



Vlaanderen
is landbouw & visserij

ILVO Mededeling 243

Juni 2018

**Vlarisub-ringtest
Mei 2018**

**Vlarisub proficiency test
May 2018**

ILVO

Instituut voor Landbouw-,
Visserij- en Voedingsonderzoek

www.ilvo.vlaanderen.be

**Vlarisub-ringtest
Mei 2018**

**Vlarisub proficiency test
May 2018**

ILVO MEDEDELING 243

Juni 2018

ISSN 1784-3197

Wettelijk Depot: D/2018/10.970/243

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.....	6
2.3.1	Eerste controle / Initial data control	6
2.3.2	Tabellen/Tables.....	6
2.3.3	Onzekerheid op de consensuswaarde (ifv Zèta-score)	7
3	Resultaten en bespreking/ Results and discussion	8
3.1	Staal A: Waterextract / Sample A: Water extract.....	8
3.2	Staal A: Ammoniumacetaat-extract / Sample A: Ammonium acetate extract.....	9
3.3	Staal B: Fysische analyse / Sample B: Physical analysis	10
3.4	Staal C: Zware metalen en P/ Sample C: Heavy metals and P	11
3.5	Staal C: Macro-elementen en N/ Sample C: Macro elements and N	12
3.6	Staal D: Minerale N en ammoniumlactaatextractie / Sample D: Mineral N and ammonium lactate extraction 13	
3.7	Staal D: pH-KCl en P / Sample D: pH-KCl and P	14
3.8	Staal E: Organische koolstof en totale N / Sample E: Organic carbon and total N.....	15
4	Conclusies.....	16
5	Bijlage 1: Namen van de deelnemende labo's in 2018/ Participants 2018	19
6	Bijlage 2	20
7	Addendum 2.....	24

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 2018 worden opnieuw 2 VLARISUB-ringtesten (mei en november) georganiseerd met telkens 5 stalen. Bij staal A worden 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. For sample A, CaCl_2 /DTPA extractable elements are also measured in November.

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 schorscompost (**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 Watervliet (polders). 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 akkerbouwperceel in Watervliet (polders). 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 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 bark compost (**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 Watervliet (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 an arable soil in Watervliet (Belgium, loam). 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 5 porties van staal D willekeurig geselecteerd voor een homogeniteitstest. De parameters K, Mg, Ca, Mn, Na en P werden gemeten in het ammoniumlactaatextract, tweemaal per portie. Een ANOVA-test wees uit dat de resultaten tussen de porties niet significant verschilden ($\alpha=0,47$; 0,89; 0,34; 0,55; 0,59; 0,77, respectievelijk, Tabel 1). De standaarddeviatie over alle metingen was drie tot tien keer kleiner dan de standaarddeviatie van de resultaten verkregen per labo in de ringtest (Tabel 1).

After splitting, 5 portions of sample D were selected in a random way for testing homogeneity. For these 5 portions, K, Mg, Ca, Mn, Na and P in ammonium lactate were measured 2 times. An ANOVA test showed that the results from the different portions did not differ significantly ($\alpha=0,47$; 0,89; 0,34; 0,55; 0,59; 0,77, respectively, Table 1). The standard deviation over all measurements was three to ten times smaller than the standard deviation of the results obtained from the labs (Table 1).

Tabel 1. Resultaten van de homogeniteitstest voor K, Mg, Ca, Mn, Na en P in ammoniumlactaat van staal D. (Table 1. Results from the homogeneity test for K, Mg, Ca, Mn, Na and P in ammonium lactate for sample D)

K (mg/100 g air dry soil)	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5	Total	Proficiency test
Measurement 1	14,4	14,3	14,6	14,6	14,1		
Measurement 2	14,8	14,5	14,7	14,6	14,6		
average	14,6	14,4	14,7	14,6	14,4	14,5	12,9
standarddev.	0,2	0,2	0,1	0,03	0,3	0,2	1,7

