

(Contract 071187)

Project Horizontal Anorganische resultaten

Finaal rapport

C. Vanhoof, Groep AN en K. Tirez

Studie uitgevoerd in opdracht van de OVAM

2007/MIM/R/182

VITO - Milieumetingen

December 2007

INHOUDSTABEL

1	SITUERING PROJECT HORIZONTAL	2
2	BESCHRIJVING ONTWERPNORMEN HORIZONTAL EN CMA METHODEN.....	4
2.1	ONTWERPNORMEN HORIZONTAL	4
2.1.1	Procedure pH.....	4
2.1.2	Procedure geleidbaarheid (EC)	5
2.1.3	Procedure droge stof (DM)	5
2.1.4	Procedure gloeiverlies (LOI)	5
2.1.5	Procedure totaal organische koolstof (TOC)	5
2.1.6	Procedure Kjeldahl-N	5
2.1.7	Procedure Totaal N.....	5
2.1.8	Procedure NH ₄ /NO ₃	6
2.1.9	Procedure aqua regia destructie.....	6
2.1.10	Procedure ICP-AES	6
2.1.11	Procedure ICP-MS	6
2.1.12	Procedure Hg	6
2.2	CMA METHODEN.....	7
2.2.1	Parameter pH.....	8
2.2.2	Parameter geleidbaarheid.....	8
2.2.3	Parameter droge stof (DM).....	8
2.2.4	Parameter gloeiverlies (LOI)	8
2.2.5	Parameter totaal organische koolstof (TOC).....	8
2.2.6	Parameter Kjeldahl-N.....	9
2.2.7	Parameter Totaal N.....	9
2.2.8	Procedure NH ₄ /NO ₃	9
2.2.9	Destructiemethode metalen	9
2.2.10	Analysemethoden metalen	9
2.3	VERSCHILLEN ONTWERPNORMEN HORIZONTAL EN CMA METHODEN	10
3	EVALUATIE VALIDATIE HORIZONTAL.....	11
3.1	ORGANISATIE VAN HET VALIDATIE.....	11
3.2	VERWERKTE RESULTATEN HORIZONTAL.....	12
4	VERGELIJKENDE RESULTATEN HORIZONTAL / CMA	17
4.1	OVERZICHT VERGELIJKENDE ANALYSEN	17
4.2	PARAMETER pH	18
4.3	PARAMETER TOC	19
4.4	PARAMETER KJELDAHL-N	21
4.5	PARAMETER TOTAAL N	22
4.6	PARAMETER NH ₄ /NO ₃	23
4.7	PARAMETER TOTAAL P	24
4.8	DESTRUCTIEMETHODEN.....	25
4.8.1	Destructie van compost	26
4.8.2	Destructie van bodem en slib	27
4.9	BESLUIT	31
5	BESLUIT.....	32
	BIJLAGE A OVERZICHT GERAPPORTEERDE RESULTATEN VOOR DE VALIDATIE VAN DE ONTWERPNORMEN HORIZONTAL.....	35
A.1	COMPOST 2 BOTTLE 1	36
A.2	COMPOST 2 BOTTLE 2	40
A.3	SLUDGE 1 BOTTLE 1	44

A.4	SLUDGE 1 BOTTLE 2.....	48
A.5	SLUDGE 2 BOTTLE 1.....	52
A.6	SLUDGE 2 BOTTLE 2.....	56
A.7	SOIL 1 BOTTLE 1	60
A.8	SOIL 1 BOTTLE 2	63
A.9	SOIL 2 BOTTLE 1	66
A.10	SOIL 2 BOTTLE 2	69
A.11	AQC SAMPLE DIGEST AQUA REGIA	72

