



## VLARISUB-RINGTEST NOVEMBER 2012

## VLARISUB PROFICIENCY TEST NOVEMBER 2012

ILVO MEDEDELING nr 133

april 2013



Bart Vandecasteele  
Chris Van Waes  
Johan Van Waes



**Vlarisub-ringtest  
November 2012**

**Vlarisub proficiency test  
November 2012**

ILVO MEDEDELING nr 133

april 2013

ISSN 1784-3197

Wettelijk Depot: D/2013/10.970/133

Bart Vandecasteele

Chris Van Waes

Johan Van Waes

# INHOUD

1.	Inleiding .....	2
2.	Materiaal en methoden / Materials and methods .....	3
2.1.	Staalvoorbereiding / Sample preparation .....	3
2.2.	Methodes / Methods.....	3
2.3.	Statistische analyse en grafische voorstelling / Statistics and graphs.....	4
1.	Eerste controle / initial data control.....	4
2.	Tabellen / Tables.....	4
3.	Onzekerheid op de consensuswaarde (ifv Zèta-score).....	5
3.	Resultaten en bespreking / Results and discussion.....	6
3.1.	Staal A: waterextract / Sample A: water extract .....	6
3.2.	Staal A: Ammoniumacetaat-extract / Sample A: Ammonium acetate extract.....	7
3.3.	Staal A: CaCl <sub>2</sub> /DTPA-extract / Sample A: CaCl <sub>2</sub> /DTPA-extract .....	8
3.4.	Staal B: fysische analyse / Sample B: physical analysis.....	9
3.5.	Staal C: zware metalen / Sample C: heavy metals.....	10
3.6.	Staal D: minerale N, Ph-Kcl, en P / Sample D: mineral N, Ph-Kcl and P .....	11
3.7.	Staal E: organische koolstof en totale N / Sample E: organic carbon and total N.....	12
	Conclusies / Conclusions.....	13
	Bijlage 1: Namen van de deelnemende labo's in 2012/ Participants 2012 .....	16
	Bijlage 2.....	17
	Addendum 2 .....	20

## 1. INLEIDING

Reeds meer dan 15 jaar organiseert ILVO – PLANT – Teelt en Omgeving de vlarisub-ringtest. De ringtest spitste 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 2012 worden opnieuw 2 VLARISUB-ringtesten (mei en november) georganiseerd met telkens 4 stalen. In de ringtest van november 2012 wordt ook het oxalaat-extracteerbare fosforgehalte ( $P_{ox}$ ) bepaald op het mineraal bodemstaal, net als het fosfaatbindend vermogen en de fosfaatverzadigingsgraad. Daarnaast wordt bij staal B ook de  $\text{CaCl}_2/\text{DTPA}$ -extracteerbare elementen gemeten.

2

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. In the November proficiency test the oxalate-extractable P concentration ( $P_{ox}$ ) is determined on the mineral soil sample.

## 2. MATERIAAL EN METHODEN / MATERIALS AND METHODS

### 2.1. STAALVOORBEREIDING / SAMPLE PREPARATION

- Een staal universele potgrond (**staal A**) voor **chemische analyse** (manueel gehomogeniseerd en verdeeld in porties via kwartieren, niet gedroogd)
  - Een staal universele potgrond (**Staal B**) voor fysische analyse (manueel gehomogeniseerd en verdeeld in porties via kwartieren, niet gedroogd)
  - Een staal gedroogd bodemverbeterend middel (**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 Beitem (perceel 12). Het gedroogde staal werd gedroogd (70 °C) en gemalen (SK100, Retsch), en verdeeld in porties via een roterende monsterverdeler met kegelscheiding (Fritsch laborette 27).
  - Een staal minerale bodem (**Staal E**) van een tuinbouwperceel in Beitem (perceel 12). Het gedroogde 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 universal potting soil (**sample A**) for **chemical analysis** (sample manually homogenised, not dried)
  - A universal potting soil sample (**Sample B**) for physical analysis (sample manually homogenised, not dried)
  - A sample of a dried soil improver (**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 Beitem (parcel 12), Belgium. The dried sample (dried at 70 °C) was ground in a cross beater mill (SK100, Retsch, Haan, Germany) equipped with heavy-metal-free grinding tools, and divided in portions with a rotary sample divider with cone splitter (Fritsch laborette 27).
  - A sample mineral soil (**Sample E**) from a horticultural field in Beitem (parcel 12), 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).