Mg (mg/100 g air dry soil)	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5	Total	Proficiency test
Measurement 1	67,2	66,1	66,5	66,2	65,9		
Measurement 2	65,1	67,2	67,5	67,7	67,0		
average	66,1	66,6	67,0	66,9	66,4	66,6	62,4
standarddev.	1,5	0,8	0,7	1,0	0,8	0,8	6,6

Ca (mg/100 g air dry soil)	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5	Total	Proficiency test
Measurement 1	1684	1706	1713	1684	1682		
Measurement 2	1683	1688	1682	1680	1657		
average	1683	1697	1697	1682	1670	1686	1510
standarddev.	1	13	22	3	18	15	102

Mn (mg/100 g air dry soil)	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5	Total	Proficiency test
Measurement 1	12,0	12,0	12,1	12,3	12,0		
Measurement 2	12,0	12,2	12,3	12,1	12,1		
average	12,0	12,1	12,2	12,2	12,0	12,1	11,0
standarddev.	0,0	0,1	0,1	0,2	0,1	0,1	1,3

Na (mg/100 g air dry soil)	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5	Total	Proficiency test
Measurement 1	4,9	5,0	5,3	4,9	4,8		
Measurement 2	5,1	4,9	4,9	5,1	4,9		
average	5,04	4,93	5,10	4,98	4,88	4,98	4,88
standarddev.	0,12	0,05	0,26	0,10	0,06	0,13	0,36

P (mg/100 g air dry soil)	Sample 1	Sample 2	Sample 3	Sample 4	Sample 5	Total	Proficiency test
Measurement 1	30,7	31,1	30,4	32,3	30,5		
Measurement 2	30,4	31,0	31,2	30,5	31,0		
average	30,6	31,0	30,8	31,4	30,8	30,9	27,7
standarddev.	0,2	0,1	0,6	1,3	0,4	0,6	1,8

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 22 labo's deel aan de ringtest (zie bijlage 1). 22 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-two laboratories participated in the proficiency test (listed in Addendum 1). Twenty-two 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 ($=U_{xref}$) Berekend. Dit laat de labo's toe de Zèta-score te berekenen. U_{xref} wordt berekend al volgt:

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

Met:

u_i : labospecifieke meetonzekerheid

p : aantal deelnemende labo's

3 Resultaten en bespreking/ Results and discussion

3.1 Staal A: Waterextract / Sample A: Water extract

Labonummer/lab number	pH-H2O	EC	N	N-NH4	N-NO3	Cl	Na	SO4
eenheid/unit	-	µS/cm	mg/l substraat (mg/l substrate)					
staal/sample	A	A	A	A	A	A	A	A
1	6,91	887	314	1,17	313	330	73,6	55,0
2	7,41	1010	315		315	360	101,6	55,9
3	6,98	941			300	338	84,5	
4	6,95	886	290	2,02	288	331	74,5	49,7
5	7,29	872	265	2,70	262	475		
7	7,04	869	290	2,16	288	313	71,5	53,4
8	6,99	867	306	3,42	303	313	79,1	33,5
9	7,32	934	334	2,50	277	369	68,1	
10	7,16	784	222		217	241	91,0	41,2
11	6,94	919	315		303	318	70,4	51,7
12	7,24	891	309	8,50	300			
13	6,77	912				364	80,3	62,1
15	6,92	1		1,25				
19	7,15	890	288		284	302	66,7	
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	7,08	897	302	2,17	294	334	76,0	52,7
st.dev. (zonder/without outliers)	0,19	26	19	0,80	16	23	7,7	6,4
Labonummer/lab number	pH-H2O	EC	N	N-NH4	N-NO3	Cl	Na	SO4
z-score 1	-0,9	-0,4	0,6		1,2	-0,2	-0,3	0,4
z-score 2	1,8	4,4	0,6		1,3	1,1	3,3	0,5
z-score 3	-0,5	1,7			0,4	0,2	1,1	
z-score 4	-0,7	-0,4	-0,6	-0,2	-0,4	-0,1	-0,2	-0,5
z-score 5	1,1	-1,0	-1,9	0,7	-2,0	6,1		
z-score 7	-0,2	-1,1	-0,7	0,0	-0,4	-0,9	-0,6	0,1
z-score 8	-0,4	-1,2	0,2	1,6	0,6	-0,9	0,4	-3,0
z-score 9	1,3	1,4	1,6	0,4	-1,1	1,5	-1,0	
z-score 10	0,4	-4,4	-4,2		-4,9	-4,0	2,0	-1,8
z-score 11	-0,7	0,8	0,6		0,6	-0,7	-0,7	-0,2
z-score 12	0,9	-0,2	0,3	7,9	0,4			
z-score 13	-1,6	0,6				1,3	0,6	1,5
z-score 15	-0,8	-34,9		-1,2				
z-score 19	0,4	-0,3	-0,8		-0,6	-1,3	-1,2	

