



VLARISUB-RINGTEST MEI 2013

VLARISUB PROFICIENCY TEST MAY 2013

ILVO MEDEDELING nr 137

Mei 2013



Amery F.
Vandecasteele B.
Van Waes C.
Van Waes J.



**Vlarisub-ringtest
Mei 2013**

**Vlarisub proficiency test
May 2013**

ILVO MEDEDELING nr 137

mei 2013

ISSN 1784-3197

Wettelijk Depot: D/2013/10.970/137

Amery F.

Vandecasteele B.

Van Waes C.

Van Waes J.



INHOUD

1.	Inleiding	3
2.	Materiaal en methoden / Materials and methods	4
2.1.	Staalvoorbereiding / Sample preparation	4
2.2.	Methodes / Methods.....	5
2.3.	Statistische analyse / Statistics	5
1.	Eerste controle / initial data control.....	5
2.	Tabellen / Tables.....	5
3.	Onzekerheid op de consensuswaarde (ifv Zèta-score).....	6
3.	Resultaten en bespreking / Results and discussion	7
3.1.	Staal A: waterextract / Sample A: water extract	7
3.2.	Staal A: Ammoniumacetaat-extract / Sample A: Ammonium acetate extract.....	8
3.3.	Staal B: fysische analyse / Sample B: physical analysis.....	9
3.4.	Staal C: zware metalen / Sample C: heavy metals.....	10
3.5.	Staal D: NO ₃ -N, NH ₄ -N, pH-KCl, ammoniumlactaat-extraheerbare elementen / sample D: NO ₃ -N, NH ₄ -N, pH-KCl, ammonium lactate extractable elements	11
3.6.	Staal E: organische koolstof en totale N / Sample E: organic carbon and total N	12
4.	Conclusies / Conclusions.....	13
	Bijlage 1: Namen van de deelnemende labo's in 2013/ Participants 2013.....	16
	Bijlage 2.....	17
1.	Potgrond staal A voor chemische analyse (labdensiteit: 453,5 g/l) (staal koel bewaren!)	17
2.	Een staal potgrond voor fysische analyse (Staal B)	17
3.	Een gedroogde schorscompost (staal C - geel deksel) voor analyse van zware metalen, totaal N, totaal P, organische stof en restvocht.....	18
4.	Minerale grond voor nitraat- en ammoniumanalyse, pH-KCl-meting, en bepaling van ammoniumlactaat-extraheerbare elementen (staal D, rood deksel).....	18
5.	Minerale grond (staal E, blauw deksel) voor bepaling organische koolstof en totale stikstof	19
	Addendum 2	20
1.	Potting soil (sample A) for the chemical analysis (lab bulk density: 453.5 g/l)	20
2.	A potting soil (sample B) for physical analysis.....	20
3.	A dried potting soil sample (sample C) for the analysis of heavy metals, total N, total P and organic matter (container with yellow cap)	21

4. An air-dried mineral soil (*sample D - container with red cap*) for determination of nitrate and ammonium, pH-KCl, and Ammonium lactate extractable nutrients.....21
5. An air-dried mineral soil (sample E container with blue cap) for determination of organic carbon and total nitrogen22

1. INLEIDING

Reeds meer dan 15 jaar organiseert ILVO – PLANT – Teelt en Omgeving de vlarisub-ringtest. De ringtest spitte zich initieel toe op fysische en chemische analyses van potgronden en grondstoffen voor potgrond, maar gaandeweg werden ook compoststalen en minerale bodemstalen (bepaling van nitraatresidu) in de ringtest opgenomen. In 2013 worden opnieuw 2 VLARISUB-ringtesten (mei en november) georganiseerd met telkens 5 stalen.

3

The vlarisub proficiency test has been organised by ILVO (Institute for Agricultural and Fisheries Research, PLANT, Research area Crop Husbandry and Environment) for more than 15 years. Initially the focus of the interlaboratory test was on physical and chemical analyses of substrates and peat. Since several years, analysis of composts (mainly heavy metals, total N and ash content) and mineral soils (mainly organic carbon and nitrate) were also included in the scope of the proficiency test.

2. MATERIAAL EN METHODEN / MATERIALS AND METHODS

2.1. STAALVOORBEREIDING / SAMPLE PREPARATION

- Een staal groencompost (**staal A**) voor **chemische analyse** (manueel gehomogeniseerd en verdeeld in porties via kwartieren, niet gedroogd)
- Een staal bemeste potgrond op basis van tuinturf, turfstrooisel en fijne perliet (**Staal B**) voor fysische analyse (manueel gehomogeniseerd en verdeeld in porties via kwartieren, niet gedroogd)
- Een staal gedroogde schorscompost van populier (**staal C**) voor analyse van zware metalen, N en P, restvocht en organische stof. Het staal werd gedroogd (70 °C), gemalen (SK100, Retsch) en verdeeld in porties via een roterende monsterverdeler met kegelscheiding (Fritsch laborette 27).
- Een staal minerale bodem (**Staal D**) van een tuinbouwperceel in Heuvelland (perceel 30). Het staal werd gedroogd (70 °C) en gemalen, en verdeeld in porties via een roterende monsterverdeler met kegelscheiding (Fritsch laborette 27).
- Een staal minerale bodem (**Staal E**) van een akkerbouwperceel in Leffinge (polder). Het staal werd gedroogd (70 °C), gemalen (SK100, Retsch) en gezeefd over 250µm, en verdeeld in porties via een roterende monsterverdeler met kegelscheiding (Fritsch laborette 27).

- A sample of green compost (**sample A**) for **chemical analysis** (sample manually homogenised, not dried)
- A fertilised potting soil sample (**Sample B**) for physical analysis (sample manually homogenised, not dried)
- A sample of a dried bark compost of poplar (**sample C**) for heavy metal, N and P analysis and determination of residual moisture and organic matter content (dried (70 °C) and ground in a cross beater mill (SK100, Retsch, Haan, Germany) equipped with heavy-metal-free grinding tools). The sample was divided in portions with a rotary sample divider with cone splitter (Fritsch laborette 27).
- A sample mineral soil (**Sample D**) from a horticultural field in Heuvelland (parcel 30), Belgium. The dried sample (dried at 70 °C) was ground and divided in portions with a rotary sample divider with cone splitter (Fritsch laborette 27).
- A sample mineral soil (**Sample E**) from an arable field in Leffinge (polders), Belgium. The dried sample (sieved over 250µm, dried at 70 °C) was ground in a cross beater mill (SK100, Retsch, Haan, Germany) equipped with heavy-metal-free grinding tools, sieved over 250µm and divided in portions with a rotary sample divider with cone splitter (Fritsch laborette 27).