### 2.2. METHODES / METHODS

Instructies: Zie brief (Bijlage 2)

Instructions: See instruction letter (Addendum 2)

## 2.3. STATISTISCHE ANALYSE EN GRAFISCHE VOORSTELLING / STATISTICS AND GRAPHS

4

### 1. Eerste controle / initial data control

Er namen 26 labo's deel aan de ringtest (zie bijlage 1). 25 Labo's stuurden resultaten in. Als eerste stap werden de gerapporteerde gemiddelen 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.

26 Laboratories participated in the proficiency test (listed in Addendum 1). 25 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 invulfiche. 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:

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

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<sup>e</sup> percentiel + 1,5 x de interkwartiel-range (range tussen de 25<sup>e</sup> en 75<sup>e</sup> percentiel) of kleiner zijn dan de 25<sup>e</sup> 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:

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

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 75<sup>th</sup> percentile value + 1.5 x interquartile range (range between the 25<sup>th</sup> and 75<sup>th</sup> percentile value) or smaller than the 25<sup>th</sup> 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<sub>Xref</sub>) Berekend. Dit laat de labo's toe de Zèta-score te berekenen. U<sub>Xref</sub> wordt berekend al volgt:

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

Met:

Ui: 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	5.52	467.7	154.2	<10	154.2		29.2	
2	5.69	465.7	165.5	4.3	161.2	16.5	30.9	305.7
3	5.58	490.7	168.9	<10	168.9	30.5	50.0	317.4
4	5.64	518.7	177.9	0.1	177.8	22.9	40.1	339.0
5	5.32	451.5	176.0		164.7	15.1	47.7	274.7
7	5.62	495.0	194.3	1.3	193.0	26.9	44.7	362.0
8	5.82	450.0	188.9	2.4	186.5	22.6	32.5	361.7
10	5.61	466.0	162.2	<5	162.2	21.8	56.7	307.3
11	5.38	469.3	161.3		156.0	16.2	31.7	300.3
12	5.59	489.3	171.1	7.0	164.1	29.9		287.8
13	5.73	460.8	166.7	0.4	166.3	18.7	31.5	309.4
14	5.54	498.3	149.0	1.7	147.4	14.2	31.1	313.2
15	5.41	808.8		2.4				
16	5.57	457.0						
18	5.60	479.7	172.2	4.8	163.5	51.0		
20	5.58	395.5			161.9	17.9	31.7	327.5
21	5.27	492.7						
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	5.56	476.8	169.9	2.7	163.7	21.1	38.1	317.2
st.dev. (zonder/without outliers)	0.14	19.9	12.6	2.3	6.3	5.6	9.4	26.7
z-score 1	-0.2	-0.5	-1.2		-1.5		-1.0	
z-score 2	1.0	-0.6	-0.3	0.7	-0.4	-0.8	-0.8	-0.4
z-score 3	0.2	0.7	-0.1		0.8	1.7	1.3	0.0
z-score 4	0.6	2.1	0.6	-1.1	2.2	0.3	0.2	0.8
z-score 5	-1.7	-1.3	0.5		0.1	-1.1	1.0	-1.6
z-score 7	0.4	0.9	1.9	-0.6	4.7	1.0	0.7	1.7
z-score 8	1.9	-1.3	1.5	-0.1	3.6	0.3	-0.6	1.7
z-score 10	0.4	-0.5	-0.6		-0.2	0.1	2.0	-0.4
z-score 11	-1.2	-0.4	-0.7		-1.2	-0.9	-0.7	-0.6
z-score 12	0.2	0.6	0.1	1.9	0.1	1.6		-1.1
z-score 13	1.2	-0.8	-0.3	-1.0	0.4	-0.4	-0.7	-0.3
z-score 14	-0.1	1.1	-1.7	-0.5	-2.6	-1.2	-0.8	-0.1
z-score 15	-1.0	16.7		-0.1				
z-score 16	0.1	-1.0						
z-score 18	0.3	0.1	0.2	0.9	0.0	5.3		
z-score 20	0.1	-4.1			-0.3	-0.6	-0.7	0.4
z-score 21	-2.0	0.8						

