



Vlaanderen
is landbouw & visserij

ILVO Mededeling 238

Januari 2018

**Vlarisub-ringtest
November 2017**

**Vlarisub proficiency test
November 2017**

ILVO

Instituut voor Landbouw-,
Visserij- en Voedingsonderzoek

www.ilvo.vlaanderen.be

**Vlarisub-ringtest
November 2017**

**Vlarisub proficiency test
November 2017**

ILVO MEDEDELING 238

Januari 2018

ISSN 1784-3197

Wettelijk Depot: D/2018/10.970/238

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
2.3.3	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/Sample A: CaCl ₂ /DTPA-extract	9
3.4	Staal B: Fysische analyse / Sample B: Physical analysis	10
3.5	Staal C: Zware metalen, N en P/ Sample C: Heavy metals, N and P	11
3.6	Staal D: Minerale N en ammoniumlactaatextractie / Sample D: Mineral N and ammonium lactate extraction 12	
3.7	Staal D: pH-KCl en P / Sample D: pH-KCl and P	13
3.8	Staal E: Organische koolstof en totale N / Sample E: Organic carbon and total N	14
4	Conclusies	15
5	Bijlage 1: Namen van de deelnemende labo's in 2017/ Participants 2017	18
6	Bijlage 2	19
7	Addendum 2	23

1 Inleiding/Introduction

Reeds meer dan 20 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 2017 werden opnieuw 2 VLARISUB-ringtesten (mei en november) georganiseerd met telkens 5 stalen. Vanaf 2016 worden verschillende fosforanalyses uitgevoerd op staal D, en dit zowel in mei als in november. Daarnaast wordt bij staal A ook de CaCl_2 /DTPA-extraheerbare elementen gemeten in november.

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. From 2016 on several P analyses are performed for sample D, both in May and November. For sample A, CaCl_2 /DTPA extractable elements are measured in November.

2 Materiaal en methoden/Materials and Methods

2.1 Staalvoorbereiding/Sample preparation

- Een staal gft-compost (**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 schorscompost (**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 akkerbouwperceel in Lierde (leem). Het 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 arme tuinbouwbodem in Melle (zandleem). Het 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 vegetable, fruit and garden compost (based on fermented organic material, **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 bark compost (**sample C**) for heavy metal, 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 Ravels (Belgium, loam). 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 poor horticultural soil in Melle (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).

Staal E was dezelfde als staal E in de mei-editie van de Vlarisubringtest van 2017. In mei waren er problemen geweest met de homogeniteit (porties verschilden significant in de homogeniteitstest, en grote variatie tussen de labo's). Na verschillende testen bleek dat de problemen gelinkt waren aan stratificatie van de bodem door de splitter (opdeling kleine en grote partikels in laagjes), gecombineerd met het helemaal vullen van het potje waardoor mengen moeilijk is. Daarop werd de splitsnelheid geoptimaliseerd, werden de potjes minder vol gedaan om beter mengen mogelijk te maken en wordt in de begeleidende brief gewezen op het belang van mengen. Er werd beslist om het geoptimaliseerd gesplit staal E opnieuw op te sturen in de ringtest.

Na het mechanisch splitten werden 6 porties van staal E willekeurig geselecteerd voor een homogeniteitstest. De parameter %N werden voor deze 6 porties telkens 2 maal gemeten. Een ANOVA-test wees uit dat de resultaten tussen de porties niet significant verschilden ($\alpha=0,11$, Tabel 1). De standaarddeviatie over alle metingen was ongeveer gelijk aan de standaarddeviatie van de resultaten verkregen per labo (zeer kleine spreiding bij weglaten van één uitbijter, Tabel 1).

Sample E was the same as sample E in the May edition of the Vlarisub proficiency test of 2017. In May there were some troubles concerning the homogeneity of sample E (significant differences between portions in the homogeneity test and large variance between labs). Tests showed that the problems were linked with stratification of the soil by the splitter (small and large particles in layers) combined with total filling of the containers, making it difficult to mix the sample. Splitting speed was optimized, containers were not completely filled to enable mixing and the importance of mixing is stressed in the accompanying letter. It was decided to select the optimized splitted sample E again for the proficiency test.

After splitting, 6 portions of sample E were selected in a random way for testing homogeneity. For these 6 portions, %N were measured 2 times. An ANOVA test showed that the results from the different portions did not differ significantly ($\alpha=0.11$, Table 1). The standard deviation over all measurements was equal to the standard deviation of the results obtained from the labs (very small spread without one outlier, Table 1).

