

## Verbindliche Hinweise zur Bodenuntersuchung auf $N_{\min}$ im Rahmen von DSN in Bayern

Stand 08.02.2019

### 1. Geltungsbereich

Diese verbindlichen Hinweise gelten für Untersuchungsstellen, die im Auftrag des Landeskuratoriums für pflanzliche Erzeugung e.V. (LKP) Bodenuntersuchungen auf  $N_{\min}$  im Rahmen von DSN (Düngeberatungssystem Stickstoff) in Bayern durchführen.

### 2. Allgemeines

Soweit in diesen verbindlichen Hinweisen nichts anderes vorgegeben ist, sind die im VDLUFA-Methodenbuch, Band I, Die Untersuchung von Böden, Abschnitt A 6.1.2.1, 3. Teillieferung 2002, „Bestimmung von Ammonium-Stickstoff“ oder A 6.1.4.1, 3. Teillieferung 2002, „Bestimmung von mineralischem Stickstoff (Nitrat und Ammonium) in Bodenprofilen ( $N_{\min}$ -Labormethode) festgelegten Analysenvorschriften einzuhalten. Auch bezüglich der Probenahme und des Proben transports gelten die VDLUFA-Vorgaben (vgl. Methodenbuch, Band I, Abschnitt 1.2.2 (1991), Probenahme für die  $N_{\min}$ -Methode).

Eine Anleitung zur Probenahme ist online unter:

[www.lfl.bayern.de/bodenprobenahme-nmin](http://www.lfl.bayern.de/bodenprobenahme-nmin) verfügbar.

Die folgenden Vorgaben sind verbindlich, unbedingt zu beachten und einzuhalten.

### 3. Probenahme und -transport

Die Probenahme beschränkt sich auf die zwei Tiefen 0-30 cm und 30-60 cm. Die obere Bodenzone ist besonders biologisch aktiv und reagiert auf Erwärmung während des Transports (und im Labor) durch Mineralisation und nachfolgende Nitrifikation mit erhöhten Nitratwerten.

Das Probenmaterial muss angemessen verpackt und beschriftet sein und unmittelbar nach der Probenahme gekühlt werden (möglichst  $< 2\text{ °C}$ , höchstens  $4\text{ °C}$ ). Zweckmäßig ist die Verwendung einer Kühlbox (-tasche) mit Kühlelementen. Der Proben transport an das Labor hat bedarfsorientiert unter **Einhaltung der Kühlkette** zu erfolgen.

Der Transport und die Lagerung erfolgen in gekühltem Zustand entsprechend DIN ISO 10381-1, 2003-8, möglichst  $< 2\text{ °C}$  höchstens  $4\text{ °C}$ . D.h. es muss ge-

währleistet sein, dass die Proben temperatur 4 °C nicht übersteigt. Die Proben dürfen auch im gefrorenen Zustand zwischengelagert und transportiert werden.

Es hat sich gezeigt, dass die Einhaltung der Kühlkette, die zeitnahe Laboruntersuchung mit effizienter Extraktion bzw. adäquater Probenvorbereitung entscheidend für die Qualität der Analyseergebnisse sind.

Bei der Probenankunft im Labor muss eine Temperaturkontrolle des Probenmaterials erfolgen; bei Überschreitung der 4 °C-Grenze ist das LKP unverzüglich zu verständigen.

Sollte das Labor die Proben nicht innerhalb von 2 Tagen verarbeiten können, sind die Proben **unverzüglich** bei < - 10 °C einzufrieren. Soll eine Probe aus dem tiefgefrorenen Zustand wieder aufgetaut werden, so muss die Probe vor dem Homogenisieren bei maximal 4 °C im Kühlraum langsam aufgetaut werden. Ein schnelleres Auftauen bei höheren Temperaturen (z. B. 20 - 25 °C) ist nicht zulässig, weil dadurch die  $N_{\min}$ -Werte zu stark verändert werden.

#### 4. Probenaufbereitung im Labor

Der Frischboden (gekühlt, aber nicht gefroren) ist manuell, mittels eines 5 mm Siebes oder in Abhängigkeit von der Beschaffenheit ggf. mit einer Bodenmühle (z. B. Fabrikat: Metallbau Schäfer, 53894 Mechernich-Obergartzem) zu zerkleinern und zu homogenisieren (ggf. mehrere Durchgänge).