Na het mechanisch splitten werden 8 porties van staal C willekeurig geselecteerd voor een homogeniteitstest. Het gehalte organische stof en restvocht werden gemeten op deze stalen. Op de 8 porties werden voor OS telkens 2 analyses uitgevoerd; het gemiddelde werd gerapporteerd. Het gemiddelde voor OS is vergelijkbaar met de gemiddelde waarde uit de ringtest (zie 3.4), nl. 53,6 versus 53,7 %/DS. De standaarddeviatie van de 8 metingen voor OS en restvocht (Tabel 1) is kleiner dan de standaarddeviatie van de resultaten verkregen per labo (zie 3.4), wat er op wijst dat de stalen homogeen gemengd zijn.

After splitting, 8 portions of sample C were selected in a random way for testing homogeneity. For these 8 portions, organic matter and residual moisture were measured. Two analyses were performed per portion for organic matter, the average is reported. The standard deviation of the 8 measurements (Table 1) is smaller than the standard deviation of the results from the laboratories (see 3.4), indicating that the sample is homogeneous.

Tabel 1. Resultaten van de homogeniteitstest (Table 1. Results from the homogeneity test)

	OS (OM)	restvocht (residual moisture)
staal (sample)	%/DS	%
1	52,0	2,5
2	54,6	2,7
3	53,6	2,7
4	53,2	2,6
5	54,6	3,8
6	52,6	2,5
7	54,3	2,5
8	53,5	2,9
gemiddelde (average)	53,6	2,8
st.dev.	0,9	0,4

2.2.METHODES / METHODS

Instructies: Zie brief (Bijlage 2)

Instructions: See instruction letter (Addendum 2)

2.3.STATISTISCHE ANALYSE / STATISTICS

1. Eerste controle / initial data control

Er namen 18 labo's deel aan de ringtest (zie bijlage 1). Alle 18 labo's stuurden resultaten in. Als eerste stap werden de gerapporteerde gemiddelden van de labo's gecontroleerd op duidelijke uitschieters. Indien er een aanwijzing was van een verkeerde berekening of het niet in rekening brengen van verdunningsfactoren, werden de labo's hiervan op de hoogte gebracht en kregen ze de kans deze fouten te corrigeren. Deze waarden worden in vet en onderstreept (zwart) aangeduid in de tabellen. Waarden onder de detectielimiet worden gelijkgesteld aan de helft van de gerapporteerde detectielimiet.

18 laboratories participated in the proficiency test (listed in Addendum 1). All 18 laboratories reported their results. As an exploratory step, the reported averages were checked for obvious outliers. If there were indications for incorrect or incomplete calculations (e.g. dilution factors), the labs were contacted and were able to correct the calculations. Corrected values are indicated underlined and in bold (black) in the tables. Values lower than the limit of detection are treated as half the reported limit of detection.

2. Tabellen / Tables

Het algemene gemiddelde en de standaarddeviatie (STDEV) en relatieve standaarddeviatie (RSD) worden per labo automatisch berekend in de invulformulier. In de tabel met de gemiddelde resultaten per labo wordt het gemiddelde en de standaarddeviatie van de ringtest zonder uitschieters gerapporteerd, samen met de z-score. Uitbijters worden in de tabel in rood en vet aangegeven. De z-score wordt berekend met de volgende formule:

$$(\text{Gemiddelde Lab} - \text{Gemiddelde ringtest}) / \text{Standaarddeviatie}$$

waarbij het gemiddelde en de standaarddeviatie berekend werden na verwijdering van de uitbijters (outliers). Voor de uitbijters zelf werd ook een z-score berekend volgens deze formule. De z-score is een maat voor de afwijking van het ringtestgemiddelde en heeft een verwachte waarde 0. Een score groter dan +2 of kleiner dan -2 (aangegeven in rood cursief) moet voor een laboratorium aanleiding zijn om de oorzaak van de afwijking te achterhalen. Uitbijters zijn waarden die groter zijn dan de 75^e percentiel + 1,5 x de interkwartiel-range (range tussen de 25^e en 75^e percentiel) of kleiner zijn dan de 25^e percentiel - 1,5 x de interkwartiel-range.

The average and the standard deviation (STDEV) and the relative standard deviation (RSD) are automatically calculated in the report form for each lab separately. In the tables with the average values for all labs, the average value, the standard deviation and the z-score for all participants is calculated after removal of the outliers. Outliers are indicated in bold in the table. The z-score is calculated according to the formula:

$$\frac{(\text{Average of the Lab} - \text{Average proficiency test})}{\text{Standard deviation}}$$

Average and standard deviation were calculated after excluding the outliers. For the outliers, the z-score was also calculated according to this formula. The z-score is a measure for the deviation from the proficiency test average and has an expected value of 0. Labs should need to detect the reason for the deviation when the score is larger than +2 or smaller than -2 (indicated in red). Outliers are values larger than the 75th percentile value + 1.5 x interquartile range (range between the 25th and 75th percentile value) or smaller than the 25th percentile - 1.5 x interquartile range.

