



Vlaanderen
is landbouw & visserij

ILVO Mededeling 193

juni 2015

**Vlarisub-ringtest
Mei 2015**

**Vlarisub proficiency test
May 2015**

ILVO

Instituut voor landbouw-
en visserijonderzoek

www.ilvo.vlaanderen.be

**Vlarisub-ringtest
Mei 2015**

**Vlarisub proficiency test
May 2015**

ILVO MEDEDELING 193

juni 2015

ISSN 1784-3197

Wettelijk Depot: D/2015/10.970/193

Amery F.

Vandecasteele B.

Van Waes C.

Van Waes J.

Inhoud

1	Inleiding/Introduction.....	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
2.3.1	Eerste controle / Initial data control	5
2.3.2	Tabellen/Tables.....	5
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 en macro-elementen/ Sample C: Heavy metals and macro-elements.....	10
3.5	Staal D: Minerale N, pH-KCl en P / Sample D: Mineral N, pH-KCl and P.....	11
3.6	Staal E: Organische koolstof en totale N / Sample E: Organic carbon and total N.....	12
4	Conclusies.....	13
5	Bijlage 1: Namen van de deelnemende labo's in 2015/ Participants 2015	15
6	Bijlage 2.....	16
7	Addendum 2.....	19

1 Inleiding/Introduction

Reeds meer dan 20 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 2015 worden opnieuw 2 VLARISUB-ringtesten (mei en november) georganiseerd met telkens 5 stalen. In de ringtest van mei 2015 werden op staal C (compost) ook de macro-elementen bepaald. In de ringtest van november 2015 worden ook het CaCl_2 -extraheerbare fosforgehalte (P-CaCl_2), oxalaat-extraheerbare fosforgehalte (P_{ox}), net als het fosfaatbindend vermogen en de fosfaatverzadigingsgraad op het mineraal bodemstaal bepaald. Daarnaast worden bij staal A ook de $\text{CaCl}_2/\text{DTPA}$ -extraheerbare elementen gemeten.

The vlarisub proficiency test has been organised by ILVO (Institute for Agricultural and Fisheries Research, PLANT, Crop Husbandry and Environment Research Area) for more than 20 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 May proficiency test also the macro elements of the compost sample (C) were analysed. In the November proficiency test the CaCl_2 extractable P content (P-CaCl_2) and the oxalate-extractable P content (P_{ox}) are determined on the mineral soil sample.

2 Materiaal en methoden/Materials and Methods

2.1 Staalvoorbereiding/Sample preparation

- Een staal potgrond (**staal A**) voor **chemische analyse** (manueel gehomogeniseerd en verdeeld in porties via kwartieren, niet gedroogd)
 - Een staal 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, macro-elementen, 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 akkerbouwperceel in Merelbeke. 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 akkerbouwperceel in Leffinge (polder). Het gedroogde staal werd gedroogd (70 °C), gemalen (SK100, Retsch) en gezeefd over 250 µm, en verdeeld in porties via een roterende monsterverdeler met kegelscheiding (Fritsch laborette 27).
-
- A sample of potting soil (**sample A**) for **chemical analysis** (sample manually homogenised, not dried)
 - A sample of potting soil (**Sample B**) for physical analysis (sample manually homogenised, not dried)
 - A sample of dried soil improver (**sample C**) for heavy metal, macro elements, N, 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 an arable soil in Merelbeke (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 an arable soil in Leffinge (Belgium). The dried sample (sieved over 250 µm, 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).

Na het mechanisch splitten werden 4 porties van staal D willekeurig geselecteerd voor een homogeniteitstest. De parameter pH-KCl werd voor deze 4 porties telkens 2 maal gemeten. Een ANOVA-test wees uit dat de resultaten tussen de porties niet significant verschilden ($\alpha > 0,05$, Tabel 1). De standaarddeviatie over alle metingen was meer dan een factor 6 lager dan de standaarddeviatie van de resultaten verkregen per labo (Tabel 1). Hieruit besluiten we dat de porties van staal D voldoende homogeen waren om gebruikt te worden in deze ringtest.