#### 5. Extraktion

Von dem homogenisierten Material werden mindestens 20 g +/- 0,01 g in geeignete Polyethylenflaschen gegeben und mit mindestens 200 ml 0,01 mol/l  $CaCl_2$ -Lösung versetzt (1:10). Das Extraktionsverhältnis 1:10 ist verbindlich einzuhalten. Die Polyethylenflaschen werden verschlossen und sogleich **1,5 Stunden** +/- 5 min lang geschüttelt. Auch bei tonigen Böden muss eine vollständige Dispersion des Bodens bei der Extraktion erfolgt sein (keine Knöllchenbildung). Wird auch die Trockensubstanz bestimmt (siehe 6.), so werden dafür ca. 20 - 30 g Frischboden eingewogen und bei 105 °C +/- 2 °C bis zur Gewichtskonstanz getrocknet.

#### 6. Rückstellproben

Vom restlichen Bodenprobenmaterial ist laborintern eine Rückstellprobe mindestens zwei Wochen lang bei möglichst < 2 °C, maximal 4 °C aufzubewahren bis das Analyseergebnis als sicher gewertet werden kann. Die Rückstellprobe ist **unverzüglich** ins Kühl- oder Gefrierlager zu bringen.

#### 7. Analytik

Die gewonnenen Extrakte aus dem Oberboden werden auf Nitrat-Stickstoff und Ammonium-Stickstoff untersucht, die Unterbodenextrakte nur auf Nitrat-Stickstoff.

Die **Analysenwerte** werden in **mg N / 100 g Frischboden** ausgedrückt und in dieser Form weitergegeben.

Im Frischboden wird ein **Trockensubstanz-Gehalt** (TS-Gehalt) von 81 % angenommen. Sollte ein Boden augenscheinlich davon abweichen, so ist der TS-Gehalt zu ermitteln und die Analysenwerte auf 81 % TS zu berechnen.

Bei der Stickstoffanalyse sind als **Kalibrierlösungen** zu verwenden:

- für Nitrat: Kaliumnitrat - Lösung
- für Ammonium: Ammoniumsulfat-Lösung

Ein „Standardboden“ (Kontrollprobe) ist regelmäßig, jedoch mindestens nach jeder 50. Probe oder messtäglich mit zu analysieren und in einer Regelkarte aufzuzeichnen.

## **8. Weitergabe der Analysenwerte**

Die Analysenwerte werden per E-Mail an die LfL weitergeleitet.

## **9. Weitere Anforderungen und Bewertung der Labore**

Die Labore, die für das LKP tätig werden wollen, unterziehen sich verschiedenen Qualitätssicherungsmaßnahmen.

Das Bestehen der Ringversuche (siehe 9.1) sowie das Erreichen einer ausreichenden bis guten Qualität in den „verdeckten“ Proben (siehe 9.2) ist Voraussetzung für die Übernahme von weiteren LKP-Aufträgen. Darüber hinaus ist Mitarbeitern der LfL oder deren Beauftragten jederzeit Zugang zu den Laborräumen zu gewähren (siehe 9.3).

Durch diese Maßnahmen ist eine effektive und kontinuierliche Qualitätssicherung der Laborergebnisse während der Untersuchungskampagne gewährleistet. Prüfberichte bzw. –ergebnisse und Rohdaten zu den Untersuchungen sind mindestens zwei Jahre aufzubewahren und der LfL auf Anforderung zur Verfügung zu stellen.

### **9.1 Ringversuche**

Das Labor muss spätestens ab Beauftragung durch das LKP regelmäßig an den von der LfL oder in deren Auftrag veranstalteten Ringversuchen teilnehmen.

Die Teilnahme an den Ringversuchen steht allen Laboren offen.

Durch die erfolgreiche Teilnahme werden die Labore in die Liste der in Bayern zugelassenen LKP-Labore aufgenommen, die von AQU im Internet veröffentlicht wird. AQU behält sich vor, Labore mit Untersuchungsmängeln von der Liste zu streichen (siehe 9.2, 9.3).

### **9.2 Verdeckte Proben**

IAB 2a organisiert in Absprache mit dem LKP die Einschleusung von „verdeckten“ Proben in die jeweiligen Probenkontingente der beteiligten Labore und von AQU 1. IAB 2a bewertet die Ergebnisse der „verdeckten“ Proben und informiert die Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen (AQU 1/AQU-L) über die Labore, deren Analysenwerte abweichend sind.