BIJLAGE B GRAFISCHE WEERGAVE VAN DE VERWERKTE VALIDATIERESULTATEN..... 75

B.1	PARAMETER GELEIDBAARHEID	76
B.2	PARAMETER DROGE STOF.....	77
B.3	PARAMETER GLOEIVERLIES (LOI)	79
B.4	PARAMETER TOC.....	80
B.5	PARAMETER KJELDAHL-N.....	82
B.6	PARAMETER TOTAAL N.....	83
B.7	PARAMETER NH ₄	85
B.8	PARAMETER NO ₃	86
B.9	PARAMETER P (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE).....	88
B.10	PARAMETER AS (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE).....	89
B.11	PARAMETER CD (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE)	91
B.12	PARAMETER CO (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE)	92
B.13	PARAMETER CR (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE)	94
B.14	PARAMETER CU (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE)	95
B.15	PARAMETER FE (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE).....	97
B.16	PARAMETER MN (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE)	98
B.17	PARAMETER NI (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE)	100
B.18	PARAMETER PB (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE).....	101
B.19	PARAMETER SB (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE).....	103
B.20	PARAMETER V (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE)	104
B.21	PARAMETER ZN (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE).....	106
B.22	PARAMETER AG (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE)	107
B.23	PARAMETER HG (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE)	109
B.24	PARAMETER SE (NA AQUA REGIA DESTRUCTIE).....	110

LIJST VAN TABELLEN

Tabel 1: Overzicht parameters en ontwerpmethoden Horizontal	4
Tabel 2: CMA methoden en relevante ISO normen	7
Tabel 3: Verschillen ontwerpnormen Horizontal en CMA methoden.....	10
Tabel 4: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter pH	12
Tabel 5: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter geleidbaarheid	12
Tabel 6: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter droge stof.....	13
Tabel 7: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter gloeiverlies (LOI)	13
Tabel 8: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter organische koolstof (TOC).....	13
Tabel 9: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter Kjeldahl-N.....	13
Tabel 10: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter Totaal-N	14
Tabel 11: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter NH ₄ -N/NO ₃ -N.....	14
Tabel 12: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter P (na aqua regia).....	14
Tabel 13: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter Metalen (na aqua regia).....	15
Tabel 14: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter Hg (na aqua regia)	16
Tabel 15: Bijkomende analyses conform CMA/ISO norm	17
Tabel 16: Advies aanpassingen CMA	32

LIJST VAN FIGUREN

Figuur 1: Vergelijkende pH resultaten voor de matrices bodem en slib in functie van uitloogvloeistof.....	18
Figuur 2: Vergelijkende TOC resultaten bekomen met TOC analyser en CMA/2/II/A.10 (dichromaاتمmethode) voor bodem en slib	19
Figuur 3: Vergelijkende TOC – dichromaatanalysen van bodemmonsters	20
Figuur 4: Vergelijkende resultaten van Kjeldahl-N in functie van (Se) katalysator voor slib	21
Figuur 5: Vergelijkende analyses van totaal N voor compost.....	22
Figuur 6: Vergelijkende analyses voor NH ₄ en NO ₃ in functie van uitloogvloeistof.....	24
Figuur 7: Vergelijkende P analyses na aqua regia en HF:HNO ₃ :HCl destructie	25
Figuur 8: Vergelijkende metaal analyses voor compost na aqua regia en de destructie na verassing	27
Figuur 9: Vergelijkende metaal analyses voor bodem/slib na aqua regia en HF:HNO ₃ :HCl destructie.....	28
Figuur 10: Vergelijkende Cd, Co en Ni analyses voor bodem/slib na aqua regia en HF:HNO ₃ :HCl destructie.....	29
Figuur 11: Vergelijkende Cr en V analyses voor bodem/slib na aqua regia en HF:HNO ₃ :HCl destructie.....	30

SAMENVATTING

Het project Horizontal heeft als doelstelling om horizontale en geharmoniseerde analysemethoden te ontwikkelen voor slib, bodem, verontreinigde bodem en behandeld bioafval om de wetgeving zoals opgenomen in de verschillende EU Directives te ondersteunen. Diverse ontwerpnormmethoden werden hiervoor opgesteld binnen CEN/TF 151 'Horizontal'. Aanvullende informatie over het project Horizontal kan verkregen worden op volgende website www.ecn.nl/horizontal.