After splitting, 4 portions of sample D were selected in a random way for testing homogeneity. For these 4 portions, pH-KCl was measured 2 times. An ANOVA test showed that the results from the different portions did not significantly differ ($\alpha > 0.05$, Table 1). The standard deviation over all measurements was more than a factor 6 smaller than the standard deviation of the results obtained from the labs (Table 1). It is concluded that the portions of sample D were sufficiently homogeneous to be used in this proficiency test.

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

	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Total	Proficiency test
measurement 1	6,04	6,05	6,05	6,07		
measurement 2	6,05	6,06	6,06	6,07		
Average	6,05	6,06	6,06	6,07	6,06	6,14
Standard deviation	0,005	0,005	0,005	0,000	0,011	0,069

2.2 Methodes/Methods

Instructies: Zie brief (Bijlage 2)

Instructions: See instruction letter (Addendum 2)

2.3 Statistische analyse/Statistics

2.3.1 Eerste controle / Initial data control

Er namen 17 labo's deel aan de ringtest (zie bijlage 1). Alle 17 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.

Seventeen laboratories participated in the proficiency test (listed in Addendum 1). All seventeen 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.

2.3.2 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:

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

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 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
2	6,27	359	138	74,4	63,4	12,0	27,1	321
3	6,09	366	138	75,7	62,6	27,6	46,4	
4	6,25	338	124	63,9	59,9	18,8	27,1	294
7	5,97	378		63,1	75,5	34,8	38,6	334
8	6,13	319	125	68,4	56,5	30,8	31,7	411
10	6,16	349	119	57,8	61,0	19,9	23,8	291
11	6,09	346	130		66,0	15,3	33,3	325
12	6,23	342				19,9		279
13		314	130	66,0	63,5	28,4	29,1	354
15	6,23	801		29,2				
20	6,10	344		67,2	65,6		32,8	
21	5,77	354						
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	6,15	346	129	67,1	62,3	23,1	30,4	314
st.dev. (zonder/without outliers)	0,10	19	7	5,9	3,1	7,6	4,6	27
Labonummer/lab number	pH-H2O	EC	N	N-NH4	N-NO3	Cl	Na	SO4
z-score 2	1,2	0,7	1,2	1,2	0,3	-1,5	-0,7	0,3
z-score 3	-0,7	1,1	1,3		0,1	0,6	3,5	
z-score 4	1,0	-0,4	-0,7	-0,5	-0,8	-0,6	-0,7	-0,8
z-score 7	-1,9	1,7		-0,7	4,2	1,5	1,8	0,7
z-score 8	-0,2	-1,4	-0,6	0,2	-1,9	1,0	0,3	3,6
z-score 10	0,1	0,1	-1,4		-0,4	-0,4	-1,4	-0,8
z-score 11	-0,7	0,0	0,2		1,2	-1,0	0,6	0,4
z-score 12	0,8	-0,2				-0,4		-1,3
z-score 13		-1,7	0,1	-0,2	0,4	0,7	-0,3	1,5
z-score 15	0,9	24,3		-6,4				
z-score 20	-0,5	-0,1		0,0	1,1		0,5	
z-score 21	-4,0	0,4						

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
3	55,2	138	765	524		4,94
4	55,9	98	797	535	1,68	5,22
8	59,2	143	690	479	1,23	3,87
10	63,7	176	940	604		6,40
11	57,0	136	861	537	0,98	4,58
12	54,2	141	814	542	1,31	5,20
18	60,6	134	780	588		
20			857	613		
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	58,0	139	813	553	1,30	4,76
st.dev. (zonder/without outliers)	3,4	4	75	45	0,29	0,56
Labonummer/lab number	P	K	Ca	Mg	Fe	Mn
z-score 3	-0,8	-0,1	-0,6	-0,6		0,3
z-score 4	-0,6	-10,9	-0,2	-0,4	1,3	0,8
z-score 8	0,4	1,3	-1,6	-1,6	-0,2	-1,6
z-score 10	1,7	10,2	1,7	1,1		2,9
z-score 11	-0,3	-0,6	0,6	-0,3	-1,1	-0,3
z-score 12	-1,1	0,7	0,0	-0,2	0,0	0,8
z-score 18	0,8	-1,2	-0,4	0,8		
z-score 20			0,6	1,3		