Bewertung der Qualität der Laborergebnisse auf Basis der „verdeckten“ Proben  
 Als Bewertungskriterium werden die analysierten NO<sub>3</sub>-N-Werte verglichen. Die abzuliefernde Mindestzahl an Analysenwerten eines Labors beträgt 20 (entsprechend 10 Standorten).

Aus den Analysenwerten einer Vergleichsprobe verschiedener Labore wird der Medianwert ermittelt. Dazu sind mindestens 4 Einzelwerte erforderlich. Der Median wird als der Mittelwert des 2. und 3. Analysenwerts berechnet. Die Beurteilung der Laborergebnisse erfolgt nach folgenden Kriterien:

<b>Bewertung</b>	<b>Abweichung zum Median</b>	<b>% der Proben</b>
gut	< 0,1 ppm oder < 10 %	> 95
befriedigend	< 0,1 ppm oder < 20 %	> 90
ausreichend	< 0,15 ppm oder < 30 %	≥ 80
mangelhaft	größere Abweichungen	< 80

### **9.3 Labor-Vor-Ort-Kontrollen und Vergleichsuntersuchungen**

Werden über die „verdeckten“ Proben (siehe 9.1) Abweichungen festgestellt oder besteht ein Verdacht auf nicht ausreichende Untersuchungsqualität, wird in Absprache zwischen IAB 2a und AQU eine unangemeldete Labor-Vor-Ort-Kontrolle durchgeführt. Dabei wird Probenmaterial aus den Rückstellproben des Labors entnommen und unter Einhaltung der Kühlkette bei AQU 1 nachuntersucht (Vergleichsuntersuchung). Die Ergebnisse der Vergleichsuntersuchung (Labor/AQU 1a) werden von IAB 2a gegenübergestellt und gemeinsam mit AQU 1 bewertet.

Unabhängig von Labor-Vor-Ort-Kontrollen können qualitätsrelevante Unterlagen und Aufzeichnungen (z.B. Kontrollkarten, Temperaturprotokolle) zur Überprüfung angefordert werden.

IAB 2a und AQU 1 informieren nach Abstimmung mit AQU-L das LKP über die Bewertung des Ergebnisvergleichs. Das LKP entzieht bei nicht akzeptabler Analysenqualität oder sonstigen Auffälligkeiten (Abweichung von den „Verbindlichen Hinweisen“) den Auftrag.

### Bewertung der Qualität der Laborergebnisse auf Basis der Vergleichsuntersuchung

Als Bewertungskriterium werden die NO<sub>3</sub>-N-Werte verglichen. Die Mindestzahl an Analysenwerten eines Labors beträgt i.d.R. 25.

Die Beurteilung erfolgt über die absolute und relative Abweichung der Analysenwerte in Verbindung mit dem Relativwert der abweichenden Proben gemäß nachfolgender Tabelle.

<b>Bewertung</b>	<b>Abweichung der Einzelwerte</b>	<b>% der Proben</b>
gut	< 0,1 ppm oder < 10 %	> 95
befriedigend	< 0,1 ppm oder < 20 %	> 90
ausreichend	< 0,15 ppm oder < 30 %	≥ 80
mangelhaft	größere Abweichungen	< 80