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

7

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	68.6	168.1	862.6	611.5		5.3
3	63.8	166.2	827.6	583.1	1.4	5.2
4	66.3	152.3	832.3	594.2	1.8	5.8
5	63.1	171.7	845.0	508.4	2.2	6.3
8	61.0	155.8	738.3	525.0	1.5	4.4
10	67.6	160.3	944.8	620.1	1.9	6.1
11	60.0	160.7	837.7	568.3	1.4	4.8
12	68.4	171.7	1338.7	616.8	1.6	5.1
14	70.2	187.0	874.3	643.3	1.6	5.8
18	61.2	164.7	899.2	634.2		
20			962.5	600.0		
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	65.0	163.5	862.4	599.7	1.7	5.4
st.dev. (zonder/without outliers)	3.7	6.8	63.9	34.7	0.3	0.6
z-score 1	1.0	0.7	0.0	0.3		-0.1
z-score 3	-0.3	0.4	-0.5	-0.5	-1.0	-0.3
z-score 4	0.3	-1.7	-0.5	-0.2	0.4	0.6
z-score 5	-0.5	1.2	-0.3	-2.6	1.9	1.4
z-score 8	-1.1	-1.1	-1.9	-2.2	-0.8	-1.6
z-score 10	0.7	-0.5	1.3	0.6	0.8	1.1
z-score 11	-1.4	-0.4	-0.4	-0.9	-0.9	-1.0
z-score 12	0.9	1.2	7.5	0.5	-0.3	-0.5
z-score 14	1.4	3.5	0.2	1.3	-0.3	0.6
z-score 18	-1.1	0.2	0.6	1.0		
z-score 20			1.6	0.0		

### 3.3. STAAL A: CACL<sub>2</sub> /DTPA-EXTRACT / SAMPLE A: CACL<sub>2</sub> /DTPA-EXTRACT

Labonummer/lab number	K	Mg	Fe	Mn	Na	N-NO3	N-NH4	P	SO4
eenheid/unit	mg/l substraat (mg/ l substrate)								
staal/sample	A	A	A	A	A	A	A	A	A
10	206.9	511.7	17.4	5.8	42.5	210.0	1.8	72.3	302.4
18	158.8	504.3	19.4	6.2	66.3			59.7	303.7
20	158.0	504.5	20.5	6.7	35.6	156.8		68.2	337.0
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	174.6	506.8	19.1	6.2	48.1	183.4	1.8	66.7	314.3
st.dev. (zonder/without outliers)	28.0	4.2	1.6	0.4	16.1	37.6		6.4	19.6
Labonummer/lab number	K	Mg	Fe	Mn	Na	N-NO3	N-NH4	P	SO4
z-score 10	1.2	1.2	-1.1	-0.9	-0.3	0.7		0.9	-0.6
z-score 18	-0.6	-0.6	0.2	-0.1	1.1			-1.1	-0.5
z-score 20	-0.6	-0.6	0.9	1.0	-0.8	-0.7		0.2	1.2

### 3.4. STAAL B: FYSISCHE ANALYSE / SAMPLE B: PHYSICAL ANALYSIS

labonummer (lab number)	7	8	10	12	15	16	gemiddelde (average)	standdev.
DROGE BULKDENSITEIT (dry bulk density) kg/m3	165.4	167.3	149.2	149.4		163.0	158.8	8.9
TOTAAL PORIENVOLUME (total pore volume) ml/100 ml (VOCHTIG 10 cm)	90.6	90.0	91.4	83.3		90.8	89.2	3.4
WATER OP VERS GEWICHT g H2O/100g (10 cm)	83.3	83.1	84.0	83.4		83.2	83.4	0.3
(Water on a fresh weight base) (50 cm)	75.1	75.9	81.9	76.2		74.3	76.7	3.0
(100 cm)	71.9	73.0	75.5	73.1		73.9	73.5	1.3
WATER OP DROOG GEWICHT g H2O/100g (10 cm)	497.3	492.0	537.9	503.7		496.0	505.4	18.7
(Water on a dry weight base) (50 cm)	301.6	316.2	462.6	320.6		288.3	337.9	70.9
(100 cm)	255.9	270.3	310.0	271.6		283.7	278.3	20.3
LUCHT VOLUME % (ml LUCHT/100ml VERS SUB.) (10 cm)	8.4	8.9	13.7	8.6		9.1	9.7	2.2
(air volume (fresh weight base)) (50 cm)	41.5	37.2	24.8			44.1	36.9	8.5
(100 cm)	48.9	44.1	47.1			44.9	46.3	2.2
WATERVOLUME % (ml H2O/100ml VERS SUB.) (10 cm)	82.2	81.2	77.7	75.6		81.7	79.7	2.9
(water volume (fresh weight base)) (50 cm)	49.2	52.9	66.6	47.4		46.7	52.6	8.2
(100 cm)	41.8	45.8	44.5	41.1		46.0	43.8	2.3
GOW (gemakkelijk opneembaar water) (easily obtainable water)	32.7	28.4	11.1	28.4		35.0	27.1	9.4
WBV (waterbufferend vermogen) (water buffering capacity)	7.5	7.0	22.1	6.2		0.8	8.7	8.0
KRIMP (shrink) %	30.3	34.7	31.5	40.0		29.7	33.2	4.2
VOCHTGEHALTE (moisture content) % (g/100g vers gewicht/fresh weight)	67.4	66.6	68.4	68.4	67.8	68.2	67.8	0.7
ORGANISCHE STOF (organic matter) % (g/100g droog gewicht/dry weight)	70.8	75.5	74.2	78.1	75.9	75.9	75.1	2.4
% AS (ash content) (g/100g droog gewicht/dry weight)	29.2	24.5	25.8	21.9	24.1	24.1	24.9	2.4