3. Onzekerheid op de consensuswaarde (ifv Zèta-score)

Voor de analyses op minerale bodem met minstens 8 deelnemende labo's wordt ook de onzekerheid op de consensuswaarde ($=U_{xref}$) Berekend. Dit laat de labo's toe de Zèta-score te berekenen. U_{xref} wordt berekend al volgt:

$$U_{xref} = 1.25/p \times [\sum u_i^2]^{1/2}$$

Met:

U_i : labospecifieke meetonzekerheid

p: aantal deelnemende labo's

3.Resultaten en bespreking / Results and discussion

3.1.STAAL A: WATEREXTRACT / SAMPLE A: WATER EXTRACT

Labonummer/lab number	pH-H2O	EC	N	N-NH4	N-NO3	Cl	Na	SO4
eenheid/unit	-	µS/cm	mg/l substraat (mg/l substrate)					
staal/sample	A	A	A	A	A	A	A	A
1	9,02	1716	262	155	107	1215	149	
2	8,91	1939	299	191	108	1086	135	215
3	8,93	1848	325	187	138	1216	150	328
4	8,98	1749	292	176	116	1137	146	227
7	8,98	1789	282	164	118		145	223
8	8,34	1527	295	155	139	1213	210	568
10	8,79	1589	264	151	114	1146	297	171
11	8,98	1795	310		121	1284	138	210
12	8,67	1878	316	196	120	1403		246
13		1754	321	202	120	1204	141	217
14	8,92	1750	265	148	125	1273	110	310
15	5,48			21				
16	8,90	1597						
18	8,77			158	134	1393		95
20	8,91	1809		153	114	1388	133	367
21	8,39	1382						
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	8,86	1723	294	170	121	1246	142	237
st.dev. (zonder/without outliers)	0,17	150	23	20	11	105	7	75
Labonummer/lab number	pH-H2O	EC	N	N-NH4	N-NO3	Cl	Na	SO4
z-score 1	1,0	0,0	-1,4		-1,3	-0,3	1,0	
z-score 2	0,3	1,4	0,2	1,1	-1,3	-1,5	-1,1	-0,3
z-score 3	0,4	0,8	1,3		1,6	-0,3	1,3	1,2
z-score 4	0,7	0,2	-0,1	0,3	-0,5	-1,0	0,7	-0,1
z-score 7	0,7	0,4	-0,5	-0,3	-0,2		0,4	-0,2
z-score 8	-3,0	-1,3	0,0	-0,7	1,7	-0,3	10,3	4,4
z-score 10	-0,4	-0,9	-1,3		-0,7	-1,0	23,7	-0,9
z-score 11	0,7	0,5	0,7		0,0	0,4	-0,7	-0,4
z-score 12	-1,1	1,0	0,9	1,3	-0,1	1,5		0,1
z-score 13		0,2	1,2	1,6	-0,1	-0,4	-0,2	-0,3
z-score 14	0,4	0,2	-1,2	-1,1	0,3	0,3	-4,8	1,0
z-score 15	-19,5			-7,6				
z-score 16	0,3	-0,8						
z-score 18	-0,5			-0,6	1,3	1,4		-1,9
z-score 20	0,3	0,6		-0,8	-0,7	1,4	-1,4	1,7
z-score 21	-2,7	-2,3						

3.2. STAAL A: AMMONIUMACETAAT-EXTRACT / SAMPLE A: AMMONIUM ACETATE EXTRACT

Labonummer/lab number	P	K	Ca	Mg	Fe	Mn
eenheid/unit	mg/l substraat (mg/ l substrate)					
staal/sample	A	A	A	A	A	A
1	588	4566	2862	548		25,4
3	560	4245	2950	510	6,7	24,7
4	675	4302	4252	596	7,4	35,4
8	543	4353	1756	476	8,3	22,9
10	482	3935	2645	470	7,6	24,8
11	538	3620	3078	507	6,0	24,3
12	696	4710	5864	620	7,5	28,2
14	1001	5307	2954	464	8,8	27,0
20			4248	613		
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	583	4247	3401	534	7,5	25,3
st.dev. (zonder/without outliers)	77	370	1203	63	0,9	1,8
Labonummer/lab number	P	K	Ca	Mg	Fe	Mn
z-score 1	0,1	0,9	-0,4	0,2		0,1
z-score 3	-0,3	0,0	-0,4	-0,4	-0,8	-0,4
z-score 4	1,2	0,1	0,7	1,0	-0,1	5,7
z-score 8	-0,5	0,3	-1,4	-0,9	0,9	-1,4
z-score 10	-1,3	-0,8	-0,6	-1,0	0,1	-0,3
z-score 11	-0,6	-1,7	-0,3	-0,4	-1,6	-0,6
z-score 12	1,5	1,3	2,0	1,4	0,0	1,6
z-score 14	5,4	2,9	-0,4	-1,1	1,4	0,9
z-score 20			0,7	1,3		

3.3. STAAL B: FYSISCHE ANALYSE / SAMPLE B: PHYSICAL ANALYSIS

labonummer (lab number)	7	8	10	12	15	16	gemiddelde (average)	st.dev.
DROGE BULKDENSITEIT (dry bulk density) kg/m ³	175	183	159	181		175	175	10
TOTAAL PORIENVOLUME (total pore volume) ml/100 ml (VOCHTIG 10 cm)	89,7	89,0	90,8	61,3		89,8	89,8	0,7
WATER OP VERS GEWICHT g H ₂ O/100g (10 cm)	81,9	80,9	83,5	80,2		81,7	81,6	1,2
(Water on a fresh weight base) (50 cm)	74,7	76,8	80,9	76,0		72,9	76,3	3,0
(100 cm)	71,4	72,4	74,0	75,1		71,9	72,9	1,5
WATER OP DROOG GEWICHT g H ₂ O/100g (10 cm)	452	424	507	405		448	447,3	38,2
(Water on a dry weight base) (50 cm)	295	332	424	317		270	328	59
(100 cm)	249	263	284	302		255	271	22
LUCHT VOLUME % (ml LUCHT/100ml VERS SUB.) (10 cm)	10,7	9,8	10,4			11,1	10,5	0,5
(air volume (fresh weight base)) (50 cm)	38,8	30,2	20,3			42,6	37,2	6,3
(100 cm)	46,5	40,6	42,1			44,6	43,4	2,6
WATERVOLUME % (ml H ₂ O/100ml VERS SUB.) (10 cm)	79,1	79,0	80,4	76,9		78,7	78,8	1,3
(water volume (fresh weight base)) (50 cm)	51,0	59,0	70,1	57,6		47,2	53,7	5,5
(100 cm)	43,3	48,3	48,1	53,1		44,7	47,5	3,8
GOW (gemakkelijk opneembaar water) (easily obtainable water)	28,1	20,0	10,3	20,1		31,4	24,9	5,8
WBV (waterbufferend vermogen) (water buffering capacity)	7,7	10,7	22,0	6,2		2,5	8,2	2,3
KRIMP (shrink) %	34,8	34,4	32,2	33,7		33,1	33,7	1,1
VOCHTGEHALTE (moisture content) % (g/100g vers gewicht/fresh weight)	65,2	65,6	67,0	65,5	22,8	65,9	65,8	0,7
ORGANISCHE STOF (organic matter) % (g/100g droog gewicht/dry weight)	79,1	78,0	75,7	56,2	31,2	80,8	73,9	10,1
% AS (ash content) (g/100g droog gewicht/dry weight)	21,0	22,0	24,3	43,8	68,9	19,2	21,6	2,1

