i forbindelse med to årlige udbringninger af gylle til et frøgræsforsøg ved Roskilde Forsøgsstation. De opnåede variationskoefficienter er angivet i Tabel B 4.

Tabel B 4. Variationen i svinegylle udtaget 2 gange årligt i perioden 1989-1993 (J. Petersen, pers. komm.). Prøverne er udtaget på en bedrift under stadig tilpasning af fodernormer. *Coefficient of variation [%] in pig slurry sampled twice a year in 1989-93. The feed norms are continually adjusted.*

Gylletype	DM	N	NH4-N	P	K
Svine (n=9)	24	14	17	32	22

Case C - Demonstration Farms

Field experiments were carried out at the demonstation farms during 1991-96, where sampling was performed in connection with application of the slurry. Data from six out of ten demonstation farms were selected on the basis of >8 samples and >2 samples per year. The stock is either mainly pigs or cattle. It should be noted that the variation includes the effect of year, and that the numbers of samples in the years are variable. The sampling procedure is not described.

Case D - Silstrup Forssøgsstation

I forbindelse med den almindelige gyllehåndtering, herunder udbringning til forsøg, på Silstrup Forsøgsstation er der i perioden 1990-95 udtaget en halv snes husdyrgødningsprøver pr. udbringningssæson (Ohlsson, pers. komm.). Indtil 1994 skete opbevaringen i to beholdere, A og B á henholdsvis 800 og 600 m^3. I vinteren 1993/94 etableredes yderligere en gyllebeholder (C) på 1300 m^3 (Moestrup, pers. komm.). Samtidig etableredes opsamling af vaskevand fra bl.a. malkerum, samt overfladevand fra åben mødding. Den producerede husdyrgødning stammer fra kvæg, der indgår i fodringsforsøg, hvilket er en atypisk produktionsbetingelse som også kan have påvirket variationen i næringsstofindholdet.

Proceduren er, at de tre lagerbeholdere fyldes efter tur og tømmes i samme rækkefølge. Analyseresultaterne fra de 6 udbringningssæsoner stammer således fra forskellige beholdere, repræsenterende forskellige produktionsperioder. Kun for nogle enkelte prøver har det med det foreliggende datamateriale været muligt at foretage en analyse af variationen for hver enkelt beholder. I praksis kan der på lignende vis findes flere gyllebeholdere på de enkelte bedrifter.

Forud for udbringning foretages en grundig omrøring og i løbet af udbringningen foretages en kort omrøring ca. hver 4. time. Der udtages en delprøve fra hvert udkørt læs, og delprøverne samles for en udbringningsperiode på ½-1½ dag, afhængig af bl.a. markstørrelse. Samleprøven neddeles og sendes til analyse.

Den høje variation for kalium i 1995 skyldes især en enkelt prøve (udtaget i tank C), men også det generelle forhold, at prøverne er udtaget fra forskellige beholdere.

Indtil 1994 viste indholdet af fosfor en betydelig højere variation end de øvrige næringsstoffer (Tabel B 5). Det generelle fald i variationen, især for fosfor, i perioden 1990-93 skyldes formodentlig øget opmærksomhed på vigtigheden af omrøring forud for udbringing.

Tabel B 5. Variationskoefficient (CV [%]) for næringsstofparametre målt i kvæggylle ved Silstrup Forsøgsstation 1990-95 (Ohlsson, pers. komm.). *Coefficient of variation [%] in cattle slurry at Silstrup Experimental Station. Samples from storage tanks A, B and C in 1990-95. In 1995 samples from storage tanks B and C have been identified.*

Tank og år	DM	N	NH4-N	P	K
AB, 1990 (n=10)	28	17	17	26	10
AB, 1991 (n=9)	26	16	14	27	8
AB, 1992 (n=10)	13	10	10	11	9
AB, 1993 (n=10)	13	7	9	19	7
ABC, 1994 (n=7)	23	11	12	8	8
ABC, 1995 (n=10)	33	14	17	6	25
B, 1995 (n=3)	12	5	4	3	6
C, 1995 (n=3)	17	14	14	6	16

Case D - Silstrup Experimental Station

Samples of cattle slurry were taken in connection with each application during 1990-1995. The slurry originates from stock involved in feeding experiments. Until 1994 the slurry was stored in tanks A and B, of 800 and 600 m^3, respectively. In 1994 the storage capacity was enlarged by a 1300 m^3 storage tank (C) and in addition the collection system was extended to include water from the hosing down of milking parlours and surface water from unroofed dung heaps. The storage tanks were filled and emptied in the same order, resulting in samples representing different production periods. Only in 1995 has it been possible to assign the samples to a specific storage tank. The tanks were stirred ½-1½ day before sampling.

Case E - Systemforskningsarealerne på Foulumgård

I forbindelse med driften af Systemforskningsarealerne på Foulumgård er der anvendt kvæg- og svinegylle i henholdsvis kvægbrugs- og svinebrugssædskiftet (Mikkelsen, pers. komm.). Ved hver udbringning er der foretaget prøveudtagning, ialt 185 prøver i perioden 1987 til 1996 (Nielsen, pers. komm.). For hvert år og gylletyper er der her foretaget beregning af variationskoefficienten for de analyserede parametre.

I løbet af vinteren er de åbne beholdere fyldt med henholdsvis kvæg- og svinegylle. Sædvanligvis er der foretaget efterfyldning 2-4 gange, da forbruget af husdyrgødning på Systemforskningsarealerne ikke har kunnet dækkes med indholdet i en beholder (Mikkelsen & Nielsen, pers. komm.). Det har ikke været muligt at foretage opdeling af prøverne i perioder svarende til intervallerne mellem efterfyldningerne. Derudover er beholderne åbne som i praksis og derfor udsat for ændringer i næringsstofkoncentration som måtte være påvirket af direkte nedbør og vandfordampning, og for kvælstof desuden af ammoniakfordampning.