### 3.5. STAAL C: ZWARE METALEN / SAMPLE C: HEAVY METALS

10

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	585	331	161	22.1	0.70	19.6	345	0.410	5.9	6868	5.33	<b>1.47</b>	<b>44.6</b>
2	606	389	176	27.4	0.65	22.7	379	0.304	6.3	6557	<b>1.13</b>	1.30	42.1
3	470	336	144	20.9	0.13	<b>16.1</b>	348	0.295	3.9	6067	5.08	1.30	45.8
4	598	396	179	31.7	0.58	<b>28.2</b>	388	0.374	6.9	6630	4.12	1.21	49.8
5	451	281	142	21.4	0.60	18.6	336	0.320	5.4	5553	5.00	1.25	43.5
7	481	291	154	22.4	0.56	20.5	352	0.360	5.4	<b>4637</b>	4.43	1.27	41.9
8	520	353	167	24.8	0.60	21.0	339						
9	555	359	<b>248</b>	28.0	0.25	<b>37.3</b>	417	0.352	5.0	6071	4.74	1.18	43.4
10	625	376	155	22.3	0.76	20.9	439			6908	4.91	<b>1.59</b>	48.5
12										6115	5.47	1.22	49.3
13											5.71		
14	667	365	189	29.8	0.79	22.1	392	<b>0.191</b>	5.1	6308	4.79	<b>1.55</b>	<b>44.3</b>
15											<b>1.42</b>	1.07	49.3
20	580	375	144	25.6	0.74	21.6	375	0.342	6.4	6299	5.55	<b>1.34</b>	49.7
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	558	350	161	25.1	0.66	20.9	373.6	0.34	5.6	6182.8	4.44	1.31	46.0
st.dev. (zonder/outliers)	69	38	16	3.7	0.09	1.3	33.8	0.04	0.9	646.7	1.47	0.15	3.1
z-score 1	0.4	-0.5	0.0	-0.8	0.4	-1.0	-0.9	1.7	0.3	1.1	0.6	1.0	-0.5
z-score 2	0.7	1.0	0.9	0.6	-0.1	1.4	0.2	-1.1	0.8	0.6	<b>-2.2</b>	-0.1	-1.3
z-score 3	-1.3	-0.4	-1.0	-1.2		<b>-3.6</b>	-0.8	-1.3	-1.9	-0.2	0.4	-0.1	-0.1
z-score 4	0.6	1.2	1.1	1.8	-1.0	<b>5.6</b>	0.4	0.8	1.5	0.7	-0.2	-0.7	1.2
z-score 5	-1.5	-1.8	-1.2	-1.0	-0.7	-1.7	-1.1	-0.6	-0.2	-1.0	0.4	-0.4	-0.8
z-score 7	-1.1	-1.6	-0.4	-0.7	-1.2	-0.2	-0.6	0.4	-0.2	<b>-2.4</b>	0.0	-0.3	-1.3
z-score 8	-0.6	0.1	0.4	-0.1	-0.7	0.1	-1.0						
z-score 9	0.0	0.2	<b>5.4</b>	0.8		<b>12.4</b>	1.3	0.2		-0.2	0.2	-0.9	-0.8
z-score 10	1.0	0.7	-0.4	-0.8	1.1	0.0	1.9			1.1	0.3	1.8	0.8
z-score 12										-0.1	0.7	-0.6	1.0
z-score 13											0.9		
z-score 14	1.6	0.4	1.7	1.3	1.5	0.9	0.5	<b>-4.0</b>	-0.6	0.2	0.2	1.5	-0.6
z-score 15											<b>-2.0</b>	-1.6	1.1
z-score 20	0.3	0.6	-1.1	0.1	0.9	0.5	0.0	-0.1	0.9	0.2	0.8	0.2	1.2