3.4. STAAL C: ZWARE METALEN / SAMPLE C: HEAVY METALS

Labonummer/lab number	Zn	Cu	Pb	Ni	Cd	Cr	Mn	Hg	As	P	restvocht (residual moisture)	N	OS (OM)
eenheid/unit	mg/kg DS (mg/kg DM)										%	%/DS	%/DS
staal/sample	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C
1	313	32,9	31,9	5,09	1,57	13,7	418	0,070	1,75	5188	2,43		54,3
2	330	36,8	34,0	6,26	1,64	14,2	453	0,110	1,91	4633	3,24	1,65	52,4
3	292	31,1	30,8	4,75	1,10	11,5	397			4774	2,06	1,57	55,3
7	296	29,7	31,4	5,45	1,43	13,6	419	0,042	1,86	4783	1,83	1,57	54,1
8	294	28,8	27,7	5,17	1,50	11,3	390						
9	343	34,0	33,1	6,03	1,64	13,2	459	0,066	2,50	5096	2,26	1,56	53,1
10	378	31,0	34,0	5,10	1,68	13,5	509			4959	2,72	1,65	52,0
12										5395	1,13	1,55	54,6
14											2,40		54,1
15											2,65		58,2
18	324	36,3	32,7	5,84	1,62	13,4		0,058	2,71	4490	0,25		
20	272	32,0	30,1	5,00	1,46	13,6	352	0,080	2,15	4311	2,85		58,8
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	316	32,5	31,7	5,41	1,57	13,6	425	0,063	2,15	4848	2,36	1,59	53,7
st.dev. (zonder/without outliers)	32	2,8	2,0	0,52	0,09	0,3	48	0,014	0,38	347	0,59	0,05	1,1
z-score 1	-0,1	0,1	0,1	-0,6	0,0	0,3	-0,1	0,5	-1,0	1,0	0,1		0,5
z-score 2	0,5	1,5	1,1	1,6	0,7	1,9	0,6	3,3	-0,6	-0,6	1,5	1,2	-1,2
z-score 3	-0,7	-0,5	-0,5	-1,3		-6,9	-0,6			-0,2	-0,5	-0,5	1,4
z-score 7	-0,6	-1,0	-0,2	0,1	-1,5	0,0	-0,1	-1,5	-0,8	-0,2	-0,9	-0,4	0,4
z-score 8	-0,7	-1,3	-2,0	-0,5	-0,7	-7,3	-0,7						
z-score 9	0,9	0,6	0,7	1,2		-1,4	0,7	0,2		0,7	-0,2	-0,8	-0,5
z-score 10	1,9	-0,5	1,1	-0,6	1,2	-0,2	1,7			0,3	0,6	1,3	-1,5
z-score 12										1,6	-2,1	-0,9	0,8
z-score 14											0,1		0,3
z-score 15											0,5		4,0
z-score 18	0,3	1,4	0,5	0,8	0,5	-0,5		-0,4	1,5	-1,0	-3,6		
z-score 20	-1,4	-0,2	-0,8	-0,8	-1,2	0,0	-1,5	1,2	0,0	-1,5	0,8		4,5

3.5. STAAL D: NO₃-N, NH₄-N, PH-KCl, AMMONIUM LACTAAT-
EXTRAHEERBARE ELEMENTEN / SAMPLE D: NO₃-N, NH₄-N, PH-KCl,
AMMONIUM LACTATE EXTRACTABLE ELEMENTS

Labonummer/lab number	NO ₃ -N	NH ₄ -N	K	Mg	Ca	Na	P	pH-KCl
eenheid/unit	mg/kg voorgedr. bodem mg/kg dry soil		mg/100g voorgedr. bodem (mg/100g dry soil)					-
staal/sample	D	D	D	D	D	D	D	D
2	5,51	33,7						6,77
3	7,11	43,2	17,6	26,8	387	2,29	27,4	
4	5,65	36,4	17,0	24,3	338	1,63	26,0	6,83
9	16,85	37,2	17,6	23,7	348	2,57	17,0	6,64
10	5,75	34,4	17,9	25,4	349	2,50	32,2	6,61
11	5,48	33,1						6,80
12	6,08	35,3	19,4	25,4	558	2,60	30,4	6,82
13								6,85
14								6,86
17	5,43	29,7						6,73
20	6,30	34,0	19,0	28,3	380		29,3	6,73
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	5,91	34,2	18,1	25,6	360	2,49	29,0	6,76
st.dev. (zonder/without outliers)	0,57	2,3	0,9	1,7	21	0,14	2,4	0,09
z-score 2	-0,7	-0,2						0,0
z-score 3	2,1	3,9	-0,5	0,7	1,2	-1,4	-0,7	
z-score 4	-0,5	1,0	-1,2	-0,8	-1,0	-6,1	-1,2	0,8
z-score 9	19,1	1,3	-0,5	-1,2	-0,6	0,6	-5,0	-1,5
z-score 10	-0,3	0,1	-0,3	-0,1	-0,5	0,1	1,3	-1,8
z-score 11	-0,8	-0,5						0,4
z-score 12	0,3	0,5	1,5	-0,2	9,2	0,8	0,6	0,6
z-score 13								1,0
z-score 14								1,1
z-score 17	-0,8	-2,0						-0,4
z-score 20	0,7	-0,1	0,9	1,6	0,9		0,1	-0,4

Labo 2 heeft verkeerdelijk extractieverhouding 1/10 in plaats van 1/5 gebruikt. Volgens bovenstaande tabel gaf dit geen afwijking op de resultaten.