Tabel B 6. Variationskoefficient (CV [%]) for næringsstofparametre i kvæggylle ved Systemforskningsarealerne (Mikkelsen & Nielsen, pers. komm.). *Coefficient of variation [%] in cattle slurry used in the Danish Farming Systems Experiment at Foulum Experimental Station (Foulumgaard) in 1987-96.*

	DM	N	NH4-N	P	K
1987 (n=11)	9	3	13	5	3
1988 (n=15)	26	21	23	28	14
1989 (n=19)	37	8	10	18	11
1990 (n=15)	3	7	3	45	12
1991 (n=14)	13	14	15	14	11
1992 (n=15)	12	10	11	18	16
1993 (n=13)	3	1	4	3	3
1994 (n=14)	10	12	13	17	9
1995 (n=13)	10	16	16	10	18
1996 (n=8)	2	4	6	19	6

Tabel B 7. Variationskoefficient (CV [%]) for næringsstofparametre i svinegylle ved Systemforskningsarealerne (Mikkelsen & Nielsen, pers. komm.). *Coefficient of variation [%] in pig slurry used in the Danish farming systems experiment at Foulum Experimental Station (Foulumgaard) in 1987-96.*

	DM	N	NH4-N	P	K
1987 (n=3)	2	2	4	8	10
1988 (n=4)	16	5	13	20	16
1989 (n=4)	16	5	13	14	67
1990 (n=4)	7	2	-	1	-
1991 (n=4)	11	3	2	6	3
1992 (n=4)	20	2	3	9	52
1993 (n=4)	8	-	5	3	-
1994 (n=5)	17	10	6	18	7
1995 (n=6)	6	8	5	8	7
1996 (n=10)	41	12	12	40	17

De meget høje variationskoefficienter (>30) skyldes primært et enkelt afvigende analyseresultat, men også proceduren med efterfyldning har i en ikke ubetydelig grad bidraget til variationen.

Umiddelbart er variationen større i kvæggylle end i svinegylle. Svinegyllen udbringes primært om foråret til forårssåede afgrøder og vintersæd, hvilket giver en meget kort udbringningssæson på 1 uge til 1 måned. Effekten af nedbør/fordampning er således begrænset.

Kvæggylle udbringes over en længere periode, idet denne gødningstype også anvendes efter græsslæt. Udbringningsperioden bliver således april til august og i denne lange opbevaringstid kan nedbør/fordampning have betydning, især i løbet af sommermånederne, hvor beholderens fyldningsgrad desuden kan være lav.

Der er tilsyneladende en vekselvirkning mellem længden af opbevaringsperioden og gylletype. Dette betyder, at med det foreliggende datagrundlag, kan årsagen til den større variation i kvæggylle ikke isoleres.

Case E - The Danish Farming Systems Experiment at Foulum

Pig and cattle slurry were used in two different crop rotations: winter wheat and spring-sown crops representing pig farms, and spring-sown crops and grass representing dairy cattle farms. The storage tanks were filled during the winter and often refilled 2-4 times during the growing season. It has not been possible to assign the samples to the fillings. The slurry came from animal stock used in the feeding and breeding experiments at Research Centre Foulum. During 1987-96 a total of 185 samples was taken. The tanks were stirred 1 day before sampling. Due to the refilling procedure the variation is assumed to be higher than at a farm.

Case F - Askov Forsøgsstation

Analyserresultaterne fra Landovervågningsoplandene, Demonstrationsbrugene, Silstrup Forsøgsstation samt Systemforskningsarealerne (case B-E) stammer alle fra prøver udtaget i lagerbeholdere med kontinuerlig tilførsel af frisk gylle (incl. vaskevand etc). For Landovervågningsoplandene og Demonstrationsbrugene er beregningerne desuden foretaget på prøver udtaget over flere år. Denne tidsmæssige variation har ydet et ikke uvæsentligt bidrag til variationen i de målte parametre. Derfor skal der nedenfor belyses variationen under forhold, hvor der ikke sker yderligere tilledning i løbet af udbringningssæsonen hvilket svarer til prøvetagningsperioden.

Proceduren vedrørende håndtering af husdyrgødning på Askov Forsøgsstation er således: I løbet af vinteren hentes gylle på henholdsvis et kvægbrug og et svinebrug. Indtil udbringning foretages opbevaring i de dertil indrettede og overdækkede gyllebeholdere. Inden hver udbringning foretages en grundig omrøring. Prøven udtages af den gylle der aktuelt udbringes. I parcelforsøgene er forbruget af gylle langt mindre end på Systemforskningsarealerne, og derfor kan et enkelt læs således dække en udbringningshændelse i et helt parcelforsøg. Resultaterne fra disse analyser kan således belyse variationen mellem læs ved helt optimale udtagningsforhold.

I forbindelse med gennemførelse af et markforsøg med svinegylle på Askov Forsøgsstation blev der i perioden 1992-1995 foretaget 6-7 udbringninger pr. sæson (J. Petersen, pers. komm.). Udbringningerne blev foretaget over en periode på mindre end en måned. Ved hver udbringning blev der udtaget en prøve til analyse.