Binnen het project Horizontal werd een interlaboratorium ringtest georganiseerd voor de validatie van de ontwikkelde ontwerpnormmethoden. Voor de anorganische parameters werd door VITO deelgenomen aan de validatie van de analysemethoden van de volgende anorganische parameters: pH, geleidbaarheid (EC), droge stof (DM), gloeiverlies/asrest (LOI), totaal organische koolstof (TOC), nutriënten: Kjeldahl-N, totaal N, nitraat en ammonium, en spoorelementen (Ag, Cd, Cr, As, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Tl, V, Zn en P) na aqua regia destructie en bepaling met zowel ICP-AES als ICP-MS, en AFS (voor Hg).

Naast de analyses in het kader van de validatieronde (conform de nieuw ontwikkelde Horizontal ontwerpnormen) werden eveneens en waar relevant de analyses conform de bestaande CMA methoden uitgevoerd.

De analyseresultaten bekomen volgens de Horizontal ontwerpmethode en de CMA methode werden aan elkaar getoetst waarbij de verschillen/overeenkomsten/knelpunten werden geïnventariseerd. Deze evaluatie werd uitgevoerd op basis van de in juli 2007 beschikbare Horizontal validatieresultaten. Momenteel zijn echter nog herzieningen van deze validatiegegevens lopende. De geformuleerde besluiten zijn bijgevolg steeds gebaseerd op de huidige status van de Horizontal ontwerpmethoden. Bij definitieve goedkeuring van de verschillende Horizontal normmethoden dient geëvalueerd te worden of dezelfde besluiten kunnen behouden blijven of bijstellingen noodzakelijk zijn.

Op basis van de bekomen vergelijkende resultaten werd een advies verstrekt of de diverse CMA methoden dienen gewijzigd te worden en/of de Horizontal normmethoden resulteerden in vergelijkbare resultaten als de referentiemethode. In Tabel 16 op pagina 32 is een overzicht gegeven voor de verschillende parameters.

1 SITUERING PROJECT HORIZONTAL

Het project Horizontal heeft als doelstelling om geharmoniseerde analysemethoden te ontwikkelen voor slib, bodem, verontreinigde bodem en behandeld bioafval om de wetgeving zoals opgenomen in de verschillende EU Richtlijnen te ondersteunen.

De huidige Europese methoden zijn voor de verschillende parameters grotendeels per matrix opgesplitst en een uniformisering over de diverse matrices heen is noodzakelijk. De nieuwe ontwikkelde horizontale analysemethoden zijn gebaseerd op de reeds bestaande Europese genormaliseerde methoden (CEN normen) voor de karakterisatie van de diverse matrices. Op basis van de inventarisatie van de beschikbare CEN procedures werden voor de verschillende parameters ontwerpnormen opgesteld. Deze ontwerpnormen, opgesteld binnen CEN/TF 151 'Horizontal', doorlopen de gebruikelijke CEN procedures om uiteindelijk als EN gepubliceerd te worden. Aanvullende informatie over het project Horizontal kan verkregen worden op volgende website www.ecn.nl/horizontal.

In 2007 werd binnen het project Horizontal een interlaboratorium ringtest georganiseerd voor de validatie van de ontwikkelde ontwerpnormen. Voor de anorganische parameters omvatte de deelname voor elke parameter 6 onafhankelijke bepalingen op verschillende monsters (2 bodems, 1 compost en 2 slibs). Per parameter (en meettechniek) werden 30 resultaten gerapporteerd. VITO heeft deelgenomen aan de validatie van de analysemethoden voor de volgende anorganische parameters:

- pH
- Geleidbaarheid (electrical conductivity, EC)
- Droge stof (dry matter, DM)
- Gloeiverlies/asrest (loss on ignition, LOI)
- Totaal organische koolstof (total organic carbon, TOC)
- Nutriënten: Kjeldahl-N, totaal N, nitraat en ammonium
- Spoorelementen (Ag, Cd, Cr, As, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Tl, V, Zn en P) na aqua regia destructie en bepaling met zowel ICP-AES als ICP-MS, en AFS (voor Hg).

Naast de analyses in het kader van de validatieronde (conform de nieuw ontwikkelde EN ontwerpnormen) werden eveneens en waar relevant de analyses conform de bestaande CMA methoden uitgevoerd.