3.3 Staal B: Fysische analyse / Sample B: Physical analysis

labonummer (lab number)	7	8	10	15	18	gemiddelde (average)	st.dev.
DROGE BULKDENSITEIT (dry bulk density) kg/m ³	166	176	171		120	158	26
TOTAAL PORIENVOLUME (total pore volume) ml/100 ml (VOCHTIG 10 cm)	90,5	89,6	90,2		93,4	91	2
WATER OP VERS GEWICHT g H ₂ O/100g (10 cm)	80,1	82,1	83,0			82	1
(Water on a fresh weight base) (50 cm)	48,0	77,1	79,7			68	18
(100 cm)	42,6	73,3	76,9			64	19
WATER OP DROOG GEWICHT g H ₂ O/100g (10 cm)	482	460	488		59	372	209
(Water on a dry weight base) (50 cm)	289	336	393			339	52
(100 cm)	256	275	334			288	40
LUCHT VOLUME % (ml LUCHT/100ml VERS SUB.) (10 cm)	10,6	8,7	7,1		33,9	15	13
(air volume (fresh weight base)) (50 cm)	42,7	31,1	20,2			31	11
(100 cm)	47,9	40,6	35,1			41	6
WATERVOLUME % (ml H ₂ O/100ml VERS SUB.) (10 cm)	63,8	80,9	83,1		59,5	72	12
(water volume (fresh weight base)) (50 cm)	256,6	58,6	69,6			128	111
(100 cm)	288,1	48,9	55,4			131	136
GOW (gemakkelijk opneembaar water) (easily obtainable water)	32,3	22,3	13,6			23	9
WBV (waterbufferend vermogen) (water buffering capacity)	4,8	9,7	14,2			10	5
KRIMP (shrink) %	36,6	36,5	26,7		10,4	28	12
VOCHTGEHALTE (moisture content) % (g/100g vers gewicht/fresh weight)	67,8	66,5	59,7	67,7		65	4
ORGANISCHE STOF (organic matter) % (g/100g droog gewicht/dry weight)	72,3	73,5	74,0	73,0	73,8	73	1
% AS (ash content) (g/100g droog gewicht/dry weight)	27,7	26,5	26,0	27,0	26,2	27	1