Tabel B 8. Variationskoefficient (CV [%]) for næringsstofparametre i svinegylle ved Askov Forsøgsstation (J. Petersen, pers. komm.). *Coefficient of variation [%] in pig slurry used in an experiment at Askov Experimental Station in 1992-95.*

	DM	N	NH4-N	P	K
1992 (n=7)	14	2	1	7	2
1993 (n=7)	5	7	3	17	2
1994 (n=7)	3	2	2	8	12
1995 (n=6)	7	2	3	6	0

Også under disse forhold er fosfor relativt set den parameter med den højeste variationskoefficient (Tabel B 8), men variationen er reduceret betydeligt i forhold til variationen i de øvrige cases. Årsagen til den høje variation for kalium i 1994 skyldes et enkelt afvigende resultat. Set i lyset af den ellers generelt meget lave variation tilskrives denne afvigelse en analysefejl.

Tilsvarende opgørelse kan foretages for gylleanalyser udført i forbindelse med gennemførelse af to markforsøg med kvæggylle til græs på Askov og Lundgård Forsøgsstationer i perioden 1993-1995 (J. Petersen, pers. komm.). Der blev over en periode på 3-4 dage foretaget 5-6 udbringninger pr. sæson. Ved hver udbringning blev der udtaget en prøve til analyse.

Tabel B 9. Variationskoefficient (CV [%]) for næringsstofparametre i kvæggylle ved Askov Forsøgsstation (J. Petersen, pers. komm.). *Coefficient of variation [%] in cattle slurry used in experiments at Askov Experimental Station in 1993-95.*

	DM	N	NH4-N	P	K
1993 (n=6)	5	15	7	8	1
1994 (n=6)	6	4	4	16	9
1995 (n=5)	1	3	6	4	1

Sammenlignet med case B-E reduceres variationen ved udtagning fra et afgrænset parti, men der er fortsat en tendens til, at variationen er større for kvæggylle end for svinegylle. Ligeledes synes variationen for fosfor at være større end for de vandopløselige næringsstoffer endda uden, at variationen for tørstof er af tilsvarende størrelse (Tabel B 9).

Case F - Askov Experimental Station

The samples in cases B-E were from storage tanks with a continuous (or batch) supply of fresh slurry, and in some cases (B-C) the samples were taken during several years.

Contrary to this, the sampling at Askov was carried out in batches and the variation may be related to sampling. The covered storage tanks were filled during the winter only, and the slurry was stirred before being pumped to the application equipment. One sample was taken from the application equipment at each application.

In 1992-95 pig slurry was sampled 6-7 times each year during a period of 2-3 weeks, and similarly in 1993-95 cattle slurry was sampled 5-6 times each year during a period of 3-4 days. The variation was reduced by batch sampling compared with the sampling procedure in cases B-E.

Case G - Ringanalyser

I 1995-97 har Landskontoret for Planteavl gennemført ringanalyser, hvor der årligt er sendt 2-4 og 3-5 prøver af hhv. kvæg- og svinegylle til analyse på 4 laboratorier (Birkmose, pers. komm., Birkmose, 1996, 1997). De ialt 20 prøver stammer fra forskellige bedrifter (Birkmose, pers. komm.). Dette datamateriale er benyttet til estimation af spredning for varianskomponeten 'Bedrift', jvnf. afsnit 2.4.

I 1997 har de fire deltagende laboratorier forbedret analysegangen i forhold til 1995 og 1996. Derfor er estimation af residualspredningen kun sket for 1997 (Tabel B 14) og pga. det begrænsede antal prøver (2 kvæg og 3 svin), er der ikke foretaget en opdeling i gylletyper. Residualspredningen anvendes i afsnit 2.4 som udtryk for den minimumsspredning, der kan forventes på analyseresultaterne, mens der i afsnit 4 omtales hvilke faktorer, der på laboratoriet bidrager til denne spredning.

Ved en uvarslet ringanalyse har laboratoriet på analysetidspunktet ikke kendskab til, at de pågældende prøver ikke er almindelige produktionsanalyser. Den på ringanalyser målte spredning skyldes dels neddelings- og analysevariation indenfor og mellem laboratorierne, samt dels neddelingsvariation ved fremstilling af parallelprøverne.

Case G - Ring analysis

During 1995-97 a total of 20 samples of pig and cattle slurry were sent to four laboratories as parallel samples (ring analysis). All data were used for estimating the standard deviation for farms ('Bedrift') in section 3.4.

In 1997 the four laboratories had improved their handling and analysing procedure compared with 1995 and 1996. Estimation of the residual variance is based on the 1997 samples only, and due to the low number (3 for pig and 2 for cattle) the data for the two slurry types were pooled. In section 3.4 the residual variation is used to express the minimum standard deviation expected when sending slurry samples to a laboratory, but in section 5 the deviation is divided into the deviation within the laboratory and the deviation between laboratories.

Case H - Fast staldgødning

Petersen *et al.* (1998) har målt tabet af kvælstof og organisk stof under oplagring af fast staldgødning (kvæg og svin). Der blev for hver gødningstype etableret en halvkugleformet gødningsstak med frisk gødning hentet fra en nærliggende bedrift. Gødningen blev homogeniseret inden etablering af gødningsstak og der blev udtaget prøver til bestemmelse af det initiale indhold af næringsstoffer. Lagerperioden var 3 måneder uden overdækning, og der

blev ikke tilført yderligere gødning i denne periode. Det grundliggende datamateriale er stillet til rådighed (S.O. Petersen, pers. komm.) og variationen i næringsstofparametrene er beregnet (Tabel B 10).