3.6. STAAL E: ORGANISCHE KOOLSTOF EN TOTALE N / SAMPLE E: ORGANIC CARBON AND TOTAL N

Labonummer/lab number	IC (TOC)	%OC	methode OC	Ntotaal/Ntotal
eenheid/unit	%			%
staal/sample	E	E	E	E
2	0,94	1,01	dichr	0,143
2'		1,13	toc	
3				0,137
4		1,19	dichr	0,116
9	1,29	0,98	dichr	0,148
9'		1,01	toc	
10	0,89	0,62	toc	0,144
11		1,12	dichr	
12	0,00	2,09	toc	0,107
15				0,228
18		2,01	toc	0,122
20				0,156
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	1,04	1,07		0,134
st.dev. (zonder/without outliers)	0,21	0,08		0,017
z-score 2	-0,4	-0,7		0,5
z-score 2'		0,7		
z-score 3				0,2
z-score 4		1,4		-1,0
z-score 9	1,1	-1,1		0,8
z-score 9'		-0,7		
z-score 10	-0,7	-5,4		0,6
z-score 11		0,6		
z-score 12	-4,9	12,0		-1,6
z-score 15				5,5
z-score 18		11,1		-0,7
z-score 20				1,3

4. CONCLUSIES / CONCLUSIONS

Algemeen hebben de labo's meer aandacht besteed aan correcte berekening van resultaten en rapportering.

Uitschieters (op basis van z-score, staal B wegens beperkt aantal deelnemende laboratoria niet meegenomen)

- 6 labo's hebben geen enkele uitschieter
- 9 labo's hebben tussen 1 en 3 uitschieters
- 3 labo's hebben tussen 4 en 6 uitschieters
- Geen enkel labo heeft meer dan 6 uitschieters

13

Staal A: Groencompost

- *Waterextract*: 2 uitbijters voor pH, 1 uitbijter voor N-NH₄, en 3 uitbijters voor Na. Eén uitbijter en grote spreiding voor SO₄. De waarden voor EC en N zijn hoog.
- *Ammoniumacetaat-extract*: 1 uitbijter voor P, K en Mn. Grote spreiding voor P en vooral voor Ca. Hoge waarden voor K.

Staal B: Potgrond

- Geen z-score berekend wegens beperkt aantal deelnemende laboratoria
- Labo 10 heeft 4 afwijkende waarden, labo 12 heeft er 2, labo 15 heeft 3 (waarde voor DS en OS omgewisseld?) en labo 16 heeft 1 afwijkende waarde. Labo 7 en 8 hebben geen afwijkende waarden.

Staal C: Compost

- Grote spreiding voor Hg, As en restvocht. Lage spreiding voor N en organische stof.
- Het staal bevat relatief veel Zn en Cd.
- 1 uitbijter voor Cd, Hg en restvocht, 2 uitbijters voor Cr en organische stof.

Staal D: Minerale grond

- Het betreft een atypische bodem: hoge waarde voor NH₄-N en lage waarde voor NO₃-N
- Telkens één uitbijter voor NO₃-N, NH₄-N, Ca, Na en P
- Beperkte spreiding op alle gemeten parameters, vooral voor pH-KCl
- Labo 2 heeft verkeerdelijk extractieverhouding 1/10 in plaats van 1/5 gebruikt. Dit gaf geen afwijking op de resultaten.

Staal E: Minerale grond

- Vier laboratoria maten OC met de dichromaatmethode, vijf met de TOC-methode. Bij de laatste was er een zeer grote spreiding (standaarddeviatie van 0,65) en drie uitbijters wanneer alle OC-resultaten gecombineerd werden. Deze grote spreiding kan gedeeltelijk verklaard worden door de grote spreiding in IC-resultaten in deze polderbodem (standaarddeviatie 0,55 indien de ene uitbijter wordt meegerekend). OC wordt bij TOC berekend als het verschil tussen totale koolstof (TC) en IC, en deze TC had een beperktere variatie (gemiddeld 1,99 en standaarddeviatie 0,34). Bij het weglaten van de drie uitbijters werd een beperkte spreiding in de OC-

resultaten bekomen. De afwijking bij de resultaten voor de TOC-methode kunnen dus verklaard worden door verschillen tussen de labo's voor het IC-gehalte.

- Voor het percentage N_{totaal} werd één uitbijter gevonden

Onzekerheid op de consensuswaarde/standard uncertainty of the assigned value (U_{xref})

Analyse/analysis	Staal/Sample	Eenheid/Unit	U_{xref}
NO ₃ -N	D	mg/kg voorgedr. bodem (mg/kg dry soil)	0,21
NH ₄ -N	D	mg/kg voorgedr. bodem (mg/kg dry soil)	0,45
pH-KCl	D	-	0,007
%OC	E	%	0,015

14

More attention was paid by the labs to calculation of results and reporting.

Outliers (based on the z-score)

- 6 labs had no outliers
- 9 labs had between 1 and 3 outliers
- 3 labs had between 4 and 6 outliers
- None of the labs had more than 6 outliers

Sample A: compost

- *Water extract*: 2 outliers for pH, 1 outlier for N-NH₄, and 3 outliers for Na. One outlier and relative large standard deviation for SO₄. Values for EC and N are large.
- *Ammonium acetate extract*: 1 outlier for P, K and Mn. Relative large standard deviation for P and especially for Ca. The sample has a large K content.

Sample B: Potting soil

- No z-score was calculated given the limited amount of participating labs
- Diverging results for lab 10 (for 4 values), lab 12 (for 2 values), lab 15 (for 3 values, values for DM and OM were mixed up?) and lab 16 (for 1 value).

Sample C: Compost

- Large spread for Hg, As and residual moisture. Low spread for N and organic matter.
- The sample has large concentrations of Zn and Cd
- One outlier for Cd, Hg and residual moisture, 2 outliers for Cr and organic matter.