Tabel 1. Resultaten van de homogeniteitstest voor %N in staal E. (Table 1. Results from the homogeneity test for %N in sample E)

Measurement	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5	Sample 6	Total	Proficiency test
1	0,082	0,080	0,080	0,079	0,082	0,085		
2	0,089	0,082	0,082	0,080	0,080	0,087		
average	0,085	0,081	0,081	0,080	0,081	0,086	0,082	0,074
standarddev.	0,005	0,001	0,001	0,001	0,001	0,001	0,003	0,003

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 24 labo's deel aan de ringtest (zie bijlage 1). 23 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.

Twenty-four laboratories participated in the proficiency test (listed in Addendum 1). Twenty-three 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 and red 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.

2.3.3 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 ($=U_{\text{xref}}$) Berekend. Dit laat de labo's toe de Zèta-score te berekenen. U_{xref} wordt berekend al volgt:

$$U_{\text{xref}} = 1,25/p \times [\sum u_i^2]^{1/2}$$

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	8,99	2917				2507	769	322
2	9,13	2843	324	296	28,2	2299	860	313
3	9,07	2785			30,5	2825	897	
4	9,16	2711	331	306	25,1	2291	809	299
5	9,10	2980	323	304	19,0	2900		
7	8,97	2351	281	251	29,5	2215	664	305
8	8,93	2353	307	291	15,8	2125	600	421
9	8,96	2593	642	274	<0,25	2605	746	364
10	9,12	2735	286	270	16,8	2483	727	323
11	9,17	2693	313		22,3	2537	780	312
12	9,20	3177	367	351	16,8	46		6
13	8,81	2705	296	287	9,2	2265	843	434
15	9,04	449		133				
19	8,80	2570	257	238	19,6	2186	713	
20	9,10	2689		288	24,1	2680	930	
21	9,15	3082	295	285	9,9	2653	860	655
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	9,04	2746	307	281	20,5	2469	785	344
st.dev. (zonder/without outliers)	0,12	234	29	21	6,9	245	95	51
Labonummer/lab number	pH-H2O	EC	N	N-NH4	N-NO3	Cl	Na	SO4
z-score 1	-0,5	0,7				0,2	-0,2	-0,4
z-score 2	0,7	0,4	0,6	0,7	1,1	-0,7	0,8	-0,6
z-score 3	0,2	0,2			1,4	1,4	1,2	
z-score 4	1,0	-0,1	0,8	1,2	0,7	-0,7	0,3	-0,9
z-score 5	0,5	1,0	0,5	1,1	-0,2	1,8		
z-score 7	-0,6	-1,7	-0,9	-1,4	1,3	-1,0	-1,3	-0,8
z-score 8	-0,9	-1,7	0,0	0,5	-0,7	-1,4	-1,9	1,5
z-score 9	-0,7	-0,7	11,4	-0,3	-3,0	0,6	-0,4	0,4
z-score 10	0,6	0,0	-0,7		-0,5	0,1	-0,6	-0,4
z-score 11	1,0	-0,2	0,2		0,3	0,3	0,0	-0,6
z-score 12	1,3	1,8	2,0	3,3	-0,5	-9,9		-6,6
z-score 13	-1,9	-0,2	-0,4	0,3	-1,6	-0,8	0,6	1,8
z-score 15	0,0	-9,8		-6,9				
z-score 19	-2,0	-0,8	-1,7	-2,0	-0,1	-1,2	-0,8	
z-score 20	0,5	-0,2		0,3	0,5	0,9	1,5	
z-score 21	0,8	1,4	-0,4	0,2	-1,5	0,7	0,8	6,1