Tabel B 10. Variationskoefficienter (CV [%]) for næringsstofparametre i fast kvæg- og svinegødning målt ved etablering af gødningsstakkene (S.O. Petersen, pers. komm.). *Coefficient of variation [%] in farmyard manure (cattle or pig) at establishment of small heaps. The manure was mixed before sampling.*

	DM	N	NH4-N	P	K
Kvæg (n=6)	4	9	18	13	16
Svin 1 (n=6)	4	5	51	9	9
Svin 2 (n=8)	9	6	17	21	5

Variationskoefficienten for ammonium-N og fosfor er høj i forhold til de øvrige analyseparametre, mens variationskoefficienten for DM og N forekommer relativt lave, hvilket formentlig skyldes den forudgående homogenisering.

Case H - Farmyard manure

The variation in different types of farmyard manure was determined by samples taken in connection with the establishment of 3 small experimental heaps. The manure was mixed before sampling.

Case I - Dybstrøelse

I forbindelse med gennemførelse af projektet 'Næringsstofhusholdning, planteproduktion og planteværn i økologiske kvægbrugsbedrifter' er der til hver af dyrkningssæsonerne 1995-97 hjemtaget 20 ton dybstrøelse (Askegaard, pers. komm.). Partiet er relativt lille og udvælgelsen er sket med henblik på at opnå et ensartet parti. Den udtagne gødning har ikke været lagret i mere end 3 måneder og det har ikke drejet sig om samme besætning hvert år.

Der blev udtaget en prøve i forbindelse med hjemtagningen. Homogenisering af partiet er sket ved aflæsning fra en fastgødningsspreder i stationær position, og også i denne forbindelse er der udtaget en prøve. Indtil udbringning er dybstrøelsen opbevaret overdækket med plast. I forbindelse med udbringning er der udtaget yderligere to-tre prøver. Slutprøverne er dannet udfra en samleprøve bestående af 12-15 grebfulde, der er udtaget ved nedgravning til frisk gødning. Samleprøven er blandet og gennemrystet med greb. Bunken er omskovlet en gang hvorefter slutprøven er udtaget.

Tabel B 11. Variationskoefficient (CV [%]) i dybstrøelse (Askegaard, pers. komm.). *Coefficient of variation [%] in deep litter from cattle. The litter was mixed before sampling.*

	DM	N
1995 (n=4)	13	5
1996 (n=5)	9	3
1997 (n=5)	6	12

Datamaterialet omfatter kun analyseparametrene DM og N. Den forudgående homogenisering er formentlig årsag til de relativt lave variationskoefficienter.

Case I - Deep litter

Deep litter was used in a field experiment during 1995-97. The litter came from a local farm, and was mixed before temporary storage. Sampling was carried out in connection with both collection and mixing, and 2-3 times during application. Each sample was composed of 12-15 subsamples (a forkful of fresh manure). These were combined in a small heap, shaken with the fork and shovelled into a second heap before final sampling.

Case J - Produktionskontrol af slam

I 'Centret for Bæredygtig Arealanvendelse og Forvaltning af Miljøfremmede Stoffer, Kulstof og Kvælstof' under 'Det Strategiske Miljøforskningsprogram 1997-2000, Delprogrammet om bæredygtig arealanvendelse', anvendes to slamtyper: dels anaerobt og aerobt slam fra samme renseanlæg. Som en del af samarbejdet med affaldsleverandøren har Centret modtaget produktionsanalyser for 1997 (Lind, pers. komm.; J. Petersen, pers. komm.). Normalt er indholdet af ammonium-kvælstof og kalium ubetydeligt og derfor foretages kun de påkrævede analyser jvnf. Affaldsbekendtgørelsen (Miljø- og Energiministeriet, 1996). De 10 prøver er udtaget med ca. 5 ugers mellemrum. Variationen synes ikke at være afhængig af hverken slamtype eller analyseparameter (Tabel B 12).

Tabel B 12. Variationskoefficienter (CV [%]) for næringsstofparametre i 2 slamtyper (Lind, pers. komm.). *Coefficient of variation [%] in anaerobically and aerobically digested sewage sludge during a year (1997).*

	DM	N	NH4-N	P	K
Anaerobt (n=10)	4	5	-	8	-
Aerobt (n=10)	10	7	-	10	-

Case J - Production control of sewage sludge

Sewage treatment plants are by legislation ordered to analyse for contents of e.g. heavy metals by taking several samples during the year. The analyses include dry matter, total nitrogen and phosphorus, but not ammonia nitrogen and potassium. Data from 1997 are obtained from a treatment plant producing both anaerobic and aerobic sewage sludge.

Case K - Prøvetagningsvariation i slam, kompost og fast staldgødning

I 'Centret for Bæredygtig Arealanvendelse og Forvaltning af Miljøfremmede Stoffer, Kulstof og Kvælstof' under 'Det Strategiske Miljøforskningsprogram 1997-2000, Delprogrammet om bæredygtig arealanvendelse', udføres markforsøg med fire forskellige affaldstyper. Det drejer sig om to slamtyper (anaerobt og aerobt behandlet, men fra samme renseanlæg), komposteret husholdningsaffald samt fast svinegødning. Forud for udbringning er variationen i de leverede og homogeniserede partier belyst ved udtagning af 10 delprøver fra hvert parti. Disse delprøver er analyseret for indhold af DM, aske samt N, P og K.

Tabel B 13. Variationskoefficienter (CV [%]) for næringsstofparametre i 4 affaldsprodukter ved Askov Forsøgsstation (J. Petersen, pers. komm.). *Coefficient of variation [%] in four types of organic matter: anaerobically and aerobically digested sewage sludge, composted household waste and FYM (pig). Sampled in small mixed heaps.*

	DM	Aske	N	P	K
Anaerobt slam (n=10)	2	2	2	3	3
Aerobt slam (n=10)	1	2	2	1	3
Komposteret husholdningsaffald (n=10)	5	7	5	7	5
Fast svinegødning (n=10)	4	7	6	6	4

Fast svinegødning består af en blanding af fæces og halmrester, hvilket vanskeliggør prøveudtagningen. Variationskoefficienten er således højere end i slamprodukterne, der er et resultat af en bearbejdning (Tabel B 13).