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	168	1863	3787	388	4,86	14,6
3	133	1514	2906	329	3,11	12,2
4	149	1604	3313	326	3,56	12,2
5	194	1718	3245	337		
8	88	1260	1956	280	2,32	5,5
10	98	1616	2707	307	3,70	8,1
11	133	1454	3036	311	3,13	10,3
12	159	1799	3408	341		13,1
13		1547	3149	261		
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	140	1597	3194	312	3,16	10,8
st.dev. (zonder/without outliers)	35	184	330	28	0,54	3,2
Labonummer/lab number	P	K	Ca	Mg	Fe	Mn
z-score 1	0,8	1,4	1,8	2,7	3,1	1,2
z-score 3	-0,2	-0,5	-0,9	0,6	-0,1	0,4
z-score 4	0,2	0,0	0,4	0,5	0,7	0,4
z-score 5	1,5	0,7	0,2	0,9		
z-score 8	-1,5	-1,8	-3,8	-1,1	-1,6	-1,7
z-score 10	-1,2	0,1	-1,5	-0,2	1,0	-0,9
z-score 11	-0,2	-0,8	-0,5	0,0	-0,1	-0,2
z-score 12	0,5	1,1	0,6	1,0		0,7
z-score 13		-0,3	-0,1	-1,8		

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

labonummer (lab number)	7	8	10	15	19	gemiddelde (average)	st.dev.
DROGE BULKDENSITEIT (dry bulk density) kg/m ³	255	277	268	312	275	277	21
TOTAAL PORIENVOLUME (total pore volume) ml/100 ml (VOCHTIG 10 cm)	86,8	85,1	86,2	67,3	85,7	82,2	8,3
WATER OP VERS GEWICHT g H ₂ O/100g (10 cm)	75,0	72,0	74,1			73,7	1,6
(Water on a fresh weight base) (50 cm)	64,6	63,3	65,2			64,3	1,0
(100 cm)	61,2	59,6	63,3			61,4	1,9
WATER OP DROOG GEWICHT g H ₂ O/100g (10 cm)	300	257	287			281	22
(Water on a dry weight base) (50 cm)	182	172	187			181	8
(100 cm)	158	148	173			160	13
LUCHT VOLUME % (ml LUCHT/100ml VERS SUB.) (10 cm)	10,3	13,9	9,4		6,9	10,1	2,9
(air volume (fresh weight base)) (50 cm)	45,1	38,9	37,8		37,3	39,8	3,6
(100 cm)	49,1	44,5	40,8		39,4	43,4	4,4
WATERVOLUME % (ml H ₂ O/100ml VERS SUB.) (10 cm)	76,5	71,2	76,8		78,8	75,8	3,2
(water volume (fresh weight base)) (50 cm)	42,8	46,6	48,8		48,4	46,6	2,7
(100 cm)	38,3	40,7	45,6		46,3	42,7	3,9
GOW (gemakkelijk opneembaar water) (easily obtainable water)	33,8	24,7	28,0			28,8	4,6
WBV (waterbufferend vermogen) (water buffering capacity)	4,4	5,9	3,2			4,5	1,3
KRIMP (shrink) %	24,6	25,7	31,2		21,5	25,7	4,0
VOCHTGEHALTE (moisture content) % (g/100g vers gewicht/fresh weight)	45,7	45,1	45,9	45,3	44,6	45,3	0,5
ORGANISCHE STOF (organic matter) % (g/100g droog gewicht/dry weight)	52,2	55,4	51,4	54,7	53,1	53,4	1,7
% AS (ash content) (g/100g droog gewicht/dry weight)	47,8	44,6	48,6	45,3	46,9	46,6	1,7