### 3.6. STAAL D: MINERALE N, PH-KCL, EN P / SAMPLE D: MINERAL N, PH-KCL AND P

Labonummer/lab number	NO3-N	NH4-N	K	Mg	Ca	Na	P	pH-KCl	Pox	FBV	FVG
eenheid/unit	mg/kg voorgedr. bodem mg/kg dry soil		mg/100g voorgedr. bodem (mg/100g dry soil)		-	mmol P/kg DS	%				
staal/sample	D	D	D	D	D	D	D	D	D	D	D
2	1.0	20.7						7.43			
3	1.4	23.8	21.9	14.4	480.4	1.7	79.9	<b>7.21</b>	26.1	25.7	101.6
4	1.4	21.9	19.3	14.6	487.0	<b>0.6</b>	84.1	7.43	<b>21.1</b>	<b>21.9</b>	<b>96.3</b>
5								7.33			
6	1.1	21.9	20.7	<b>12.8</b>	<b>45.5</b>	<1.5	77.2	<b>7.55</b>	24.5	21.8	112.5
9	1.2	<b>27.3</b>	20.2	14.0	482.2	2.1	<b>71.7</b>	7.42	23.0	<b>4.5</b>	<b>509.1</b>
10	1.3	21.9	21.7	15.0	485.4	3.4	86.9	7.37	25.7	21.8	118.2
11	1.1	22.8									
12	1.3	21.3	18.9	14.0	<b>734.5</b>	2.5	85.1	7.49	24.0	21.6	111.2
13	1.4	22.7						7.43			
14	1.0	24.1						7.44			
17	0.9	<b>14.6</b>						7.45			
19	<b>17.5</b>	<b>4.3</b>					80.7	7.45			
20	1.2	<b>22.0</b>	20.6	13.9	482.7		81.5	<b>7.36</b>			
22	1.2	21.4	21.0	14.4	489.5	1.9	79.8	7.45	21.8	19.5	111.7
23	1.4	23.5						7.46	23.7	22.1	108.3
24							78.4	7.34	24.9	22.7	109.9
25	1.0	24.2	<b>24.1</b>				82.9	7.37			
<b>gemiddelde (zonder outliers)</b> <b>average (without outliers)</b>	1.2	22.5	20.5	14.3	484.5	2.3	81.6	7.42	24.2	22.0	110.5
<b>st.dev. (zonder/outliers)</b>	0.2	1.2	1.0	0.4	3.4	0.6	3.1	0.05	1.4	0.4	5.0
z-score 2	-1.0	-1.5						0.2			
z-score 3	1.1	1.1	1.3	0.3	-1.2	-0.9	-0.6	<b>-4.3</b>	1.3	<b>8.6</b>	-1.8
z-score 4	1.2	-0.5	-1.2	0.7	0.7	<b>-2.7</b>	0.8	0.3	<b>-2.2</b>	-0.1	<b>-2.8</b>
z-score 5								-1.8			
z-score 6	-0.7	-0.6	0.2	<b>-3.8</b>	<b>-129.9</b>		-1.4	<b>2.7</b>	0.2	-0.4	0.4
z-score 9	0.0	<b>4.0</b>	-0.3	-0.9	-0.7	-0.3	<b>-3.3</b>	0.1	-0.8	<b>-40.3</b>	<b>80.0</b>
z-score 10	0.7	-0.6	1.1	1.7	0.2	1.6	1.7	-1.0	1.0	-0.5	1.5
z-score 11	-0.3	0.2									
z-score 12	0.6	-1.0	-1.6	-0.8	<b>74.0</b>	0.3	1.1	1.5	-0.1	-0.9	0.1
z-score 13	1.2	0.2						0.3			
z-score 14	-0.9	1.3						0.5			
z-score 17	-1.9	<b>-6.7</b>						0.8			
z-score 19	<b>91.0</b>	<b>-15.4</b>					-0.3	0.6			
z-score 20	-0.3	-0.4	0.1	-1.1	-0.5		0.0	-1.2			
z-score 22											
z-score 23	1.3	0.9						0.8	-0.4	0.2	-0.4
z-score 24							-1.1	-1.7	0.5	1.7	-0.1
z-score 25	-1.0	1.4	<b>3.4</b>				0.4	-1.1			