3.4 Staal C: Zware metalen en macro-elementen/ Sample C: Heavy metals and macro-elements

Labonummer/lab number	Zn	Cu	Pb	Ni	Cd	Cr	Mn	Hg	As	P	K	Ca	Mg	Na	Fe	Al	restvocht (residual moisture)	N	OS (OM)
eenheid/unit	mg/kg DS (mg/kg DM)										g/kg						%	%/DS	%/DS
staal/sample	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C
2	158	16,1	20,2	5,78	1,28	21,1	771	0,078	2,58	3393	14,5	28,7	3,59	0,46	8,19	3,85	2,16	1,67	42,7
3	142	14,8	21,1	5,76	1,20	16,5		0,117		3418	13,9	28,5	3,63	0,57			1,83	1,61	43,9
7	157	15,6	20,7	5,88	1,21	22,3	692		0,94	7370							2,45	1,72	27,8
8	111	13,3	12,3	6,33	0,67	23,3	567												
9	159	15,4	19,6	6,34	1,30	21,6	726		2,69	3402	14,5	28,5	3,70	0,63	8,04	2,90	2,39	2,02	44,6
10	145	13,9	18,3	4,85	1,08	22,0	788		1,87	3213	15,9	28,3	3,83	0,70	7,29	3,45	1,90	1,73	40,9
12										3164	11,9	23,8	3,08	0,65	6,44	3,27	2,00		44,2
13																	2,50		
15																	2,58	1,57	43,3
16	146	19,3	18,3	7,35	0,65	26,1	736			3516	12,5	28,7	4,05	1,20	8,45	5,25	1,75	2,82	46,3
20	170	17,9	21,3	5,52	1,35	21,8	637	0,075	2,58	3612	16,9	36,9	4,18	0,67	4,00	2,66	2,55	1,76	42,4
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	154	15,8	19,9	5,78	1,09	22,0	702	0,090	2,13	3388	14,3	28,5	3,83	0,64	7,68	3,22	2,21	1,72	43,5
st.dev. (zonder/without outliers)	10	2,0	1,2	0,51	0,28	0,8	78	0,023	0,74	158	1,8	0,1	0,24	0,05	0,82	0,47	0,32	0,15	1,6
Labonummer/lab number	Zn	Cu	Pb	Ni	Cd	Cr	Mn	Hg	As	P	K	Ca	Mg	Na	Fe	Al	restvocht (residual moisture)	N	OS (OM)
z-score 2	0,4	0,1	0,2	0,0	0,7	-1,2	0,9	-0,5	0,6	0,0	0,1	1,2	-1,0	-3,8	0,6	1,3	-0,2	-0,4	-0,5
z-score 3	-1,2	-0,5	0,9	0,0		-7,2		1,2		0,2	-0,2	-0,1	-0,8	-1,5			-1,2	-0,8	0,2
z-score 7	0,3	-0,1	0,6	0,2	0,4	0,3	-0,1		-1,6	25,3							0,7	0,0	-9,6
z-score 8	-4,4	-1,2	-6,1	1,1	-1,5	1,7	-1,7												
z-score 9	0,5	-0,2	-0,2	1,1		-0,6	0,3			0,1	0,1	-0,3	-0,5	-0,2	0,4	-0,7	0,6	2,0	0,7
z-score 10	-0,9	-0,9	-1,3	-1,8	0,0	-0,1	1,1		-0,4	-1,1	0,9	-1,4	0,0	1,2	-0,5	0,5	-1,0	0,1	-1,6
z-score 12										-1,4	-1,4	-32,9	-3,2	0,1	-1,5	0,1	-0,7		0,4
z-score 13																	0,9		
z-score 15																	1,2	-1,1	-0,1
z-score 16	-0,8	1,7	-1,3	3,1	-1,6	5,3	0,4			0,8	-1,0	0,7	0,9	11,5	0,9	4,3	-1,4	7,4	1,7
z-score 20	1,6	1,1	1,1	-0,5	0,9	-0,2	-0,8	-0,6	0,6	1,4	1,5	58,7	1,5	0,5	-4,5	-1,2	1,1	0,2	-0,7

3.5 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
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	6,28	4,61						6,13
3	7,32	3,98	17,6	18,4	112		22,0	6,17
4	7,21	3,73	14,3	16,5	97		21,4	6,16
6	4,62	5,51	15,6	17,8	102	0,89	19,9	6,15
9	6,65	4,42	14,7	14,7	98	0,62	14,6	6,36
10	6,54	3,07	15,1	16,5	90		22,6	6,08
11	6,76	4,11						6,10
12			19,4	19,1	112	1,25	23,7	6,19
13	7,45	3,59						
17	6,70	3,93						6,25
18			16,6	19,4	108	1,82	18,7	
20	7,03	3,50	16,6	17,0	106		21,7	6,02
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	6,88	3,88	16,2	17,4	103	1,14	21,4	6,14
st.dev. (zonder/without outliers)	0,39	0,47	1,7	1,6	8	0,52	1,7	0,07
Labonummer/lab number	NO3-N	NH4-N	K	Mg	Ca	Na	P	pH-KCl
z-score 2	-1,5	1,5						-0,2
z-score 3	1,1	0,2	0,8	0,6	1,1		0,4	0,4
z-score 4	0,8	-0,3	-1,2	-0,6	-0,7		0,0	0,3
z-score 6	-5,8	3,4	-0,4	0,2	-0,2	-0,5	-0,9	0,2
z-score 9	-0,6	1,1	-0,9	-1,7	-0,6	-1,0	-4,1	3,2
z-score 10	-0,9	-1,7	-0,7	-0,6	-1,7		0,7	-0,9
z-score 11	-0,3	0,5						-0,5
z-score 12			1,9	1,1	1,2	0,2	1,4	0,8
z-score 13	1,4	-0,6						
z-score 17	-0,5	0,1						1,6
z-score 18			0,2	1,3	0,6	1,3	-1,6	
z-score 20	0,4	-0,8	0,2	-0,3	0,4		0,2	-1,8