3.4 Staal C: Zware metalen en P/ Sample C: Heavy metals and P

Labonummer/lab number	Zn	Cu	Pb	Ni	Cd	Cr	Mn	Hg	As	P
eenheid/unit	mg/kg DS (mg/kg DM)									
staal/sample	C	C	C	C	C	C	C	C	C	C
1	19,1	3,98	18,0	1,58	0,14	2,71	65,4		0,94	283
2	23,1	6,94	22,0	2,11	0,20	4,22	58,3	0,035	1,04	327
3	26,8		35,6		0,21		76,7			356
5	20,7	6,18	25,6	3,55	0,15	4,47		0,047	0,59	894
7	21,6	5,80	27,5	1,18	0,15	1,66	59,3			
8	32,3	13,06	27,3	1,69	1,97	2,17	84,0		0,67	
9	21,3		19,9				63,3			296
10	22,6	5,43	27,5	1,49	0,20	2,07	67,7			349
12										327
16	22,0	4,85	18,7	1,51	0,25	2,48	61,3			265
18	20,0	5,00	21,0		0,12					
19	24,8	6,70	24,3	2,30	0,22	3,88		0,0	1,01	368
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	22,2	5,61	24,3	1,69	0,18	2,96	64,6	0,044	0,85	321
st.dev. (zonder/without outliers)	2,3	1,00	5,2	0,39	0,04	1,08	6,3	0,007	0,21	37
Labonummer/lab number	Zn	Cu	Pb	Ni	Cd	Cr	Mn	Hg	As	P
z-score 1	-1,3	-1,6	-1,2	-0,3	-0,9	-0,2	0,1		0,4	-1,0
z-score 2	0,4	1,3	-0,4	1,1	0,4	1,2	-1,0	-1,2	0,9	0,2
z-score 3	2,0		2,2		0,6		1,9			0,9
z-score 5	-0,7	0,6	0,2	4,8	-0,8	1,4		0,5	-1,3	15,6
z-score 7	-0,3	0,2	0,6	-1,3	-0,7	-1,2	-0,8			
z-score 8	4,4	7,5	0,6	0,0	41,0	-0,7	3,1		-0,9	
z-score 9	-0,4		-0,9				-0,2			-0,7
z-score 10	0,2	-0,2	0,6	-0,5	0,4	-0,8	0,5			0,8
z-score 12										0,1
z-score 16	-0,1	-0,8	-1,1	-0,5	1,6	-0,4	-0,5			-1,5
z-score 18	-1,0	-0,6	-0,6		-1,5					
z-score 19	1,1	1,1	0,0	1,6	0,8	0,9		0,6	0,8	1,3