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	857	5507	5333	740	13,0	50,1
3	604	4348	3151	545	6,9	35,0
4	862	4943	5316	645	10,8	43,3
5	1056	4735	4648	659		
8	811	5014	4335	714	6,9	40,8
9	1018	5192	6139	698	11,5	53,7
10	834	5217	4817	666	20,2	44,5
11	825	4711	4914	661	9,7	40,9
12	943	4567	5559	411	9,4	45,2
13	885	5809	6334	824	10,3	45,7
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	899	5004	5266	683	9,8	43,2
st.dev. (zonder/without outliers)	88	443	668	35	2,1	4,4
Labonummer/lab number	P	K	Ca	Mg	Fe	Mn
z-score 1	-0,5	1,1	0,1	1,6	1,5	1,6
z-score 3	-3,4	-1,5	-3,2	-4,0	-1,4	-1,8
z-score 4	-0,4	-0,1	0,1	-1,1	0,5	0,0
z-score 5	1,8	-0,6	-0,9	-0,7		
z-score 8	-1,0	0,0	-1,4	0,9	-1,4	-0,5
z-score 9	1,4	0,4	1,3	0,4	0,8	2,4
z-score 10	-0,7	0,5	-0,7	-0,5	4,9	0,3
z-score 11	-0,8	-0,7	-0,5	-0,6	0,0	-0,5
z-score 12	0,5	-1,0	0,4	-7,8	-0,2	0,4
z-score 13	-0,2	1,8	1,6	4,0	0,2	0,6

3.3 Staal/Sample A: CaCl₂/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	4121	145	36,5	40,9	1248	31,4	406	162	343
19	3554	155	35,2	33,5	1052	26,6	393	136	476
20	4060	167	39,3	37,3	1191	23,8	417	158	
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	3912	156	37,0	37,3	1164	27,3	405	152	409
st.dev. (zonder/without outliers)	311	11	2,1	3,7	101	3,9	12	14	94

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

labonummer (lab number)	7	8	9	10	15	19	21	gemiddelde (average)	st.dev.
DROGE BULKDENSITEIT (dry bulk density) kg/m ³	191	204		185	214	196		198	11
TOTAAL PORIENVOLUME (total pore volume) ml/100 ml (VOCHTIG 10 cm)	89,4	88,4		89,7	76,7	89,2		89	1
WATER OP VERS GEWICHT g H ₂ O/100g (10 cm)	80,5	80,0		81,1				81	1
(Water on a fresh weight base) (50 cm)	71,4	74,4		75,9				74	2
(100 cm)	68,6	70,4		70,6				70	1
WATER OP DROOG GEWICHT g H ₂ O/100g (10 cm)	412	399		429				414	15
(Water on a dry weight base) (50 cm)	249	291		315				285	33
(100 cm)	219	238		240				232	12
LUCHT VOLUME % (ml LUCHT/100ml VERS SUB.) (10 cm)	10,2	6,7		10,3		8,3		8,8	1,7
(air volume (fresh weight base)) (50 cm)	42,6	30,6		29,7		33,2		34	6
(100 cm)	48,6	41,4		43,3		36,0		42	5
WATERVOLUME % (ml H ₂ O/100ml VERS SUB.) (10 cm)	79,2	81,7		79,5		80,9		80	1
(water volume (fresh weight base)) (50 cm)	46,9	58,1		59,8		56,0		55	6
(100 cm)	41,0	47,3		46,0		53,2		47	5
GOW (gemakkelijk opneembaar water) (easily obtainable water)	32,3	23,9		19,7				25	6
WBV (waterbufferend vermogen) (water buffering capacity)	6,0	10,8		13,7				10,2	3,9
KRIMP (shrink) %	32,1	33,3		27,3		28,3		30	3
VOCHTGEHALTE (moisture content) % (g/100g vers gewicht/fresh weight)	63,7	64,0	64,0	64,4	64,0	63,9	63,8	64	0
ORGANISCHE STOF (organic matter) % (g/100g droog gewicht/dry weight)	65,6	66,0	68,4	65,9	67,7	65,6	58,5	67	1
% AS (ash content) (g/100g droog gewicht/dry weight)	34,4	34,0	31,7	34,1	32,3	34,4		33	1