Sample D: Mineral soil

- An atypical soil sample: large value for NH₄-N and small value for NO₃-N
- One outlier for NO₃-N, NH₄-N, Ca, Na and P
- Low spread for all measured parameters, especially for pH-KCl
- Lab 2 erroneously used an extraction ratio of 1/10 instead of 1/5, but this did not give diverging results

Sample E: Mineral soil

- Four labs measured OC with the dichromate method, 5 labs did with the TOC method. The latter had a large spread (standard deviation of 0.65) and 3 outliers when all OC results are combined. This large spread can be partially attributed to the large spread of the IC results (standard deviation of 0.55 including one outlier). OC is calculated as the difference between total carbon (TC) and IC, and this TC has a limited spread (average 1.99 and standard deviation 0.34). When the 3 outliers are omitted a limited spread of the OC results is calculated. The large variation for TOC values can therefore be related to the variation in IC results.
- There is one outlier for the percentage N_{total}

BIJLAGE 1: NAMEN VAN DE DEELNEMENDE LABO'S IN 2013/ PARTICIPANTS 2013

Producenten potgronden/compost

- Peltracom NV
- Snebbout NV
- Braecke Potgronden BVBA

16

Overheidslaboratoria/onderzoeksinstituten

- ILVO – PLANT – Teelt en Omgeving
- Laboratorium FAVV
- UGent – Vakgroep Bodembeheer en –hygiëne
- Laboratorio Agrario-Zizurkil
- INBO

Laboratoria v.z.w. & N.V.

- Bodemkundige Dienst van België
- Eurofins Becewa (België)
- Eurofins Belgium Food & Agro Zweden
- Laboratorium L. Iliano BVBA
- PCSierteelt/PCGroenteteelt
- inagro vzw
- Monaghan Biosciences Analytical Services (Ierland)
- Proefstation voor de Groenteteelt Sint-Katelijne-Waver
- Laboratorium ECCA
- Viljavuospalvelu Oy (Finland)

BIJLAGE 2

Vlaamse overheid



Instituut voor Landbouw- en Visserijonderzoek
Wetenschappelijke instelling - Landbouw en Visserij
Plant – Teelt en omgeving
Burg. Van Gansberghelaan 109
9820 Merelbeke-Lemberge, België
tel: 09 272 27 00 – fax: 09 272 27 01

17

uw bericht van

uw kenmerk

ons kenmerk

bijlagen

vragen naar / e-mail

telefoonnummer

AG/13/VL/001

1

Bart Vandecasteele

09 272 27 00

datum

Bart.Vandecasteele@ilvo.vlaanderen.be

10 juni 2013

Betreft: Ringtest vlarisub mei 2013

Geachte heer/mevrouw,

In het kader van de Vlarisub-ringtest mei 2013 bezorgen wij U een aantal stalen voor analyse op diverse elementen. Voor zover mogelijk wordt gevraagd alle vermelde analyses minstens in **tweevoud** uit te voeren. **Mogen wij uw aandacht vragen voor een correcte omrekening en rapportering van de resultaten?**

1. Potgrond staal A voor chemische analyse (labdensiteit: 453,5 g/l) (staal koel bewaren!)

a) Water- en ammoniumacetaat-extract, pH en EC

Volgens de klassieke **chemische analyse** wordt zowel een extract met ammoniumacetaat als met water gemaakt (1/5 vol/vol, het substraat vooraf **niet bevochtigen**). Weeg hiervoor **22,7 g** af en voeg 250 ml extractiemiddel toe. Voer op de extracten de volgende bepalingen uit :

- **K, Ca, Mg, Fe, Mn en P** op het ammoniumacetaat-extract (Ministerieel goedgekeurde versie van 18 januari 2012, CMA 2/IV/6 en CMA 2/IV/14 tot 17);
 - **EC (25 °C), Na, Cl, SO₄ en N (NH₄ en NO₃)** op het waterextract (N zo vlug mogelijk analyseren) volgens EN 13038: Soil improvers and growing media - Determination of electrical conductivity) en EN 13652: Soil improvers and growing media - Extraction of water soluble elements
 - **pH** in waterige suspensie (1/5 v/v), **9,1 g** in 100 ml meten tot op 0,05 na 6 uur bij 25°C (EN 13037: Soil improvers and growing media - Determination of pH)
- Rapporteer de resultaten in mg/l substraat (hou rekening met de 1:5 verdunning).**

2. Een staal potgrond voor fysische analyse (Staal B)

Voor de **fysische analyse** worden volgende parameters bepaald: droge bulkdensiteit, porositeit, water op vers gewicht, watercapaciteit, % lucht- en watervolume, gemakkelijk opneembaar water, waterbufferend vermogen, % krimp, % vocht, % organische stof en % as (EN 13039: Soil improvers and growing media - Determination of organic matter content and ash, EN 13040: Soil improvers and growing media - Sample preparation for chemical and physical tests, determination of dry matter content, moisture content and laboratory compacted bulk density, en EN 13041: Soil improvers and growing media - Determination of physical properties - Dry bulk density, air volume, water volume, shrinkage value and total pore space). Dit is een ander staal dan staal A.

3. Een gedroogde schorscompost (staal C - geel deksel) voor analyse van zware metalen, totaal N, totaal P, organische stof en restvocht

Bepaling van het organische stofgehalte (Zie CMA/2/IV/3 (<http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam> of EN 13039). De analyseresultaten uitdrukken in **%/(absoluut) droge stof (corrigeren voor het restvocht!)**.

Na verassing (6 uur bij 450 °C, as opnemen in 20 ml HNO₃ 7N en aanlengen tot 100 ml) of ontsluiting m.b.v. microgolf worden volgende elementen bepaald: Cr, Cd, Cu, Pb, Ni, Mn, Zn, en As. De analyse van Hg gebeurt volgens CMA/2/IV/6 en 20. De analyseresultaten uitdrukken in **mg/kg (absoluut) droge stof (corrigeren voor het restvocht!)**.

Gelieve ook het restvocht te rapporteren, zoals beschreven in CMA/2/IV/1. Het restvochtgehalte bij deze ringtest wordt gedefinieerd als het verschil in vocht tussen het staal C bij ontvangst en het staal C na drogen bij 105°C.

Totaal P wordt bepaald volgens CMA/2/IV/14. De resultaten worden uitgedrukt als **mg P/kg DS** (na correctie voor restvocht). Totaal N wordt bepaald volgens CMA/2/IV/4. de resultaten worden uitgedrukt als **% op droge stofbasis (na correctie voor restvocht)**. Ook als uw laboratorium geen metaalanalyses verricht, wordt toch gevraagd om het organische stofgehalte en restvocht te bepalen.