3.5 Staal C: Macro-elementen en N/ Sample C: Macro elements and N

Labonummer/lab number	K	Ca	Mg	Na	Fe	Al	restvocht (residual moisture)	N	OS (OM)
eenheid/unit	g/kg						%	%/DS	%/DS
staal/sample	C	C	C	C	C	C	C	C	C
1	1,48	4,29	0,84	0,23	1,28	1,44	3,36	0,26	89,3
2	1,39	4,01	0,72	0,20	1,11	1,03	6,44	0,32	87,3
3	1,56	5,14	0,86	0,13			3,14	0,41	83,0
5	2,11	3,72	0,74				3,19	0,39	86,9
7	2,16	2,00	0,31		1,21		1,77	0,33	88,1
8	1,44	2,56	0,89	0,42	1,22	1,37	1,87		88,6
9	1,41	3,88	0,72	0,22	1,20	1,04	1,85	0,43	77,7
10	1,62	4,78	0,86	0,25	1,28	1,30	3,05	0,30	89,6
12	1,65	4,38	0,84	0,27	1,22	1,30			88,1
13							3,57		
15							3,04	0,50	88,0
16	1,47	4,01	0,83	0,29	1,15	1,38	1,87	0,35	87,4
18							1,57	0,38	
19	2,13		0,86	0,29			7,09	0,38	94,3
20							4,30	0,34	88,6
23							3,35	0,32	87,4
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	1,67	4,28	0,82	0,23	1,22	1,27	2,76	0,35	88,1
st.dev. (zonder/without outliers)	0,30	0,48	0,06	0,05	0,05	0,16	0,87	0,05	0,9
Labonummer/lab number	K	Ca	Mg	Na	Fe	Al	restvocht (residual moisture)	N	OS (OM)
z-score 1	-0,6	0,0	0,4	-0,1	1,2	1,1	0,7	-1,9	1,4
z-score 2	-0,9	-0,6	-1,5	-0,6	-2,6	-1,4	4,2	-0,6	-1,0
z-score 3	-0,4	1,8	0,8	-2,0			0,4	1,2	-6,0
z-score 5	1,4	-1,2	-1,2				0,5	0,8	-1,4
z-score 7	1,6	-4,7	-8,0		-0,2		-1,1	-0,4	0,0
z-score 8	-0,8	-3,6	1,1	3,4	0,0	0,6	-1,0		0,6
z-score 9	-0,9	-0,8	-1,5	-0,2	-0,4	-1,4	-1,1	1,6	-12,1
z-score 10	-0,2	1,0	0,6	0,3	1,3	0,2	0,3	-1,0	1,8
z-score 12	-0,1	0,2	0,4	0,6	-0,1	0,2			0,0
z-score 13							0,9		
z-score 15							0,3	3,1	-0,1
z-score 16	-0,7	-0,6	0,2	1,1	-1,6	0,7	-1,0	0,0	-0,8
z-score 18							-1,4	0,6	
z-score 19	1,5		0,7	1,0			5,0	0,6	7,2
z-score 20							1,8	-0,3	0,5
z-score 23							0,7	-0,6	-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
1			14,9	87,4	1650	12,0	4,85	27,7
2	5,39	6,09						
3	5,63	3,72	13,0	59,5	1446		4,55	27,0
4	6,18	4,92	12,4	58,1	1469	10,6	5,19	26,4
6			11,4	74,4	1557		4,35	26,2
9	5,15	5,06	13,2	38,1	1551	9,3	5,28	28,7
10	4,95	3,50	15,1	60,8	1697	11,9	4,91	29,5
11	5,39	4,42	13,4	53,4	1503		4,45	26,3
12	5,57	4,84	9,4	61,1	1468		3,23	26,6
13	5,35	3,32	2,5	69,3	1489		5,00	22,5
14	3,77	7,17						
17	5,50	4,38						
19	4,90	3,92						28,5
20	6,08	3,64						
21			12,0	31,2	1447			25,7
23	6,04	4,71	14,2	62,9	1329		5,32	31,8
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	5,51	4,38	12,9	62,4	1510	11,0	4,88	27,7
st.dev. (zonder/without outliers)	0,42	0,80	1,7	6,6	102	1,3	0,36	1,8
Labonummer/lab number	NO3-N	NH4-N	K	Mg	Ca	Mn	Na	P
z-score 1			1,2	3,8	1,4	0,8	-0,1	0,0
z-score 2	-0,3	2,1						
z-score 3	0,3	-0,8	0,1	-0,4	-0,6		-0,9	-0,4
z-score 4	1,6	0,7	-0,3	-0,7	-0,4	-0,3	0,9	-0,7
z-score 6			-0,9	1,8	0,5		-1,5	-0,8
z-score 9	-0,9	0,8	0,2	-3,7	0,4	-1,3	1,1	0,6
z-score 10	-1,3	-1,1	1,3	-0,3	1,8	0,8	0,1	1,0
z-score 11	-0,3	0,1	0,3	-1,4	-0,1		-1,2	-0,7
z-score 12	0,2	0,6	-2,1	-0,2	-0,4		-4,6	-0,6
z-score 13	-0,4	-1,3	-6,1	1,0	-0,2		0,3	-2,9
z-score 14	-4,1	3,5						
z-score 17	0,0	0,0						
z-score 19	-1,5	-0,6						0,5
z-score 20	1,4	-0,9						
z-score 21			-0,5	-4,7	-0,6			-1,1
z-score 23	1,2	0,4	0,7	0,1	-1,8		1,2	2,3