3.5 Staal C: Zware metalen, N en P/ Sample C: Heavy metals, N and P

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)										%/a-d-soil	%/DS	%/DS
staal/sample	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C
1											1,20	1,43	
2	108	31,5	11,7	14,0	0,18	15,9	393	0,052	5,73	3022	1,94	1,49	31,9
3	104	30,3		13,2	0,31	12,2	381	0,082	4,32	3086	1,41	1,39	31,0
5	105	32,9	19,1	15,3		12,8			3,69	3524	1,44	1,38	33,9
7	105	32,1	10,7	12,5	0,19	16,0	347		4,47	3167	1,83	1,34	28,9
8	74	26,5	22,6	12,8	3,33	24,0	149	16,5	2,25				
9	112	30,9	12,7	13,2		15,1	408		5,97	3360	2,02	1,47	30,8
10	101	24,8	11,7	10,6	0,41	11,0	395		3,59	2686	1,78	1,44	28,6
12										3070	1,87		33,1
13											2,35		
15											2,45	1,23	37,7
16	111	26,2	27,0	12,7		15,0	356			2629	1,50	1,40	32,1
19	76	35,8	17,9	14,8	0,32	24,8		0,073	6,68		1,95	1,27	32,5
20	124	34,9	12,9	14,3	0,44	15,7	315	0,045	5,27	2600	2,65	1,46	30,4
21											0,80	1,39	29,5
24	106	35,5	10,6	13,2		13,8	422			3360	2,30		
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	106	31,0	15,7	13,6	0,31	14,2	377	0,063	4,66	3050	1,83	1,40	31,1
st.dev. (zonder/without outliers)	4	3,8	5,7	0,9	0,11	1,8	35	0,017	1,38	324	0,50	0,07	1,7
Labonummer/lab number	Zn	Cu	Pb	Ni	Cd	Cr	Mn	Hg	As	P	restvocht (residual moisture)	N	OS (OM)
z-score 1											-1,3	0,4	
z-score 2	0,3	0,1	-0,7	0,5	-1,2	1,0	0,4	-0,6	0,8	-0,1	0,2	1,4	0,4
z-score 3	-0,7	-0,2		-0,5		-1,1	0,1	1,1	-0,2	0,1	-0,8	-0,3	-0,1
z-score 5	-0,3	0,5	0,6	1,8		-0,8			-0,7	1,5	-0,8	-0,4	1,6
z-score 7	-0,4	0,3	-0,9	-1,2	-1,1	1,0	-0,9		-0,1	0,4	0,0	-1,0	-1,3
z-score 8	-8,6	-1,2	1,2	-0,8	27,9	5,4	-6,4	957,8	-1,7				
z-score 9	1,5	0,0	-0,5	-0,4		0,5	0,9			1,0	0,4	1,0	-0,2
z-score 10	-1,5	-1,6	-0,7	-3,2	0,9	-1,7	0,5		-0,8	-1,1	-0,1	0,6	-1,5
z-score 12										0,1	0,1		1,1
z-score 13											1,0		
z-score 15											1,2	-2,7	3,8
z-score 16	1,2	-1,3	2,0	-0,9		0,5	-0,6			-1,3	-0,7	0,0	0,5
z-score 19	-8,2	1,3	0,4	1,3	0,2	5,9		0,6	1,5		0,2	-2,1	0,8
z-score 20	4,6	1,0	-0,5	0,7	1,2	0,8	-1,8	-1,0	0,4	-1,4	1,6	0,9	-0,4
z-score 21											-2,1	-0,3	-1,0
z-score 24	-0,2	1,2	-0,9	-0,4		-0,2	1,3			1,0	0,9		

3.6 Staal D: Minerale N en ammoniumlactaatextractie / Sample D: Mineral N and ammonium lactate extraction

Labonummer/lab number	NO3-N	NH4-N	K	Mg	Ca	Mn	Na	P
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	91,2	6,41						
3	90,8	5,18	31,8	43,9	341		2,30	20,4
4	84,9	5,22	30,7	44,3	335	21,0		20,5
9	93,5	6,19	31,0	43,7	376	22,7	2,08	21,7
10	100,5	4,25	32,2	41,9	342	22,9	2,26	21,9
11	76,3	5,37						
12	98,3	5,56	28,4	43,6	407		2,35	22,1
13	94,0	3,80						19,9
14	93,5	6,70						
17	64,6	3,15						16,0
18			35,0	47,0	378		3,50	26,0
19								20,2
20	91,9	4,39	31,7	30,4	338			21,6
21			34,8	33,5	365			23,2
23	98,7	5,19	34,3	42,3	360		2,43	26,1
25								19,5
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	93,7	5,12	32,2	43,8	360	22,2	2,28	21,1
st.dev. (zonder/without outliers)	4,6	1,07	2,2	1,7	24	1,1	0,13	1,2
Labonummer/lab number	NO3-N	NH4-N	K	Mg	Ca	Mn	Na	P
z-score 2	-0,6	1,2						
z-score 3	-0,6	0,1	-0,2	0,1	-0,8		0,1	-0,6
z-score 4	-1,9	0,1	-0,7	0,3	-1,0	-1,1		-0,5
z-score 9	0,0	1,0	-0,6	-0,1	0,7	0,5	-1,6	0,5
z-score 10	1,5	-0,8	0,0	-1,2	-0,8	0,7	-0,2	0,7
z-score 11	-3,8	0,2						
z-score 12	1,0	0,4	-1,8	-0,1	1,9		0,5	0,8
z-score 13	0,0	-1,2						-1,0
z-score 14	-0,1	1,5						
z-score 17	-6,4	-1,8						-4,3
z-score 18			1,3	1,9	0,7		9,4	4,2
z-score 19								-0,8
z-score 20	-0,4	-0,7	-0,2	-8,0	-0,9			0,4
z-score 21			1,2	-6,2	0,2			1,8
z-score 23	1,1	0,1	1,0	-0,9	0,0		1,1	4,2
z-score 25								-1,4