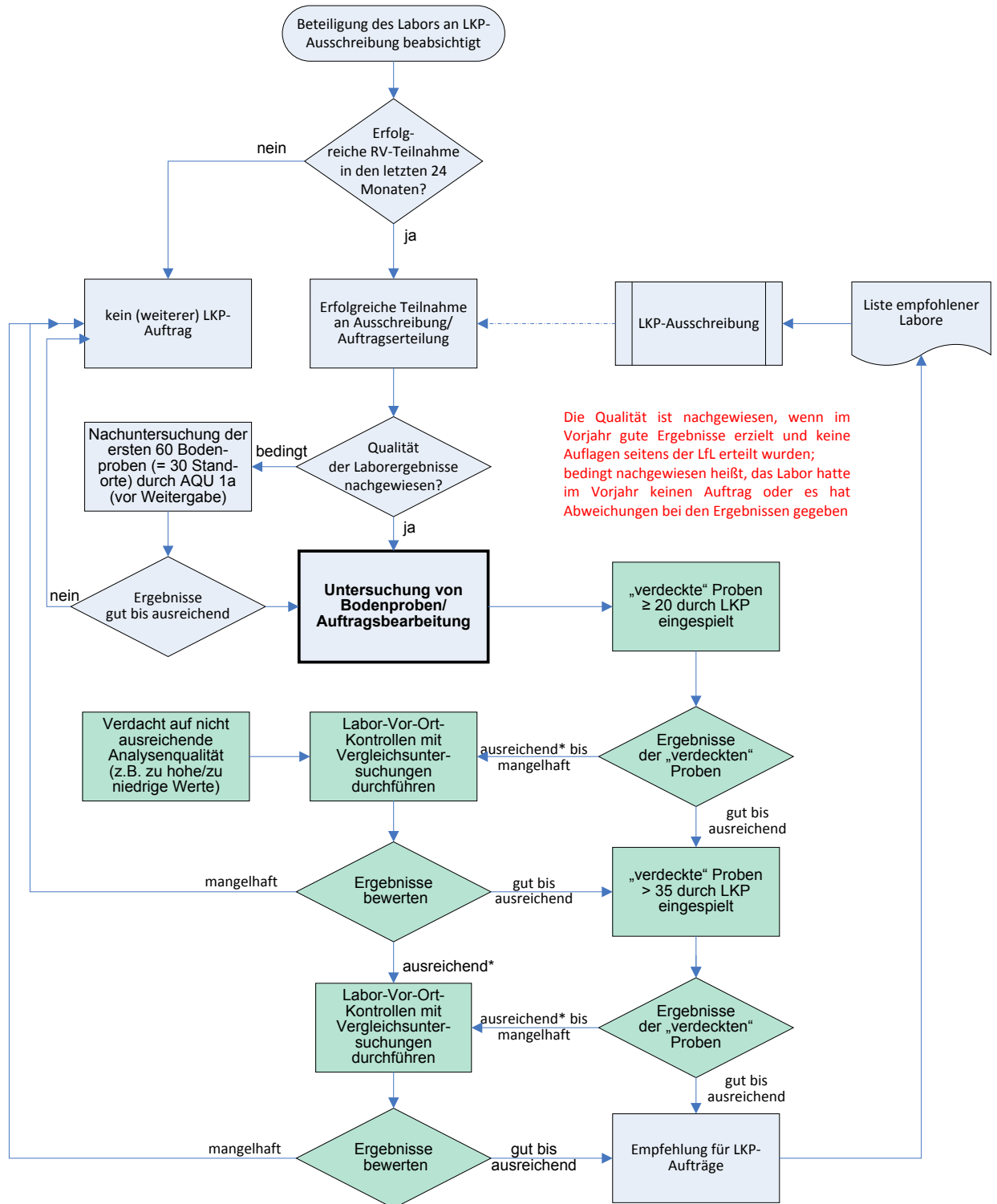
Liegen sonstige Untersuchungsmängel vor, die eine Abweichung von den „Verbindlichen Hinweisen“ darstellen, kann das LKP auch ohne Vergleichsuntersuchungen die Belieferung des Labors mit Bodenproben beenden.

## **10. Abkürzungen**

AQU	Abteilung Qualitätssicherung und Untersuchungswesen
AQU-L	Abteilungsleitung AQU
AQU 1	Sachgebiet Analytik von Nährstoffen, Wirkstoffen und biologischen Systemen und Bioenergie
DSN	Düngeberatungssystem Stickstoff
IAB 2a	Institut für Ökologischen Landbau, Bodenkultur und Ressourcenschutz; Arbeitsgruppe - Düngung und Nährstoffflüsse des Ackerlands
LfL	Bayerische Landesanstalt für Landwirtschaft
LKP	Landeskuratorium für pflanzliche Erzeugung in Bayern e.V.
LWG	Landesanstalt für Weinbau und Gartenbau
VDLUFA	Verband Deutscher Landwirtschaftlicher Untersuchungs- und Forschungsanstalten

Anlage:

## Ablauf der externen Qualitätssicherung durch die LfL mittels „verdeckter“ Proben und Labor-Vor-Ort-Kontrollen mit Vergleichsuntersuchungen



ausreichend\* = Labor-Vor-Ort-Kontrolle wird nach Ermessen der LfL durchgeführt.