11

### 3.7. 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	0.17	1.05	dichr.	0.128
2'		1.05	TOC	
3		1.06	dichr.	0.111
4		1.09	dichr.	0.107
6		1.13	dichr.	0.127
9	0.48	1.27	dichr.	0.129
9'		<b>1.69</b>	TOC	
10	0.07	1.08	TOC	0.095
12	0.03	1.15	TOC	0.095
13		0.97	dichr.	
14	0.07	1.09	dichr.	0.140
14'		1.15	TOC	
15				<b>0.202</b>
20				0.125
22		1.33	dichr.	
23		1.19	TOC	0.115
24		1.05	TOC	0.111
25		1.07	dichr.	
<b>gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)</b>	0.16	1.12		0.117
<b>st.dev. (zonder/without outliers)</b>	0.18	0.09		0.015
z-score 2	0.0	-0.7		0.8
z-score 2'		-0.7		
z-score 3		-0.6		-0.4
z-score 4		-0.2		-0.7
z-score 6		0.2		0.7
z-score 9	1.7	1.7		0.8
z-score 9'		<b>6.2</b>		
z-score 10	-0.5	-0.4		-1.5
z-score 12	-0.7	0.4		-1.5
z-score 13		-1.6		
z-score 14	-0.5	-0.3		1.6
z-score 14'		0.4		
z-score 15				<b>5.8</b>
z-score 20				0.6
z-score 22				
z-score 23		0.8		-0.1
z-score 24		-0.8		-0.4
z-score 25		-0.5		

## CONCLUSIES / CONCLUSIONS

Algemeen hebben de labo's meer aandacht besteed aan correcte berekening van resultaten en rapportering. Er is nog onduidelijkheid over de rapportering van OS en totale N bij staal C. Deze waarden dienen gerapporteerd te worden op droge stof-basis, dus na het omrekenen voor het gemeten restvochtgehalte. Er is ook onduidelijkheid over hoe restvochtgehalte moet bepaald worden: dit is het resterend vochtgehalte dat gemeten wordt bij het drogen van het ontvangen staal bij 105°C (dus zonder bijkomende droging op 70°C). De inlichtingenbrief voor de komende ringtest zal aangepast worden zodat de bepaling van het restvocht duidelijker is voor de deelnemende labo's.

13

### *Uitschieters (op basis van z-score)*

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

#### *Staal A: Compost*

- *Waterextract*: 2 uitbijter voor EC, 3 uitbijters voor N-NO<sub>3</sub>, en 1 uitbijter voor Cl. Grote spreiding en lage waarde voor NH<sub>4</sub>-N, Cl en Na
- *Ammoniumacetaat-extract*: 1 uitbijter voor K, Ca en Mg.
- *CaCl<sub>2</sub>/DTPA-extract*: slechts 3 deelnemende labo's

#### *Staal B: Potgrond*

- *Fysische*: 2 labo's hebben afwijkende waarden voor gemakkelijk opneembbaar water, en één labo heeft een uitbijter voor waterbufferend vermogen.

#### *Staal C: Compost*

- lage spreiding, behalve voor OS.
- 1 uitbijter voor Cu, Hg, P, 2 uitbijters voor N, en 3 uitbijters voor Cr
- Voor %OS zijn er geen uitbijters maar is er een hoge spreiding.
- De 2 uitbijters voor restvocht kunnen verklaard worden doordat de 2 betrokken labo's het staal eerst op 70°C gedroogd hebben, en het restvochtgehalte bepaald hebben als het vochtverlies tussen 70 en 105°C, terwijl restvocht bepaald zou moeten worden als het vochtverlies van het ontvangen staal voor en na drogen bij 105°C.

#### *Staal D: Minerale grond*

- 2 uitbijters voor pH in KCl.
- Aanvaardbare spreiding op resultaten NH<sub>4</sub>-N op luchtdroge bodem, relatief hoge waarde, 3 uitbijters
- Beperkte spreiding bij NO<sub>3</sub>-N op luchtdroog materiaal, één uitschieter, lage waarde

- Ammoniumlactaat-extraheerbare elementen: 1 uitbijter voor Mg, Na en P, en 2 uitbijters voor Ca. Lage Na-concentratie, lage spreiding voor andere elementen. Staal heeft zeer hoog P gehalte.
- Een uitschiet voor FBV en FVG. Staal met hoge FVG.

#### **Staal E: Minerale grond**

- OC en Ntotaal: lage spreiding, telkens 1 uitbijter

#### **Onzekerheid op de consensuswaarde/standard uncertainty of the assigned value ( $U_{Xref}$ )**

Analyse/analysis	Staal/Sample	Eenheid/Unit	$U_{Xref}$
NO <sub>3</sub> -N	D	mg/kg voorgedr. bodem (mg/kg dry soil)	1.41
NH <sub>4</sub> -N	D	mg/kg voorgedr. bodem (mg/kg dry soil)	0.33
P	D	mg/100g voorgedr. bodem	1.40
pH-KCl	D	-	0.024
%OC	E	%	0.08

14

More attention was paid by the labs to calculation of results and reporting. There was confusion on the reporting of OM and N for sample C. The values should be reported on dry matter base, after correction for residual moisture content. 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). The instruction letter for future proficiency tests will be adapted to avoid confusion on this point.