4. Minerale grond voor nitraat- en ammoniumanalyse, pH-KCl-meting, en bepaling van ammoniumlactaat-extraheerbare elementen (staal D, rood deksel)

a) Nitraat- en ammoniumanalyse

Neem 40 g luchtdroge bodem en voeg 200 ml KCL 1N toe (BAM/deel 1/04 en 07). Eén uur laten schudden, filtreren en het nitraat- en ammoniumgehalte meten en uitdrukken in **mg NO₃-N/kg voorgedroogde bodem en mg NH₄-N/kg voorgedroogde bodem** (hou rekening met de 1:5 verdunning).

b) Ammoniumlactaat-extraheerbare elementen

Neem 5 g luchtdroge bodem en voeg 100 ml ammoniumlactaat toe. Vier uur laten schudden, filtreren en de concentratie K, Ca, Mg, Na en P meten en uitdrukken in **mg/100g voorgedroogde bodem** (hou rekening met de 1:20 verdunning) (referentie: BAM/deel 1/11: zie https://sites.vito.be/sites/reflabos/2010/Online%20documenten/BAM_deel1_11.pdf).

c) pH-KCl: pH-KCl (1M KCl, 1/5 v/v)

meng 20ml bodem in 100 ml, meten tot op 0,05 na minimum 2 uur bij 20°C na manueel of mechanisch schudden (ISO 10390).

5. Minerale grond (staal E, blauw deksel) voor bepaling organische koolstof en totale stikstof

a) Organische C

ISO 10694:1995 (TOC): Soil quality - Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis) of ISO 14235:1998 (Dichromaatmethode): Soil quality - Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation.

Bij gebruik van de procedure ISO 10694 kunnen andere kalibratiestandaarden zoals bv. EDTA en andere niet-oxiderende minerale zuren (bv. H_3PO_4) eveneens gebruikt worden. Naast %O.C. wordt ook %I.C. gerapporteerd.

Bij gebruik van ISO 14235 gelden volgende aanpassingen:

- het niveau van de digestieoplossing in de digestiebuis dient zich volledig onder het oppervlak van de destructieblok te bevinden
- het monster dient 30 minuten bij 135°C (effectieve temperatuur in de vloeistof) te worden gedeutereerd
- in plaats van centrifugatie kan eveneens rechtstreeks een filtratie worden uitgevoerd
- titrimetrie is eveneens toepasbaar als bepalingmethode

Labo's die beide methodes hanteren, kunnen voor beide een resultaat doorsturen. Het resultaat uitdrukken als % O.C.

b) Totale N

Totale N wordt gemeten volgens ISO 13878 Soil quality - Determination of total nitrogen content by dry combustion („elemental analysis“) of volgens ISO 11261:1995 Soil quality - Determination of total nitrogen - Modified Kjeldahl method. Het resultaat wordt uitgedrukt als % N.

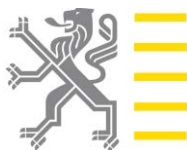
Via e-mail ontvangt U een invulformulier die U nadien ingevuld kan terugsturen. De resultaten worden ten laatste op **01/08/2013** (bart.vandecasteele@ilvo.vlaanderen.be) verwacht.

Met vriendelijke groeten,

Bart Vandecasteele

ADDENDUM 2

Vlaamse overheid



Instituut voor Landbouw- en Visserijonderzoek
Wetenschappelijke instelling - Landbouw en Visserij
Plant – Teelt en omgeving
Burg. Van Gansberghelaan 109
9820 Merelbeke-Lemberge, België
tel: 09 272 27 00 – fax: 09 272 27 01

20

uw bericht van

uw kenmerk

ons kenmerk

bijlagen

vragen naar / e-mail

telefoonnummer

AG/13/VL/001

1

Bart Vandecasteele
Bart.Vandecasteele@ilvo.vlaanderen.be

09 272 27 00

datum

June, 10th 2013

Betreft: Proficiency test Vlarisub May 2013

Dear madam/sir,

Hereby we deliver you the samples for the VLARISUB proficiency test. We kindly ask you to perform the analysis at least in duplicate.

1. Potting soil (sample A) for the chemical analysis (lab bulk density: 453.5 g/l)

a) ammonium acetate and water extract

For the chemical analysis you prepare an **ammonium acetate** (pH 4,65) extract and a **water** extract (both in 1/5 vol/vol, do not humidify in advance). For this you weigh **22.7 g** and add 250 ml extraction liquid and make the following analysis:

- **K, Ca, Mg, Fe, Mn and P** on the ammonium acetate extract (ammonium acetate solution buffered at pH 4.65: dissolve 38.54 g ammonium acetate in 500 ml water while softly heating in a beaker of 1l, cool and add 300 ml water, and add 20 ml concentrated acetic acid (96%, d. 1.05) and cool. While the pH is measured, add concentrated acetic acid (96%, d. 1.05) as drops until pH 4.65 is reached. Pour in a flask of 1l add water and shake) after shaking for 1h.

- **EC (25 °C), Na, Cl, SO₄ and N (NH₄ en NO₃) on the water extract** (N as quick as possible) (EN 13038: Soil improvers and growing media - Determination of electrical conductivity, and EN 13652 Soil improvers and growing media - Extraction of water soluble elements) after shaking for 1h;

- **pH** in aqueous solution (1/5 v/v), **9.1 g** in 100 ml and measure up to 0,05 after 6 hours at 25 °C (EN 13037: Soil improvers and growing media - Determination of pH).

Report the results as mg/l substrate (please take 1:5 dilution into account!).

2. A potting soil (sample B) for physical analysis

For the **physical analysis** the following parameters are measured: dry bulk density, porosity, water content on fresh matter, water capacity, % air and water volume, % shrinkage, % moisture, % organic matter and % ash (EN 13039: Soil improvers and growing media - Determination of organic matter content and ash, EN 13040: Soil improvers and growing media - Sample preparation for chemical and physical tests, determination of dry matter content, moisture content and laboratory compacted bulk density, and EN 13041: Soil improvers and growing media - Determination of physical properties - Dry bulk density, air volume, water volume, shrinkage value and total pore space).