3.6 Staal E: Organische koolstof en totale N / Sample E: Organic carbon and total N

Labonummer/lab number	OC (dichr.)	OC (TOC)	IC (TOC)	%OC	methode OC	Ntotaal/Ntotal
eenheid/unit	%	%	%	%		%
staal/sample	E	E	E	E	E	E
2	0,99		0,98	0,99	dichr	0,130
2'		1,10		1,10	TOC	
3	1,05			1,05	dichr	0,135
4	1,05			1,05	dichr	0,127
9		1,30	1,12	1,30	TOC	0,223
10		1,20	0,91	1,20	TOC	0,142
11	1,16			1,16	dichr	
12		1,25	0,78	1,25	TOC	
13	1,16			1,16	dichr	
15						0,103
18						0,167
20						0,159
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	1,08	1,21	0,94	1,14		0,137
st.dev. (zonder/without outliers)	0,08	0,09	0,14	0,10		0,021
Labonummer/lab number	OC (dichr.)	OC (TOC)	IC (TOC)	%OC	methode OC	Ntotaal/Ntotal
z-score 2	-1,2		0,2	-1,5		-0,4
z-score 3	-0,4			-0,9		-0,1
z-score 4	-0,4			-0,8		-0,5
z-score 9		1,0	1,2	1,6		4,0
z-score 10		-0,2	-0,3	0,6		0,2
z-score 11	1,0			0,2		
z-score 12		0,5	-1,2	1,1		
z-score 13	1,0			0,2		
z-score 15						-1,6
z-score 18						1,4
z-score 20						1,0

4 Conclusies

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

Het aantal uitschieters is vergelijkbaar met vorige recente ringtesten

- 4 labo's hebben geen enkele uitschieter
- 11 labo's hebben tussen 1 en 3 uitschieters
- 2 labo's hebben tussen 4 en 5 uitschieters
- Geen enkel labo heeft meer dan 5 uitschieters

Staal A: Potgrond

- *Waterextract:*
 - o Kleine spreiding voor de meeste parameters, uitgezonderd voor Cl⁻ en Na
 - o Eén uitbijter voor pH, EC, N-NH₄, N-NO₃, Na en SO₄
 - o Hoge waarde voor SO₄, N-NH₄ en N-NO₃, voor de andere parameters bevatte de bemeste potgrond waarden in de streefzone
- *Ammoniumacetaat-extract:*
 - o beperkte spreiding voor alle parameters, uitgezonderd voor Fe en Mn
 - o Twee uitbijters voor K, één voor Mn
 - o Vrij lage waarde voor K, eerder hoge waarde voor Mg

Staal B: Potgrond

- Maar 3-5 resultaten per parameter, bijgevolg geen z-score berekend
- Veel grotere variatie dan in vorige jaren (met uitzondering van totaal poriënvolume, water op vers gewicht (10 cm), vochtgehalte, %organische stof en %as)
- Afwijkende waarden voor labo 7 voor %watervolume bij 50 en 100 cm

Staal C: Bodemverbeterend middel

- Lage waarde voor Pb, en relatief hoge waarden voor Mn en Cd
- Beperkte spreiding, uitgezonderd voor Cd, Hg, As, Al en restvocht. Veel kleinere spreiding voor de macro-elementen in vergelijking met de ringtest van mei 2014.
- 1 uitbijter voor Zn, Pb, Ni, P, Mg, Fe, Al, N en OS, twee uitbijters voor Cr, Ca en Na