#### **Outliers (based on the z-score)**

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

#### **Sample A: compost**

- Water extract: 2 outliers for EC, and 3 outliers for N-NO<sub>3</sub>, and one outlier for Cl. Large spread and low value for NH<sub>4</sub>-N, Cl and Na.
- Ammonium acetate extract: 1 outlier for K, Ca and Mg.
- CaCl<sub>2</sub>/DTPA: only participating labs reported results

#### **Sample B: Potting soil**

- Physical analysis: 2 labs have deviating values for easily available water content and one lab has an outlier for water buffering capacity.

#### **Sample C: Soil improver**

- Low spread, except for OM, which is characterised by a relatively high standard deviation.
- 1 Outlier for Cu, Hg, and P, 2 outliers for N and 3 outliers for Cr.
- The reason for the 2 outliers for residual moisture content is that the labs first dried the received sample at 70°C, before drying it at 105°C. For these labs, the reported value was not the moisture loss between the received sample ('as is') and the sample dried at 105°C, but rather the moisture loss between 70°C and 105°C.

#### **Sample D: Mineral soil**

15

- 2 outliers for pH
- Acceptable spread for NH<sub>4</sub>-N measurements on air-dried soil, 3 outliers, sample with a relatively high NH<sub>4</sub>-N content
- Low spread for NO<sub>3</sub>-N measurements on air-dried soil, 1 outlier, sample with a low content
- Ammonium lactate extractable elements: 1 outlier for Mg, Na and P, and 2 outliers for Ca. Low concentration for Na, low spread for other elements. The sample has a high ammonium lactate extractable P content.

#### **Sample E: Mineral soil**

- N and OC: low spread, 1 outlier for both

## **BIJLAGE 1: NAMEN VAN DE DEELNEMENDE LABO'S IN 2012/ PARTICIPANTS 2012**

### Producenten potgronden/compost

- Peltracom NV
- Snebbout NV
- Braecke Potgronden BVBA

### Overheidslaboratoria/onderzoeksinstellingen

16

- ILVO – PLANT – Teelt en Omgeving
- Laboratorium FAVV
- UGent – Vakgroep Bodembeheer en –hygiëne
- Laboratorio Agrario-Zizurkil
- INBO
- Universiteit Zagreb, Landbouwfaculteit
- Wageningen Universiteit

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

- Chemiphar NV
- Bodemkundige Dienst van België
- Eurofins Becewa
- 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
- Viljavuuspalvelu Oy (Finland)
- BLGG AgroXpertus
- ACMAA Milieu
- ROBA laboratorium
- Laboratorium Zeeuws-Vlaanderen

## 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

vragen naar / e-mail

Bart Vandecasteele  
Bart.Vandecasteele@ilvo.vlaanderen.be

uw kenmerk

telefoonnummer  
09 272 27 00

ons kenmerk

AG/12/VL/002

datum

09 november 2012

bijlagen

1

Betreft: Ringtest vlarisub november 2012

Geachte heer/mevrouw,

In het kader van de Vlarisub-ringtest november 2012 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: 378,2 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 **18,9 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 (CMA 2/IV/6 en CMA 2/IV/14 tot 17);
  - **EC (25 °C), Na, Cl, SO<sub>4</sub> en N (N-NH<sub>4</sub> en N-NO<sub>3</sub>)** 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), **7,6 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).**

#### b) Extract in 0.01M CaCl<sub>2</sub>/DTPA

Volgens de **CEN-methode (CaCl<sub>2</sub>/DTPA, EN 13651 Soil improvers and growing media - Extraction of calcium chloride/DTPA (CAT) soluble nutrients)** wordt een extract gemaakt in 0.01M CaCl<sub>2</sub>/DTPA.

bereiding geconcentreerde extractieoplossing 0.1 M:

Los onder roeren met een magnetische roerder 14.7 g CaCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O en 7.88 g DTPA op in 800 ml warm water (+/- 80°C) in een 1000 ml beker. Bij 80°C is de oplossingsduur ongeveer 2 u. Breng vervolgens de oplossing over in een maatkolf van 1 l en leng aan tot de merkstreep. Na enkele weken kan een neerslag ontstaan. Door opwarmen en roeren kan de ontstane neerslag terug in oplossing gebracht worden.

Bereiding extractieoplossing

De geconcentreerde oplossing 1/10 verdunnen zodat uiteindelijk een concentratie van 0.01 M CaCl<sub>2</sub> en 0.002 M DTPA bekomen wordt. De pH van de extractievloeistof moet tussen 2.60 en 2.65 liggen.