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	7,56		26,6			
2	7,53		28,2	11,4		
3	7,44		27,9	11,6	31,9	36,4
4	7,44	1,66	33,4	11,6	28,2	41,1
6	7,06		33,8	10,8	29,3	36,7
9	7,73			12,7	33,7	37,8
10	7,14	1,55	27,1	11,7	25,0	46,8
11	7,46			11,6	29,1	40,0
12	7,58	1,50		12,8	33,9	37,7
13	7,33	1,71				
14	7,50					
17	7,39					
18		7,55				
19	7,52	1,26		12,1	29,5	41,0
23	7,48		24,9			
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	7,48	1,53	28,8	11,9	30,1	38,7
st.dev. (zonder/without outliers)	0,07	0,18	3,4	0,5	3,0	2,0
Labonummer/lab number	pH-KCl	P-CaCl2	P-Olsen	Pox	FBV	FVG
z-score 1	1,2		-0,7			
z-score 2	0,7		-0,2	-1,0		
z-score 3	-0,5		-0,3	-0,6	0,6	-1,1
z-score 4	-0,4	0,7	1,3	-0,6	-0,6	1,2
z-score 6	-5,7		1,4	-2,2	-0,3	-1,0
z-score 9	3,5			1,4	1,2	-0,4
z-score 10	-4,6	0,1	-0,5	-0,5	-1,7	4,1
z-score 11	-0,3			-0,6	-0,3	0,7
z-score 12	1,4	-0,2		1,6	1,3	-0,5
z-score 13	-1,9	1,0				
z-score 14	0,3					
z-score 17	-1,2					
z-score 18		34,4				
z-score 19	0,6	-1,6		0,3	-0,2	1,2
z-score 23	0,1		-1,2			

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						0,085
2		0,97	0,45	0,97	TOC	0,102
3		0,96		0,96	TOC	0,091
4		0,91	0,49	0,91	TOC	0,098
5		1,45	0,49	1,45	TOC	0,100
9		0,79	0,49	0,79	TOC	0,139
10		1,04	0,57	1,04	TOC	0,114
11		0,92	0,50	0,92	TOC	
12		0,93	0,49	0,93	TOC	0,086
13	0,85			0,85	dichr	
15						0,073
19		1,03	0,54	1,03	TOC	0,101
23		0,84	0,53	0,84	TOC	0,137
gemiddelde (zonder outliers) average (without outliers)	0,85	0,93	0,50	0,92		0,095
st.dev. (zonder/without outliers)	-	0,08	0,04	0,08		0,012
Labonummer/lab number	OC (dichr.)	OC (TOC)	IC (TOC)	%OC	methode OC	Ntotaal/Ntotal
z-score 1						-0,8
z-score 2		0,5	-1,6	0,6		0,7
z-score 3		0,4		0,5		-0,3
z-score 4		-0,3	-0,3	-0,2		0,3
z-score 5		6,4	-0,6	6,5		0,5
z-score 9		-1,8	-0,5	-1,7		3,7
z-score 10		1,3	1,7	1,4		1,6
z-score 11		-0,1	-0,2	0,0		
z-score 12		0,0	-0,4	0,1		-0,7
z-score 13	-			-0,9		
z-score 15						-1,8
z-score 19		1,2	1,1	1,3		0,6
z-score 23		-1,1	0,7	-1,0		3,5

4 Conclusies

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

Het aantal uitschieters is iets groter dan in vorige recente ringtesten.