Case K - Batch sampling of sewage sludge, composted household waste and farmyard manure.

Two types of sewage sludge (anaerobic and aerobic as in case J), composted household waste and farmyard manure from pigs were used in field experiments in 1998. The manures were temporarily stored in small heaps. Ten subsamples were taken from each heap and analysed.

Case L - Løbende produktion på laboratorier

Laboratorievariationen er vurderet på grundlag af statistisk materiale fra den løbende produktion på Hedeselskabets Laboratorium og Centrallaboratoriet, Danmarks Jordbrugs-Forskning (Klarskov, pers. komm.; Sørensen, pers. komm.). For de to laboratorier angiver variationskoefficienten neddelings- og analysevariation, mens den for ringanalyse også indeholder variationen mellem laboratorier, samt neddelingsvariationen i forbindelse med fremstilling af parallelprøver (Tabel B 14). Til sammenligning er angivet tilsvarende data for analyse af fodermidler.

Tabel B 14. Variationskoefficienter for laboratoriers interne variation. For analyseparametrene NH4-N, P og K omfatter resultaterne fra Hedeselskabet både gylle og fast staldgødning. For analyseparameteren N omfatter fodermidler to selvstændige serier. *Coefficient of variation [%] at two laboratories: Central laboratory and Hedeselskabet (slurry and FYM). For comparison ring analysis 1997 and variation at the Central laboratory for feeding stuffs are included.*

	n	DM	N	NH4-N	P	K
Centrallaboratoriet, gylle	50-57	1.3	1.6	2.0	3.4	2.4
Hedeselskabets laboratorie, gylle	26-54	-	1.3	2.1	3.4	3.7
Hedeselskabets laboratorie, fast staldgødning	34	-	2.3	-	-	-
Ringanalyse 1997	19-20	6.3	2.7	3.1	8.2	5.9
Fodermidler (Centrallaboratoriet)	50-100	-	1.1/2.5	-	2.6	1.5

Variationen er af samme størrelse på de to laboratorier, mens ringanalysen, der omfatter flere ikke-isolerbare variationsårsager, forøger variationen. I forhold til analyser af fodermidler er variationen på de to laboratorier forøget beskedent for analyseparametrene P og K.

Case L - Continuous control at the laboratories

The variation for two laboratories (Central laboratory and Hedeselskabet) includes the variation due to both division and analysis of the sample. The variation for the ring analysis also includes the variation between laboratories and the variation in connection with forming parallel samples.

Appendiks C. Regler for prøvetagningen af handelsgødning og slam

Handelsgødning

Plantedirektoratets interne instruks for prøvetagning i handelsgødning er baseret på EF-direktiver (T. Knudsen, pers. komm; Anonym, 1977, 1987). Denne instruks opstiller strenge krav om, at slutprøven skal være repræsentativ, idet den er bestemt til afgørelse af, om indholdet af næringsstoffer i et afsluttet vareparti er i overensstemmelse med det for varen deklarerede. En mere lempelig instruks kan anvendes såfremt det drejer sig om udtagning af enkeltprøver, hvor formålet er enten at afgøre om et givet vareparti er af den deklarerede type eller at beskrive den indholdsmæssige variation i et enkelt vareparti (T. Knudsen, pers. komm.).

I prøvetagningsinstruksen for EØF-gødninger anvendes følgende definitioner (jvnf. Anonym, 1977):

Parti	Den samlede levering af den vare som ønskes undersøgt. Der skal kunne udtages enkeltprøver af alle dele af et parti.
Enkeltprøver	Den mængde, der er udtaget et enkelt sted i partiet (=delprøve).
Samleprøve	Et samlet, forenet antal enkeltprøver, udtaget af samme parti.
Reduceret prøve	En repræsentativ del af en samleprøve fremstillet ved reduktion af samme.
Slutprøve	En repræsentativ del af den reducerede prøve.

I relation til husdyrgødning er det relevant at referere reglerne for udtagning i større partier af flydende gødninger, dvs. over 80 tons.

Til selve prøveudtagningen anvendes en plastikflaske med et rumindhold på mindst 0.5 liter, anbragt på et skaft. Flasken er forsynet med en prop, der skal kunne fjernes med en snor. Der skal udtages mindst 40 enkeltprøver. Slutprøven skal være mindst 500 g.

Såfremt beholderens indhold kan omrøres mekanisk foretages en sådan omrøring. Herefter deles beholderen imaginært op i et antal dele svarende til det antal enkeltprøver der skal udtages. Prøverne udtages herefter med mindst en fra hver af disse imaginære dele. Denne fremgangsmåde anvendes ligeledes når der ikke foreligger mulighed for omrøring.

Såfremt beholderens omrøringssystem kan homogenisere varen fuldstændigt, kan prøverne, med passende tidsinterval, udtages et sted i omrøringssystemet.

Slam

Prøveudtagning af slam til analyse sker ikke med henblik på analyse af næringsstofindholdet, men derimod for at sikre, at landbrugsjorden ikke tilføres uacceptable mængder af tungmetaller og miljøfremmede stoffer (Miljø- og Energiministeriet, 1996). Derfor stilles der meget strenge krav til prøvetagningshyppighed og selve prøvetagningsproceduren (Plantedirektoratet, 1997b, 1997c).