Weeg **18,9 g** (equivalent van 50 ml) en voeg 250 ml verdunde extractieoplossing (0.01 M) toe. Na 1 uur schudden affiltreren en op het extract de volgende elementen bepalen : K, Mg, Fe, Mn, P, SO<sub>4</sub>, Na, N-NO<sub>3</sub> en N-NH<sub>4</sub>.

## 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 opneembbaar 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 HNO<sub>3</sub> 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. 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 metaanalyses 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 NO<sub>3</sub>-N/kg voorgedroogde bodem en mg NH<sub>4</sub>-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://esites.vito.be/sites/reflabos/2010/Online%20documenten/BAM\\_deel1\\_11.pdf](https://esites.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).

19

#### **d) Oxalaat-extraheerbare fosfaatgehalte (Pox), P-bindend vermogen en fosfaatverzadigingsgraad**

Oxalaat-extraheerbare fosfaatgehalte (Pox), P-bindend vermogen en fosfaatverzadigingsgraad op luchtdroog materiaal: vertrekken vanuit staal D (methode: BAM/deel 1/08, zie [https://esites.vito.be/sites/reflabos/2010/Online%20documenten/BAM\\_deel1\\_08.pdf](https://esites.vito.be/sites/reflabos/2010/Online%20documenten/BAM_deel1_08.pdf)).  
Druk het resultaat uit in mmol P/ kg luchtdroge grond voor Pox en FBV, en in % voor FVG.

### **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<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) 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 gedestruueerd
- in plaats van centrifugatie kan eveneens rechtstreeks een filtratie worden uitgevoerd
- titrimetrie is eveneens toepasbaar als bepalingsmethode

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 invulfiche die U nadien ingevuld kan terugsturen. De resultaten worden ten laatste op **11/01/2013** ([bart.vandecasteele@ilvo.vlaanderen.be](mailto:bart.vandecasteele@ilvo.vlaanderen.be)) verwacht.

## 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**

**vragen naar / e-mail**

Bart Vandecasteele

Bart.Vandecasteele@ilvo.vlaanderen.be

**uw kenmerk**

**telefoonnummer**

09 272 27 00

**ons kenmerk**

AG/12/VL/002

**datum**

November, 22th 2012

**bijlagen**

1

**Betreft: Proficiency test VLARISUB November 2012**

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: 378.2 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 **18.9 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, SO<sub>4</sub> and N (NH<sub>4</sub> en NO<sub>3</sub>) 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), **7.6 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!).**

**b) CEN-method ( $\text{CaCl}_2/\text{DTPA}$ , EN 13651: Soil improvers and growing media - Extraction of calcium chloride/DTPA (CAT) soluble nutrients)**

*Preparation of the concentrated extraction solution 0.1 M*

Dissolve 14.7 g  $\text{CaCl}_2\text{H}_2\text{O}$  and 7.88 g DTPA in 800 ml hot water (temperature approximately 80 °C) with stirring on a magnetic stirrer in a 1000 ml beaker. At 75 °C +/- 10 °C the reagents will dissolve within 2 h. Allow to cool to ambient temperature. Transfer the solution to a 1000 ml flask and dilute to the mark with water. The solution is stable at room temperature for several weeks. Any precipitation that occurs will disappear with warming and stirring.

*Extracting solution*

Dilute the concentrated  $\text{CaCl}_2\text{H}_2\text{O}/\text{DTPA}$  extracting solution with water in the proportions one part concentrated solution with nine parts water. The final concentration of the extracting solution should be 0.01 mol/l  $\text{CaCl}_2$  and 0.002 mol/l DTPA. The pH of the extracting solution should be adjusted if necessary to be between 2.6 en 2.65.

21

Weigh **18.9 g** (equivalent of 50 ml) and add 250 ml diluted extraction solution. Add 250 ml extracting solution and shake for 1 h. Determine the following elements: K, Mg, Fe, Mn, P,  $\text{SO}_4$ , Na,  $\text{N-NO}_3$ , and  $\text{N-NH}_4$ .

**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.

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  $\text{HNO}_3$  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 NO<sub>3</sub>-N /kg air-dried soil** and **NH<sub>4</sub>-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 Lantbrukskoleans 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).

Determination of Oxalate extractable P (Pox) is only relevant for Belgian labs.

**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. H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) 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](mailto:bart.vandecasteele@ilvo.vlaanderen.be) before **11/01/2013**. We thank you for your kind co-operation.

**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](http://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