- 5 labo's hebben geen enkele uitschieter
- 11 labo's hebben tussen 1 en 3 uitschieters
- 5 labo's hebben tussen 4 en 6 uitschieters
- 1 labo heeft 8 uitschieters

Staal A: Potgrond

- *Waterextract.*
 - o pH, EC en de elementconcentraties zijn vrij hoog
 - o Kleine spreiding voor de meeste resultaten, behalve voor N-NH₄ en SO₄.
 - o Eén uitbijter voor N, N-NH₄, N-NO₃, Na en SO₄, twee uitbijters voor Cl en drie uitbijters voor EC
- *Ammoniumacetaat-extract.*
 - o Vrij hoge waarden voor alle elementen
 - o Desondanks voor alle elementen een grote spreiding (uitzondering: Mg), met de hoogste spreiding voor P
 - o één uitbijter voor Ca, Mg en Fe

Staal B: Potgrond

- Maar 3-5 resultaten per parameter, bijgevolg geen z-score berekend
- Kleine variatie voor de meeste parameters, grotere variatie bij de het luchtvolume (10 cm), het gemakkelijk opneembaar water en het water bufferend vermogen.

Staal C: Gedroogde schorscompost

- Compost met hoog organisch stofgehalte en lage gehalten aan zware metalen en macro-elementen
- Mogelijk door deze lage gehalten een relatief grote spreiding van de resultaten (wel klein voor Mg, Fe, Al en OS)
- Eén uitbijter voor Zn, Cu, Ni, Cd, Mn, P, Mg, Na, Fe en N, twee uitbijters voor Ca en restvocht, drie uitbijters voor OS

Staal D: Minerale grond

- Bodem bevat relatief weinig minerale N onder vorm van NO₃-N
- Vrij lage waarde voor K, hoge waarde voor pH-KCl, Mg en Ca (polders). Vrij hoge P-beschikbaarheid.
- Vrij lage spreiding voor alle metingen, iets hoger voor NH₄-N, P-CaCl₂ en P-Olsen
- Drie uitbijters voor Mg en pH-KCl en één uitbijter voor NO₃-N, NH₄-N, K, Na en P in het ammonium lactaat extract, P-ox en FVG

Staal E: Minerale grond

- Lage spreiding voor OC en IC, iets hoger voor N
- Door de hoge pH (pH-KCl 7,5) relatief hoge IC-waarde
- Omdat maar één labo OC met de dichroomaatmethode mat, is er geen statistische vergelijking mogelijk tussen de dichroomaat- en TOC-methode.

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

Analysis	NO ₃ -N	NH ₄ -N	K	Mg	Ca	Na	P	pH-KCl
Unit	mg/kg voorgedr. Bodem		mg/100g voorgedr. Bodem					-
extract	KCl	KCl	Amlact	Amlact	Amlact	Amlact	Amlact	KCl
sample	D	D	D	D	D	D	D	D
U_{xref}	0,14	0,11	0,17	0,69	10,2	0,09	0,20	0,02

Analysis	Pox	FBV	FVG	OC (TOC)	IC (TOC)	Ntotaal/Ntotal
Unit	mmol P/kg DS		%	%	%	%N
extract						
sample	D	D	D	E	E	E
U_{xref}	0,21	0,40	0,48	0,008	0,005	0,002

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

The number of outliers was larger than the numbers in previous recent proficiency tests.

- 5 labs had no outliers
- 11 labs had between 1 and 3 outliers
- 5 labs had between 4 and 6 outliers
- 1 lab had 8 outliers

Sample A: Potting soil

- *Water extract*
 - o pH, EC and the element contents are rather high
 - o Small variation for most results, except for N-NH₄ and SO₄
 - o One outlier for N, N-NH₄, N-NO₃, Na and SO₄, two outliers for Cl, three outliers for EC
- *Ammonium acetate extract*
 - o Relatively high contents for all elements
 - o Nevertheless, relatively high variance for all parameters (except for Mg), largest variance for P
 - o One outlier for Ca, Mg and Fe

Sample B: Potting soil

- Only 3-5 results for every parameter, no z-score calculated.
- Limited variation for most parameters, larger variation for air volume (10 cm), easily obtainable water and water buffer capacity