3.7 Staal D: pH-KCl en P / Sample D: pH-KCl and P

Labonummer/lab number	pH-KCl	P-CaCl2	P-Olsen	Pox	FBV	FVG
eenheid/unit	-	mg/kg a-d soil		mmol P/kg a-d soil		%
staal/sample	D	D	D	D	D	D
1	7,03					
2	7,19		62,0	14,3		
3	7,15	2,00	83,2	14,7	41,2	35,7
4	6,91	2,81	87,7	13,1	37,4	34,9
9	7,09			15,4	41,6	37,0
10	6,99	2,45	70,8	13,2	30,6	42,9
11	7,40					
12	7,34	2,41		15,4	39,0	39,5
13	7,09	2,41				
14	7,13					
17	7,11					
19	7,21	1,99		14,0	34,9	40,1
20	7,14		70,9			
23	7,04		82,4			
25		2,1				
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	7,11	2,31	76,1	14,3	37,4	38,4
st.dev. (zonder/without outliers)	0,11	0,30	9,8	0,9	4,2	3,0
Labonummer/lab number	pH-KCl	P-CaCl2	P-Olsen	Pox	FBV	FVG
z-score 1	-0,7					
z-score 2	0,8		-1,4	0,1		
z-score 3	0,4	-1,0	0,7	0,4	0,9	-0,9
z-score 4	-1,8	1,7	1,2	-1,3	0,0	-1,1
z-score 9	-0,2			1,1	1,0	-0,4
z-score 10	-1,2	0,5	-0,5	-1,2	-1,6	1,5
z-score 11	2,7					
z-score 12	2,1	0,3		1,2	0,4	0,4
z-score 13	-0,1	0,3				
z-score 14	0,2					
z-score 17	0,0					
z-score 19	1,0	-1,1		-0,3	-0,6	0,6
z-score 20	0,2		-0,5			
z-score 23	-0,6		0,6			
z-score 25		-0,7				

3.8 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
1						0,070
2		0,80	0,025	0,80	TOC	0,079
3	0,70	0,91		0,70	dichr	0,072
3'				0,91	TOC	
4		0,86		0,86	TOC	0,087
9						0,071
10		0,93	0,000	0,93	TOC	0,076
11	0,91	0,84	0,001	0,91	dichr	
11'				0,84	TOC	
12		0,77	0,006	0,77	TOC	
13	0,79			0,79	dichr	
15						0,077
19		0,78	0,087	0,78	TOC	0,073
20						0,074
21		0,67		0,67	TOC	0,075
23		0,72		0,72	TOC	0,077
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	0,80	0,81	0,008	0,81		0,074
st.dev. (zonder/without outliers)	0,10	0,08	0,011	0,08		0,003
Labonummer/lab number	OC (dichr.)	OC (TOC)	IC (TOC)	%OC	methode OC	Ntotaal/Ntotal
z-score 1						-1,4
z-score 2		-0,1	1,5	0,0		1,6
z-score 3	-0,9	1,2		-1,3		-0,8
z-score 4		0,6		0,7		4,2
z-score 9						-1,3
z-score 10		1,4	-0,7	1,4		0,7
z-score 11	1,1	0,4	-0,6	1,2		
z-score 12		-0,4	-0,2	-0,4		
z-score 13	-0,1			-0,3		
z-score 15						0,8
z-score 19		-0,4	6,9	-0,4		-0,5
z-score 20						-0,1
z-score 21		-1,7		-1,6		0,2
z-score 23		-1,0		-1,0		0,9

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.