Udtagning i flydende slamprodukter kan foretages på samme måde som ovenfor beskrevet for flydende handelsgødninger. Derudover angiver Plantedirektoratet (1997c) yderlige to metoder. Den ene er en sænke-prøvecylinder (sinker-sampler) med mindst 1 liter rumindhold. Dette udstyr findes i flere udformninger, men fælles er, at cylinderen er i stand til udtage en prøve fra vilkårlig dybde. Den anden metode benævnes søjleudtagning og består af et rør med en indvendig diameter på ca. 4 cm. Længden er tilpasset således, at røret kan nå bunden af beholderen. Når røret er nedsænket kan det lukkes med en bundprop. Søjlemetoden anbefales til udtagning af flydende slam (Plantedirektoratet, 1997c).

Prøveneddeling af flydende varer skal ske under stadig omrøring/homogenisering. Med ske udtages delmængder af samleprøven indtil den ønskede slutprøvemængde er opnået.

Udtagning i faste affaldsprodukter skal ske med skovl (0.25-0.5 L), søger eller bor (Plantedirektoratet, 1997c). Det foreskrevne antal delprøver ligger mellem 7-35 afhængig af partiets størrelse. Der foretages en imaginær opdeling af partiet som beskrevet og der udtages en prøve fra hver imaginær del. Efter homogenisering af samleprøven skal prøveneddeling foretages med egnet apparatur (ikke nærmere beskrevet) eller ved firdelingsmetoden.

Ved firdelingsmetoden homogeniseres/blandes prøven og lægges/bredes ud på et rent underlag. Med et kors med mindst 5 cm høje, skarpe, nedadvendte ægge deles prøven i fire lige store dele. Én af disse vælges tilfældig til, om nødvendigt, yderlige neddeling indtil den ønskede slutprøvemængde er opnået.

Legislation for sampling mineral fertilizer and sewage sludge:

The sampling procedure for mineral fertilizer is based on EEC-directives.

Sampling of sewage sludge does not focus on the nutrient content, but has to ensure that heavy metals etc. are not applied to agricultural land. The authorized methods for sampling and dividing into a final sample in both liquid and solid sludges are summarised.

8. Referencer

8.1 Skriftlige referencer

Anonym 1971 Kommissionens første direktiv af 15. juli 1971 om fastsættelse af fælles analyse metoder til den officielle kontrol af foderstoffer. De Europæiske Fællesskabers Tidende, L155/13, 436-439.

Anonym 1977 Kommissionens direktiv (77/535/EØF) af 22. juni 1997 om tilnærmelse af medledmsstaternes lovgivning om stikprøve- og analysemetoder for gødning. EØF-tidende L213 af 22. august 1977, p 1-89.

Anonym 1987 Kommissionens direktiv (87/566/EØF) af 24. november 1987 om ændring af direktiv 77/535/EØF om tilnærmelse af medledmsstaternes lovgivning om stikprøve- og analysemetoder for gødning. EØF-tidende L342 af 4. dec. 1987, p 32-34.

Anonym 1989 Rapport fra Arbejdsgruppe vedrørende prøvetagning i husdyrgødning. Statens Planteavlsforsøg, Fagligt Sekretariat, Foulum. 20pp.

AOAC 1990, 15. Ed. No 978.02 Nitrogen (total) in fertilizers. Kjeldahl Methods, s 18-19.

Askestad, E. 1987 Plant for aerator testing and parameter measurements during aerobic waste treatment. IBT-rapport nr. 242, Institut for Bygningsteknik, Norges Landbrukshøgskole, Ås-NLH.

Benjaminsen, J. & Jensen, J. 1956 En kolorimetrisk metode til bestemmelse af fosforindholdet i planter. Tidsskrift for Planteavl **59,** 96-105.

Birkmose, T.S. 1996 Ringanalyse af gylle, foråret 1996. Planteavlsorientering, Landbrugets Rådgivningscenter, serie 07 nr. 318, 17. juli 1996, 2pp.

Birkmose, T.S. 1997 Ringanalyse af husdyrgødning, 1997. Planteavlsorientering, Landbrugets Rådgivningscenter, serie 07 nr. 341, 11. juni 1997, 2pp.

Crooke, W.M. & Simpson, W.E. 1971 Determination of ammonium in Kjeldahl digest of crops by an automated procedure. J. Sci. Food Agric. **22**, 9-10.

Derikx, P.J.L., Ogink, N.W.M. & Hoeksma, P. 1997 Comparison of sampling methods for animal manure. Neth. J. Agric. Sci. **45**, 65-79.

Grant, R., Jensen, P.G., Andersen, H.E., Laubel, A.R., Deibjerg, C., Rasmussen, H. & Rasmussen, P. 1996 Vandmiljøplanens Overvågningsprogram 1995 Landovervågningsoplande. Faglig rapport fra DMU, nr. 175. Miljø- og Energiministeriet, Danmarks Miljøundersøgelser.

Hansen, B. 1989 Determination of Nitrogen as elementary N, an alternative to Kjeldahl. Acta Agric. Scand. **39,** 113-118.

Hoeksma, P., Ogink, N.W.M., Derikx, P.J.L. & Groot Roessink, G. 1995 Bemonstering van varkens- en rundveedrijfmest in silo's (Sampling of pig and cattle slurry in silo's). Wageningen, IMAG-DLO Dienst Landbouwkundig Onderzoek, Instituut voor Milieu- en Agritechniek, Rapport 95-18, 30pp.

Kjellerup, V. 1986. Agros nitrogen meter for estimation of ammonium nitrogen in slurry and liguid manure. In A. Dam Kofoed (Ed.) Efficient Land Use of Sludge and Manure. Elsevier Applied Science Publishers, p 216-223.