Sample C: Dried bark compost

- Compost with high organic matter content and low contents of heavy metals and macro elements
- Possibly because of the low values, relatively large variation for all parameters (except for Mg, Fe, Al and OM)
- One outlier for Zn, Cu, Ni, Cd, Mn, P, Mg, Na, Fe and N, two outliers for Ca and residual moisture, three outliers for OM

Sample D: Mineral soil

- Mineral N in the soil: relatively small value for $\text{NO}_3\text{-N}$.
- Relatively low value for K, high values for pH-KCl, Mg and Ca. Relatively high P availability
- Limited variance for all measurements, somewhat larger for $\text{NH}_4\text{-N}$, P- CaCl_2 and P-Olsen
- Three outliers for Mg and pH-KCl and one outlier for $\text{NO}_3\text{-N}$, $\text{NH}_4\text{-N}$, K, Na and P in ammonium lactate, P-Ox and FVG

Sample E: Mineral soil

- Limited variance for OC and IC, somewhat larger for N
- Because of the high pH (pH-KCl 7.5), relatively high IC value
- Since only one lab reported OC values measured by the dichromate method, no statistical comparison between the dichromate and TOC measurement possible.

5 Bijlage 1: Namen van de deelnemende labo's in 2018/ Participants 2018

Producenten potgronden/compost

- Greenyard Horticulture Belgium N.V.

Overheidslaboratoria/onderzoeksinstituten

- ILVO – PLANT – Teelt en Omgeving
- UGent – Vakgroep Bodembeheer
- Laboratorio Agrario Gipuzkoako -Zizurkil
- INBO
- UGent – Vakgroep Toegepaste Biowetenschappen
- UGent - Fornalab

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

- Bodemkundige Dienst van België
- Eurofins Agro Testing Sweden AB
- 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
- NRM Laboratories (UK)
- Eurofins Agro Nederland
- Eurofins Agraranalytik Deutschland
- Organic Waste Systems nv

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
vragen naar/e-mail		AG/18/VL/001	
Fien Amery	Fien.Amery@ilvo.vlaanderen.be	telefoonnummer	datum
		09 272 2708	3 mei 2018

Betreft: Ringtest Vlarisub mei 2018

Geachte heer/mevrouw,

In het kader van de Vlarisub-ringtest mei 2018 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. Potgrond staal A voor chemische analyse (labdensiteit: 529,3 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 **26,5 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), **10,6 g** in 100 ml meten tot op 0,05 na 1-3 uur bij 25°C (Ministerieel Besluit van 19 februari 2013 CMA/2/IV/13)

Rapporteer de resultaten in mg/l substraat (hou rekening met de 1:5 verdunning).

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, 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, bepaling van ammoniumlactaat-extraheerbare elementen en fosfor (staal D, rood deksel)

De bodem is afkomstig uit de polders.

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://esites.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. CaCl_2 0,01 M extraheerbaar fosforgehalte, Olsen-P, oxalaat-extraheerbare fosfaatgehalte (Pox), P-bindend vermogen en fosfaatverzadigingsgraad

0,01 M CaCl_2 extraheerbaar fosforgehalte (NEN 5704): Fosforgehalte (mg P/kg luchtdroge bodem) geëxtraheerd met een 0,01 M CaCl_2 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 NaHCO_3 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://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

De bodem is afkomstig uit de polders.

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 **13/06/2018** (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/18/VL/001	
ask for/e-mail		phone number	date
Fien Amery	Fien.Amery@ilvo.vlaanderen.b e	09 272 2708	May 3 rd 2018

Re.: Proficiency test Vlarisub May 2018

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. Potting soil (sample A) for chemical analysis (lab bulk density: 529.3 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 **26.5 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), **10.6 g** in 100 ml and measure up to 0.05 after 1-3 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, ammonium lactate extractable nutrients and phosphorus

The soil sample is rich in clay.

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: Egnér 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

The soil sample is rich in clay.

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 **13/06/2018**. 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.

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

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