3. A dried potting soil sample (sample C) for the analysis of heavy metals, total N, total P and organic matter (container with yellow cap)

Determination of the organic matter (EN 13039: Soil improvers and growing media - Determination of organic matter content and ash). Express the results as **%/dry matter (DM)**. **Please correct the results for residual moisture content.** Please report the organic matter content, even if your laboratory does not analyse this sample for heavy metals.

The residual moisture content is the recorded moisture loss when drying the received sample (as is) directly at 105°C (the received sample should not be dried at 70°C before residual moisture content determination).

For the determination of Cr, Cd, Cu, Pb, Ni, Mn, Zn you incinerate (6 hours at 450 °C and dissolve the ashes in 20 ml HNO₃ 7N and add water to 100 ml) or digest the sample in a microwave and measure. If possible determine also Hg, and As. Express the results as **mg/kg dry matter (DM)**. **Please correct the results for residual moisture content** and also report residual moisture content. Total P content can be measured on the same extract. The results are expressed as mg P/kg DM. Total N is measured according to EN 13654-1 or EN 13654-2 and is expressed on a dry matter base (**after correction for residual moisture content**).

4. An air-dried mineral soil (sample D - container with red cap) for determination of nitrate and ammonium, pH-KCl, and Ammonium lactate extractable nutrients

a) Nitrate and ammonium content: sample D

Take 40 g air-dried sample D and add 200 ml KCL 1N. Shake for one hour, filter and measure the nitrate and ammonium content. Express as **mg NO₃-N /kg air-dried soil** and **NH₄-N/kg air-dried soil** (take 1:5 dilution into account) (ISO/TS 14256-1:2003: Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field-moist soils by extraction with potassium chloride solution – Part 1: manual method or ISO 14256-2:2005: Soil quality – Determination of nitrate, nitrite and ammonium in field-moist soils by extraction with potassium chloride solution – Part 2: automated method with segmented flow analysis).

b) Ammonium lactate extractable P, K, Ca, Na, Mg: sample D

Take 5 g air-dried sample D and add 100 ml ammonium lactate. Shake for 4 hours in dark recipients, filter and collect the extract. Express results as **mg /100g air-dried soil** (take 1:20 dilution into account) (Reference: Egnèr H., Riehm H. & Domingo W.R. (1960). Untersuchungen über die chemische Bodenanalyse als Grundlage für die Beurteilung des Nährstoffzustandes der Böden. II. Chemische Extraktionsmethoden zur Phosphor- und Kaliumbestimmung. Kungliga Lantbrukshögskolans Annaler, 26, 199-215). Ammonium lactate (1 liter): dissolve 25.7 ml lactic acid 88 %, 23.4 ml acetic acid

99 % and 16 ml ammonium 25 % in a 1 l volumetric flask already filled with 0.5 l water, and add distilled water (pH should be 3.75).

c) pH-KCl: sample D

pH-KCl in 1M KCl (1/5 v/v): **20,0 ml** in 100 ml, measuring to 0,05 after at least 2 hours at 20°C after stirring the sample manually or mechanically (ISO 10390/ Soil quality - Determination of pH).

5. An air-dried mineral soil (sample E container with blue cap) for determination of organic carbon and total nitrogen

a) Organic carbon

ISO 10694:1995 (TOC): Soil quality - Determination of organic and total carbon after dry combustion (elementary analysis) or ISO 14235:1998: Soil quality - Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation.

For ISO 10694, other calibration standards such as EDTA and other non-oxidant mineral acids (e.g. H₃PO₄) may be used as well. Both %O.C. and %I.C. are reported.

For ISO 14235, these adaptations are allowed:

- the level of the digestion solution in the digestion vessel should be under the surface of the digestion block
- the sample must be digested 30 minutes at 135°C
- filtration might be applied instead of centrifugation
- titrimetry is also allowed as method of determination instead of colorimetry

Laboratories applying both methods, may report the results separately. The result must be expressed as % O.C (expressed on air-dried material).

b) Total nitrogen

Total N is determined according to ISO 13878 Soil quality - Determination of total nitrogen content by dry combustion („elemental analysis“) or ISO 11261:1995 Soil quality - Determination of total nitrogen - Modified Kjeldahl method. The result must be expressed as % N.

Via e-mail you will receive a file which you can use for reporting your results. Please send your results to bart.vandecasteele@ilvo.vlaanderen.be before **01/08/2013**. We thank you for your kind co-operation.

Sincerely yours,

Bart Vandecasteele

Contact:

Dr. Ir. Bart Vandecasteele, Wetenschappelijk onderzoeker
Instituut voor Landbouw- en Visserijonderzoek ILVO
Eenheid Plant
Burg. Van Gansberghelaan 109
B-9820 Merelbeke
Tel. +32 9 272 26 99
bart.vandecasteele@ilvo.vlaanderen.be

Dr. Ir. Johan Van Waes, Wetenschappelijk directeur
Instituut voor Landbouw- en Visserijonderzoek ILVO
Eenheid Plant
Burg. Van Gansberghelaan 109
B-9820 Merelbeke
Tel. +32 9 272 26 68
johan.vanwaes@ilvo.vlaanderen.be

Deze publicatie kan ook geraadpleegd worden op:
www.ilvo.vlaanderen.be

Vermenigvuldiging of overname van gegevens toegestaan mits duidelijke bronvermelding.

Aansprakelijkheidsbeperking

Deze publicatie werd door ILVO met de meeste zorg en nauwkeurigheid opgesteld. Er wordt evenwel geen enkele garantie gegeven omtrent de juistheid of de volledigheid van de informatie in deze publicatie. De gebruiker van deze publicatie ziet af van elke klacht tegen ILVO of zijn ambtenaren, van welke aard ook, met betrekking tot het gebruik van de via deze publicatie beschikbaar gestelde informatie.

In geen geval zal ILVO of zijn ambtenaren aansprakelijk gesteld kunnen worden voor eventuele nadelige gevolgen die voortvloeien uit het gebruik van de via deze publicatie beschikbaar gestelde informatie.

Instituut voor Landbouw- en Visserijonderzoek
Burg. Van Gansberghelaan 96
9820 Merelbeke - België
T +32 (0)9 272 25 00
F +32 (0)9 272 25 01
ilvo@ilvo.vlaanderen.be
www.ilvo.vlaanderen.be