Kjellerup, V. & Petersen, J. 1989. Rumlig variation i gyllens tørstof- og næringsstofindhold under opbevaring. Statens Planteavlsforsøg. Tidsskr. Planteavl **93**, 299-306.

Klarskov, K. 1997 Resultater af dobbeltbestemmelser af husdyrgødning, Hedeselskabets Laboratorium 1997. Personlig meddelelse.

Knudsen, L. & Østergaard, H.S. 1998 Demonstrationsejendomme for bedre udnyttelse af husdyrgødning. Under udarbejdelse.

Knudsen, L. 1997 Husdyrgødning på landsplan. I Poulsen, H.D. & Kristensen, V.F. (red.) Normtal for husdyrgødning. En revurdering af danske normtal for husdyrgødningens indhold af kvælstof, fosfor og kalium. Beretning nr. 736, Danmarks JordbrugsForskning. 165pp.

Kristensen, R.K. 1907. Undersøgelser af Ajle, særlig med hensyn til dens Tab af Kvælstof under Opbevaringen. Tidsskr. Planteavl **14**, 276-291.

Landbrugs- og Fiskeriministeriet 1994 Bekendtgørelse om husdyrhold og arealkrav for landbrugsejendomme. Bekendtgørelse nr. 1147 af 9. december 1994.

Landbrugs- og Fiskeriministeriet 1996 Bekendtgørelse om tilsyn med kvaliteten af kommunalt spildevandsslam og komposteret husholdningsaffald m.m. til jordbrugsformål. Bekendtgørelse nr. 831 af 19. september 1996.

Martzopoulos, G.G. & Nielsen, V.C. 1980 A comparison of three types of slurry sampling device. J. Agric. Engng. Res., **25** (3), 279-286.

Miljø- og Energiministeriet 1994 Bekendtgørelse om erhversmæssig dyrehold, husdyrgødning, enslage mv.. Bekendtgørelse nr. 1159 af 19. december 1994.

Miljø- og Energiministeriet 1996 Bekendtgørelse om anvendelse af affaldsprodukter til jordbrugsformål. Bekendtgørelse nr 823 af 16. september 1996.

O'Bric, C. Carton, O.T., O'Toole, P., Cuddihy, A. & Lenehan, J.J. 1992 Nutrient values of cattle and pig slurries on Irish farms and their implications for application rates. Proc. Irish Grassland and Animal Production Association 18th Annual Research Meeting, Dublin. pp. 9-10.

Petersen, J. (red.) 1996 Husdyrgødning og dens anvendelse. SP-rapport nr. 11, 160 pp.

Petersen, J. 1997 Slam som kilde for organisk stof og næringsstoffer i plantedyrkningen. Tidsskrift for Landøkonomi **184** (1), 48-54.

Petersen, J. & Kjellerup, V. 1990. Fordeling af næringsstoffer i gyllebeholdere. Statens Planteavlsforsøg, Grøn Viden, Landbrug, nr. 47.

Petersen, S.O., Lind, A.-M. & Sommer, S.G. 1998 Nitrogen and organic matter losses during storage of cattle and pig manure. J. Agric. Sci., Camb. **130**, 69-79.

Plantedirektoratet 1996 Bekendtgørelse om ændring af bekendtgørelse om behov for tilførsel af kvælstof og indhold af kvælstof i husdyrgødning. Ændringsbekendtgørelse nr. 1146 af 13. december 1996.

Plantedirektoratet 1997a Danmarks forbrug af handelsgødning 1995/96

Plantedirektoratet 1997b Bekendtgørelse om tilsyn med kvaliteten af kommunalt spildevand og komposteret husholdningsaffald m.m. til jordbrugsformål. Bekendtgørelse nr. 528 af 20. juni 1997.

Plantedirektoratet 1997c Plantedirektoratets minimumkrav til akkrediteret prøvetagningsforskrift for kommunalt spildevandsslam og af komposteret husholdningsaffald. Plantedirektoratet maj 1997, 8pp+1 bilag.

Sibbesen, E. 1990. Kvælstof, fosfor og kalium i foder, animalsk produktion og husdyrgødning i dansk landbrug i 1980-erne. Tidsskr. Planteavl Beretning nr. S2054. 21 pp.

Smith, K.A., Nicholson, R.J., Williams, J.R. & Chambers, B.J. 1993 A review of rapid methods for assessing the nutrient content of organic manures. Report to MAFF Environmental Protection Division, Project Number WA 0506. ADAS November 1993.

Sommer, S.G., Christensen, B.T., Nielsen, N.E. & Schjørring, J.K. 1993 Ammonia volatilization during storage of cattle and pig slurry: Effect of surface cover. J. Agric. Sci., Camb., **121**, 63-71.

Sommer, S.G., Kjellerup, V. & Kristjansen, O. 1992 Determination of Total Ammonium Nitrogen in Pig and Cattle Slurry: Sample preparation and Analysis. Acta Agric. Scand. Sect. B, Soil and Plant Sci. **42,** 146-151.

Stuffins, C.B. 1967 The Determinations of Phosphate and Calcium in Feeding Stuffs. Analyst **92**, 107-111.

Tunney, H. & Molloy, S. 1975 Variations between farms in N, P, K, Mg and dry matter composition of cattle, pig and poultry manures. Ir. J. agric. Res. **14**, 71-79.

Sørensen, N.K. 1997 Resultater af dobbeltbestemmelser af husdyrgødning, 1997. Udtræk af Centrallaboratoriet database, Forskningscenter Foulum. Upubliceret.

Tovborg Jensen, S. 1929 Undersøgelser over Ammoniakfordampning i Forbindelse med Kvælstoftab ved Udbringning af naturlige Gødninger. II. Ajle. Tidsskr. Planteavl **35**, 59-80.