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

Staal A: Gft-compost

- *Waterextract:*
 - o pH, EC en de elementconcentraties zijn vrij hoog
 - o Kleine spreiding voor pH en EC, grotere spreiding voor N-NO₃, Na en SO₄
 - o Eén uitbijter voor EC, N, N-NO₃ en Cl, twee uitbijters voor N-NH₄ en SO₄
- *Ammoniumacetaat-extract:*
 - o Hoge waarden voor alle elementen
 - o Vrij beperkte spreiding voor de meeste parameters, grote spreiding voor Fe
 - o één uitbijter voor P, Ca Fe en Mn, drie uitbijters voor Mg
- *CaCl₂/DTPA-extract:*
 - o slechts 3 deelnemende labo's, bijgevolg geen z-score berekend
 - o met uitzondering van SO₄ zeer beperkte spreiding

Staal B: Potgrond

- Maar 3-7 resultaten per parameter, bijgevolg geen z-score berekend
- Kleine variatie voor de meeste parameters, grotere variatie bij het luchtvolume en waterbufferend vermogen.
- Eén afwijkende waarde voor totaal poriënvolume en één voor organisch stofgehalte

Staal C: Gedroogde schorscompost

- Normale waarden voor compost
- Grote spreiding voor Pb, Cd, As en restvocht, en vrij grote spreiding voor Hg en Cr
- Eén uitbijter voor Ni, Cd, Mn, Hg, N en OS, twee uitbijters voor Cr, drie uitbijters voor Zn.

Staal D: Minerale grond

- Bodem bevat veel minerale N onder vorm van NO₃-N
- Vrij lage waarde voor Na, hoge waarde voor pH-KCl, K, Mg (zeer hoog) en Ca
- Vrij lage spreiding voor alle metingen, behalve voor NH₄-N en P-Olsen
- Drie uitbijters voor P in het ammonium lactaat extract, twee uitbijters voor NO₃-N en Mg, en één uitbijter voor Na en pH-KCl

Staal E: Minerale grond

- Beperkte spreiding van OC en N. Door de problemen met de homogeniteit in de ringtest van mei 2017, werd hetzelfde staal opnieuw opgenomen voor deze ringtest (november 2017). De stalen werden bij een optimale splitsnelheid gesplit en er werd minder materiaal in de potjes gebracht zodat beter gemengd kon worden. Dit vertaalde zich in een geslaagde homogeniteitstest (zie 2.1) en een veel lagere spreiding ten opzichte van de ringtest van mei 2017: een halvering van de standaarddeviatie voor OC (0,19% voor dichr en 0,12% voor TOC in mei 2017) en een decimering van de standaarddeviatie voor N (0,041% in mei 2017, nu 0,003%)
- Geen verschil in OC-resultaten gemeten met de TOC- of de dichromaathmethode
- Door de lage pH (pH-KCl 4,9) nauwelijks IC detecteerbaar (relatief grote spreiding, maar zeer lage waarde)

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

Analysis	NO ₃ -N	NH ₄ -N	K	Mg	Ca	P	pH-KCl	OC (TOC)	Ntotaal/Ntotal
Unit	mg/kg voorgedr. Bodem		mg/100g voorgedr. Bodem				-	%	%N
extract	KCl	KCl	Amlact	Amlact	Amlact	Amlact	KCl		
sample	D	D	D	D	D	D	D	E	E
U_{xref}	1,03	0,08	0,52	0,26	3,52	0,09	0,03	0,01	0,003

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

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

- 8 labs had no outliers
- 11 labs had between 1 and 3 outliers
- 4 labs had between 4 and 6 outliers
- no labs had more than 6 outliers

Sample A: vegetable, fruit and garden compost

- *Water extract:*
 - o pH, EC and element concentrations are relatively high
 - o Small variation for pH and EC, larger variation for N-NO₃, Na and SO₄
 - o One outlier for EC, N, N-NO₃ and Cl, two outliers for N-NH₄ and SO₄
- *Ammonium acetate extract:*
 - o High values for all elements
 - o Relatively small variance for most parameters, large spread for Fe
 - o One outlier for P, Ca, Fe and Mn, three outliers for Mg
- *CaCl₂/DTPA extract:*
 - o only 3 participating labs reported results, no z score calculated.
 - o Very small variation, except for SO₄

Sample B: Potting soil

- Only 3-7 results for every parameter, no z-score calculated.
- Limited variation for most parameters, larger variation for air volume and water buffer capacity
- One outlier for total pore volume and for organic matter percentage