Staal D: Minerale grond

- Vrij lage waarden voor Ca en Na, minerale N is aanwezig als NO₃-N en NH₄-N
- Lage spreiding voor alle metingen, met uitzondering van Na (lage waarde)
- Eén uitbijter voor NO₃-N, NH₄-N, P en pH-KCl

Staal E: Minerale grond

- Bodem met een hoog gehalte aan IC
- Beperkte spreiding voor OC, wat grotere spreiding voor IC en %N
- Iets hogere OC-resultaten gemeten met de TOC-methode in vergelijking met de dichroomaatmethode
- Eén uitbijter voor %N

Outliers (based on the z-score, sample B left out because of the small number of participating laboratories)

The number of outliers was similar to the numbers in previous recent proficiency tests.

- 4 labs had no outliers
- 11 labs had between 1 and 3 outliers
- 2 labs had between 4 and 5 outliers
- None of the labs had more than 5 outliers

Sample A: Potting soil

- *Water extract.*
 - o Small variance for most parameters, except for Cl^- and Na
 - o One outlier for pH, EC, N-NH_4 , N-NO_3 , Na and SO_4
 - o High value for SO_4 , N-NH_4 and N-NO_3 , this fertilized potting soil had target values for the other parameters
- *Ammonium acetate extract.*
 - o limited variance for all parameters with exception of Fe and Mn
 - o Low value for K, rather high value for Mg
 - o Two outliers for K, one for Mn

Sample B: Potting soil

- Only 3-5 results for every parameter, no z score calculated
- Much larger variance compared to previous years (except for total pore volume, water on a fresh weight base, moisture content, organic matter and ash content)
- Abberant values for lab 7 for water volume at 50 and 100 cm

Sample C: Soil improver

- Small value for Pb, relatively high values for Mn and Cd
- Small variance, except for Cd, Hg, As, Al and residual moisture. Much smaller variance for macro elements compared to the variance in the proficiency test of May 2015
- One outlier for Zn, Pb, Ni, P, Mg, Fe, Al, N and OM, two outliers for Cr, Ca and Na

Sample D: Mineral soil

- Relatively low value for Ca and Na, mineral N is present as $\text{NH}_4\text{-N}$ and $\text{NO}_3\text{-N}$
- Limited variance for all measurements, except for Na (low value)
- One outlier for $\text{NO}_3\text{-N}$, $\text{NH}_4\text{-N}$, P and pH-KCl

Sample E: Mineral soil

- Soil with relatively high content of IC
- Limited variance for OC, larger variance for IC and %N
- Little higher OC results for the TOC method compared to the dichromate method
- One outlier for %N

5 Bijlage 1: Namen van de deelnemende labo's in 2015/ Participants 2015

Producenten potgronden/compost

- Peltracom NV
- Braecke Potgronden BVBA

Overheidslaboratoria/onderzoeksinstituten

- ILVO – PLANT – Teelt en Omgeving
- UGent – Vakgroep Bodembeheer
- Laboratorio Agrario Gipuzkoako -Zizurkil
- INBO
- UGent – Fornalab
- KU Leuven Technologiestad Geel

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

- Bodemkundige Dienst van België
- Eurofins 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
- Eurofins Viljavuospalvelu (Finland)
- Scientia Terrae
- Innolab

6 Bijlage 2

The logo for ILVO, consisting of the letters 'ILVO' in a bold, green, sans-serif font.