Ørtenblad, H. & Kjellerup, V. 1991. Fordelingen af næringsstoffer i lagertanke med afgasset gylle fra biogasfællesanlæg. Tidsskr. Planteavl **95**, 383-392.

8.2 Personlig kommunikation

Askegaard, M., Afd. for Plantevækst og Jord, Danmarks JordbrugsForskning.
Birkmose, T.S., Landskontoret for Planteavl, Landbrugets Rådgivningscenter, Skejby.
Carton, C.O., Teagasc, Wexford, Irland.
Grant, R., Afd. for Vandløbsøkologi, Danmarks Miljøundersøgelser.
Høy, J.J., Landskontoret for Bygninger og Maskiner, Landbrugets Rådgivningscenter, Skejby.
Kemppainen, E., MTT, Jokionen, Finland.
Klarskov, K., Hedeselskabets Laboratorium, Viborg.
Knudsen, L., Landskontoret for Planteavl, Landbrugets Rådgivningscenter, Skejby.
Knudsen, T., Sektor for foder- og gødningsstoffer, Plantedirektoratet.
Kristensen, I.S., Afd. for Jordbrugssystemer, Danmarks JordbrugsForskning.
Kromann, H., Landskontoret for Bygninger og Maskiner, Landbrugets Rådgivningscenter, Skejby.
Lind, S., Lundtofte Renseanlæg, Lyngby.
Lorenzen, H., Landboforeningen for Als og Sundeved, Sønderborg.
Mikkelsen, G., Afd. for Plantevækst og Jord, Danmarks JordbrugsForskning.
Misselbrook, T., IGER, North Wyke, England.
Moestrup, E., Silstrup Forsøgsstation, Danmarks JordbrugsForskning.
Møller, A., AgriContact, Hundested.
Nielsen, E., Foulumgård, Danmarks JordbrugsForskning.
Ohlsson, C., Afd. for Plantevækst og Jord, Danmarks JordbrugsForskning.
Pedersen, P., Afd. for Stalde- og Produktionssystemer, Landsudvalget for svin.
Petersen, J., Afd. for Plantevækst og Jord, Danmarks JordbrugsForskning.
Petersen, S.O., Afd. for Plantevækst og Jord, Danmarks JordbrugsForskning.
Smith, K.A., ADAS Wolverhampton, England.
Sørensen, N.Kr., Centrallaboratoriet, Danmarks JordbrugsForskning.

POSTBESORGET BLAD 7401 HRC 50466
Danmarks Jordbrugsforskning 696
afd. for Plantebiologi
Flakkebjerg

4200 Slagelse

DJF Foulum

Postboks 50, 8830 Tjele
Tlf. 89 99 19 00. Fax 89 99 19 19

Direktion
Direktionssekretariat, Økonomisekretariat

Afdeling for Animalske Fødevarer
Afdeling for Husdyravl og Genetik
Afdeling for Husdyrernæring og Fysiologi
Afdeling for Husdyrsundhed og Velfærd
Afdeling for Jordbrugssystemer
Afdeling for Plantevækst og Jord

Afdeling for Markdrift
Afdeling for Stalddrift
Centrallaboratoriet
Informationsenhed
IT-funktion
Biblioteksfunktion
International Enhed

DJF Årslev

Kirstinebjergvej 6-10, 5792 Årslev
Tlf. 65 99 17 66. Fax 65 99 25 98

Afdeling for Prydplanter
Afdeling for Vegetabilske Fødevarer
Afdeling for Infrastruktur

DJF Flakkebjerg

Flakkebjerg, 4200 Slagelse
Tlf. 58 11 33 00. Fax 58 11 33 01

Afdeling for Plantebiologi
Afdeling for Plantebeskyttelse
Afdeling for Infrastruktur

DJF Bygholm

Postboks 536, 8700 Horsens
Tlf. 75 60 22 11. Fax 75 62 48 80

Afdeling for Jordbrugsteknik
Driftsfunktion

Enheder på andre lokaliteter

Afdeling for Sortsafprøvning
Teglværksvej 10, Tystofte
4239 Skælskør
Tlf. 58 16 06 00. Fax 58 16 06 06

Askov Forsøgsstation
Vejenvej 55, 6600 Vejen
Tlf. 75 36 02 77. Fax 75 36 62 77

Bioteknologigruppen
(Afd. f. Plantebiologi)
Thorvaldsensvej 40, 1.
1871 Frederiksberg C
Tlf. 35 28 25 88. Fax 35 28 25 89

Borris Forsøgsstation
Vestergade 46, 6900 Skjern
Tlf. 97 36 62 33. Fax 97 36 65 43

Den Økologiske Forsøgsstation
Rugballegård
Postboks 536, 8700 Horsens
Tlf. 75 60 22 11. Fax 75 62 48 80

Foulumgård, Postboks 50
8830 Tjele
Tlf. 89 99 19 00. Fax 89 99 19 19

Jyndevad Forsøgsstation
Flensborgvej 22, 6360 Tinglev
Tlf. 74 64 83 16. Fax 74 64 84 89

Rønhave Forsøgsstation
Hestehave 20, 6400 Sønderborg
Tlf. 74 42 38 97. Fax 74 42 38 94

Silstrup Forsøgsstation
Højmarken 12, 7700 Thisted
Tlf. 97 92 15 88. Fax 97 91 16 96

Tylstrup Forsøgsstation
Forsøgsvej 30, 9382 Tylstrup
Tlf. 98 26 13 99. Fax 98 26 02 11

ISSN 1397-9892