Sample C: Dried bark compost

- Normal values for compost
- Large variation for Pb, Cd, As and residual moisture, and relatively large variation for Hg and Cr
- One outlier for Ni, Cd, Mn, Hg, N and OS, two outliers for Cr, three outliers for Zn

Sample D: Mineral soil

- Large N, especially NO₃-N, content.
- Relatively low value for Na, high values for pH-KCl, K, Mg (very high) and Ca.
- Limited variance for all measurements except for NH₄-N and P-Olsen
- Three outliers for P in ammonium lactate, two outliers for NO₃-N and Mg, and one outlier for Na and pH-KCl

Sample E: Mineral soil

- Small variance of OC and N. The sample is the same as sample E of the proficiency test of May 2017, because of the heterogeneity of the sample in May. Samples were split now at an optimized splitting speed and less material was put into the containers in order to allow sufficient mixing. This resulted in good homogeneity (see 2.1) and a much smaller variance compared to May 2017: the standard deviation for OC was halved (0.19% for dichromate and 0.12% for TOC in May) and the standard deviation for N was more than 10 times smaller (0.003%) than in May (0.041%).
- No difference in OC results measured by the TOC or dichromate method
- Because of the low pH (pH-KCl 4.9) (almost) no IC was detectable (relatively large spread but very low value)

5 Bijlage 1: Namen van de deelnemende labo's in 2017 / Participants 2017

Producenten potgronden/compost

- Greenyard Horticulture Belgium N.V. (BE)

Overheidslaboratoria/onderzoeksinstituten

- ILVO – PLANT – Teelt en Omgeving (BE)
- UGent – Vakgroep Bodembeheer (BE)
- Laboratorio Agrario Gipuzkoako –Zizurkil (ES)
- INBO (BE)
- UGent – Vakgroep Toegepaste Biowetenschappen (BE)
- KU Leuven – Afdeling Bodem- en Waterbeheer (BE)

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

- Bodemkundige Dienst van België (BE)
- Eurofins Agro Testing Sweden AB (SE)
- Laboratorium L. Iliano BVBA (BE)
- PCSierteelt/PCGroenteteelt (BE)
- Inagro vzw (BE)
- Centro Analisi CAIM (IT)
- Monaghan Biosciences Analytical Services (IE)
- Proefstation voor de Groenteteelt Sint-Katelijne-Waver (BE)
- Laboratorium ECCA (BE)
- Eurofins Viljavuusalvelu (FI)
- AL-West B.V. Agrolab (NL)
- Scientia Terrae (BE)
- Innolab (BE)
- NRM Laboratories (UK)
- Eurofins Lab Zeeuws-Vlaanderen (NL)
- Eurofins Agro Nederland (NL)
- Eurofins Agraranalytik Deutschland (DE)
- Organic Waste Systems nv (BE)

6 Bijlage 2



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/17/VL/002	
vragen naar/e-mail		telefoonnummer	datum
Fien Amery	Fien.Amery@ilvo.vlaanderen.be	09 272 2708	10 november 2017

Betreft: Ringtest Vlarisub november 2017

Geachte heer/mevrouw,

In het kader van de Vlarisub-ringtest november 2017 bezorgen wij U een aantal stalen voor analyse op diverse elementen. **De stalen dienen zorgvuldig gemengd te worden.** Voor zover mogelijk wordt gevraagd alle vermelde analyses minstens in **tweevoud** uit te voeren (herhaalbaarheid). Indien het resultaat **onder de detectielimiet** ligt, rapporteer dan "<(jullie detectielimiet)" in de invulfiche. In de berekeningen voor het ringtestrapport wordt dan de helft van de specifieke detectielimiet meegenomen. **Mogen wij uw aandacht vragen voor een correcte omrekening en rapportering van de resultaten?**

1. Compost staal A voor chemische analyse (labdensiteit: 519,4 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 **26,0 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, NO₃ en som N)** 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), **10,4 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 0,01 M CaCl_2 /DTPA

Volgens de CEN-methode (CaCl_2 /DTPA, EN 13651 Soil improvers and growing media - Extraction of calcium chloride/DTPA (CAT) soluble nutrients) wordt een extract gemaakt in 0.01M CaCl_2 /DTPA.