Instituut voor Landbouw-
en Visserijonderzoek

Plant

Burg. Van Gansberghelaan 109

9820 Merelbeke

T 09 272 27 00

www.ilvo.vlaanderen.be

uw brief van	uw kenmerk	ons kenmerk	bijlagen
		AG/15/VL/001	
vragen naar/e-mail		telefoonnummer	datum
Fien Amery	Fien.Amery@ilvo.vlaanderen.b e	09 272 27 08	28 April 2015

Betreft: Ringtest Vlarisub mei 2015

Geachte heer/mevrouw,

In het kader van de Vlarisub-ringtest mei 2015 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 (herhaalbaarheid). **Mogen wij uw aandacht vragen voor een correcte omrekening en rapportering van de resultaten?**

1. Potgrond staal A voor chemische analyse (labdensiteit: 385,5 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 **19,3 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 19 februari 2013, 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; er wordt aangeraden om de SO₄-concentratie met anionchromatografie te meten om zo enkel de anorganische SO₄ te meten;
 - **pH** in waterige suspensie (1/5 v/v), **7,7 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. Compost (staal C - geel deksel) voor analyse van zware metalen, totaal P, macro-elementen, totaal N, 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), ontsluiting door aqua-regia met refluxkoeler of ontsluiting m.b.v. microgolf of andere methodes die gebruikt worden bij CMA/2/IV/6 (zie <http://www.emis.vito.be/referentielabo-ovam>) worden volgende elementen bepaald: Cr, Cd, Cu, Pb, Ni, Mn, Zn, Hg, As en P (analyseresultaten uitdrukken in **mg/kg (absoluut) droge stof (corrigeren voor het restvocht!)**) en Na, K, Ca, Mg, Fe en Al (analyseresultaten uitdrukken in **g/kg (absoluut) droge stof (corrigeren voor het restvocht!)**). De analyse gebeurt volgens CMA/2/IV/19 (20 voor Hg).

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 N wordt bepaald volgens CMA/2/IV/4 (via (1) NDumas of (2) Modified Kjeldahl). 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 20 ml 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 gedestruëerd
- 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 **09/06/2015** (fien.amery@ilvo.vlaanderen.be) verwacht.

Met vriendelijke groeten,

Fien Amery

7 Addendum 2



Institute for Agricultural
and Fisheries Research

Plant Sciences

Burg. Van Gansberghelaan 109

9820 Merelbeke, Belgium

T +32 9 272 27 00

www.ilvo.vlaanderen.be

your letter	your ref.	our ref.	attachments
ask for/e-mail		AG/15/VL/001	
Fien Amery	Fien.Amery@ilvo.vlaanderen.b e	phone number 09 272 27 08	date April, 28 th 2015

Re.: Proficiency test Vlarisub May 2015

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 chemical analysis (lab bulk density: 385.5 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 **19.3 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 and 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; recommendation to measure SO₄ by anion chromatography in order to measure only inorganic SO₄;

- pH in aqueous solution (1/5 v/v), **7.7 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. 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. Compost (sample C – yellow cap) for the analysis of heavy metals, macro elements, total N, total P, organic matter and residual moisture

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, Hg, As, P (express the results as **mg/kg dry matter (DM)**, **please correct the results for residual moisture content**) and Na, K, Ca, Mg, Fe and Al (express the results as **g/kg dry matter (DM)**, **please correct the results for residual moisture content**) 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 or with reflux cooler and measure. Also report residual moisture content.

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 fien.amery@ilvo.vlaanderen.be before **09/06/2015**. We thank you for your kind co-operation.

Sincerely yours,

Fien Amery

Contact

Fien Amery, Wetenschappelijk onderzoeker
Instituut voor Landbouw- en Visserijonderzoek ILVO
Plant
Burg. Van Gansberghelaan 109
9820 Merelbeke
T +32 9 272 27 09
fien.amery@ilvo.vlaanderen.be

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

Deze publicatie kan ook geraadpleegd worden op:
[www.ilvo.vlaanderen.be/pers en media/ILVO mededelingen](http://www.ilvo.vlaanderen.be/pers%20en%20media/ILVO%20mededelingen)

Vermenigvuldiging of overname van gegevens toegestaan mits duidelijke bronvermelding.

ILVO

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 92
9820 Merelbeke - België

T +32 9 272 25 00
ilvo@ilvo.vlaanderen.be
www.ilvo.vlaanderen.be