Bereiding geconcentreerde extractieoplossing 0.1 M:

Los onder roeren met een magnetische roerder 14.7 g $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en 7.88 g DTPA op in 800 ml warm water (+/- 80°C) in een 1000 ml beker. Bij 80°C lost dit op binnen de 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_2 en 0.002 M DTPA bekomen wordt. De pH van de extractievloeistof moet tussen 2.60 en 2.65 liggen.

Weeg **26,0 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_4 , Na, N- NO_3 en N- NH_4 .

2. 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).

3. Compost (staal C - geel deksel) voor analyse van zware metalen, totaal P, 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 HNO_3 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!)**). 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, bepaling van ammoniumlactaat-extraheerbare elementen en fosfor (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, Mn, 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).

d. CaCl₂ 0,01 M extraheerbaar fosforgehalte, Olsen-P, oxalaat-extraheerbare fosfaatgehalte (Pox), P-bindend vermogen en fosfaatverzadigingsgraad

0,01 M CaCl₂ extraheerbaar fosforgehalte (NEN 5704): Fosforgehalte (mg P/kg luchtdroge bodem) geëxtraheerd met een 0,01 M CaCl₂ oplossing van 20°C in een verhouding van 1:10, geschud gedurende 2 uur. De bodemdeeltjes worden door centrifugeren verwijderd. **Protocol zie bijlage.**

Olsen-P: Bodem wordt in een 1:20-verhouding met 0,5 M NaHCO₃ geschud gedurende 30 minuten. Analyse met behulp van blauwkleuring (ammoniummolybdaat) en analyse met UV-VIS (890 nm). ISO 11263, in mg P/kg luchtdroge bodem.

Oxalaat-extraheerbare fosfaatgehalte (Pox), P-bindend vermogen en fosfaatverzadigingsgraad op luchtdroog materiaal: vertrekken vanuit staal D (methode: BAM/deel 1/08, zie https://sites.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. H₃PO₄) 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 **11/01/2018** (Fien.Amery@ilvo.vlaanderen.be) verwacht.

Met vriendelijke groeten,

Fien Amery

7 Addendum 2



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
		AG/17/VL/002	
ask for/e-mail		phone number	date
Fien Amery	Fien.Amery@ilvo.vlaanderen.be	09 272 2708	November 10 th 2017

Re.: Proficiency test Vlarisub November 2017

Dear madam/sir,

Hereby we deliver you the samples for the VLARISUB proficiency test. **Samples have to be sufficiently mixed.** We kindly ask you to perform the analysis at least in duplicate. If the result is **below the detection limit**, please report "<(your detection limit)" in the report file. For the calculations half of this detection limit will be used.

1. Compost (sample A) for chemical analysis (lab bulk density: 519.4 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 **26.0 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, NO₃ and sum N) 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), **10.4 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 (CaCl₂/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 CaCl₂·2H₂O 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 CaCl₂·2H₂O/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 CaCl₂ and 0.002 mol/l DTPA. The pH of the extracting solution should be adjusted if necessary to be between 2.6 and 2.65.

Weigh **26.0 g** (equivalent of 50 ml) and add 250 ml 1/10 diluted extraction solution, and shake for 1 h. Determine the following elements: K, Mg, Fe, Mn, P, SO₄, Na, N-NO₃, and N-NH₄.

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, 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**), 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, ammonium lactate extractable nutrients and phosphorus

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).

d. Phosphorus analyses: P-CaCl₂ and P-Olsen

0.01 M CaCl₂ extractable phosphorus (NEN 5704): phosphorus (mg P/kg air-dried soil) extracted with 0.01 M CaCl₂ in a soil:solution ratio of 1:10 during 2 hours, followed by centrifugation or filtration.

P-Olsen: Soil is shaken in a 1:20 ratio with 0.5 M NaHCO₃ during 30 minutes. Analysis with UV-VIS spectrometry (890 nm after colouring with ammonium molybdate). ISO 11263, expressed as mg P/kg air-dried soil.

Determination of Oxalate extractable P (Pox) is only relevant for Belgian and Dutch 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. 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 **11/01/2018**. We thank you for your kind co-operation.

Sincerely yours,

Fien Amery

Contact

Fien Amery, Wetenschappelijk onderzoeker
Instituut voor Landbouw-, Visserij- en Voedingsonderzoek 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-, Visserij- en Voedingsonderzoek 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.



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-, Visserij- en Voedingsonderzoek
Burg. Van Gansberghelaan 92
9820 Merelbeke - België

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