CMA procedures	Bodem 1	Bodem 2	Slib 1	Slib 2	Compost 2	Analyses (3 voud)
TOC (dichromaاتمthode)	*	*	*	*		12
pH-KCl	*	*	*	*		12
Kj-nitrogen (waterbodem)			*	*		6
total P (HF waterbodem)			*	*		6
total P (verassen compost)					*	6
total N (gemod. Kj-N compost)					*	6
ammonium/nitraat (waterextract)					*	6
HF + ICP-AES	*	*	*	*		12

CMA procedures	Bodem 1	Bodem 2	Slib 1	Slib 2	Compost 2	Analyses (3 voud)
Verassen + ICP-AES					*	6

Op basis van de vergelijkende gegevens en de internationale validatiegegevens werd de conformiteit van de ontwikkelde horizontale procedure met de huidige CMA methode nagegaan.

2 BESCHRIJVING ONTWERPNORMEN HORIZONTAL EN CMA METHODEN

2.1 Ontwerpnormen Horizontal

De ontwerpnormen die van toepassing zijn voor het validatieonderzoek staan ter beschikking op de website www.ecn.nl. In Tabel 1 is een overzicht gegeven van de anorganische parameters waarvoor VITO heeft deelgenomen aan de validatie, en de bijhorende verwijzing naar de website.

Tabel 1: Overzicht parameters en ontwerpmethoden Horizontal

Parameter/methode	URL
pH	http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/pH_standard_for_validation.pdf
Geleidbaarheid	http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/EC_standard_for_validation.pdf
Droge stof	http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/Dry_matter_and_water_content_Standard_for_validation.pdf
Gloeiverlies	http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/LOI_Standard_for_validation.pdf
TOC	http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/TOC_standard_for_validation.pdf
Kjeldahl-N	http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/Kjeldahl_N_Standard_for_validation.pdf
NH ₄ ⁺ /NO ₃ ⁻	http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/NH4_NO3_standard_for_validation.pdf
Totaal N (Dumas)	http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/Total-N_Dumas_standard_for_validation.pdf
Metalen (Aqua regia destructie)	http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/Aqua_regia_Digestion_Standard_for_validation.pdf
Metalen (ICP-AES)	http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/ICP-AES_standard_for_validation.pdf
Metalen (ICP-MS)	http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/ICP-MS_Standard_for_validation.pdf
Hg (AFS)	http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/Analysis_mercury_for_validation.pdf
Metalen: Ag, Cd, Co, Cr, Cu, Ni, Pb, Sb, Tl, V, Fe, Zn, Mn, Hg, As, Se	

Voor de ontsluiting van de metalen is naast de aqua regia destructiemethode ook een Horizontal ontwerpmethode uitgeschreven voor de destructie met salpeterzuur (microgolf-destructie bij 175°C°):

http://www.ecn.nl/docs/society/horizontal/Nitric_acid_digestion_standard_for_validation.pdf

Tijdens het validatieonderzoek heeft VITO niet deelgenomen aan de validatie van deze destructiemethode.

De volledige beschrijving van de procedures kan geraadpleegd worden op de website, een samenvatting ervan wordt hieronder weergegeven. De ontwerpnormen zijn voor de verschillende parameters opgesteld voor de analyse van slib, behandeld bioafval en bodem.

2.1.1 Procedure pH

De analyse wordt uitgevoerd op luchtdroge monsters, < 2mm.

Minimum 5 ml monster wordt in bewerking genomen waaraan 5 maal het volume aan extractievloeistof wordt toegevoegd. Als extractievloeistof wordt H₂O of 0.01M CaCl₂ gebruikt. Na toevoegen van de extractievloeistof wordt gedurende 60 ± 10 min geschud op een schudtafel. De pH wordt gemeten bij 20 ± 2°C in de bovenstaande vloeistof na een stabilisatietijd van 1 à 3 uur.

Extractie met 1 M KCl is opgenomen in het toepassingsgebied als mogelijk extractiemiddel. Echter is deze niet verder uitgewerkt in de ontwerpnorm Horizontal.

2.1.2 Procedure geleidbaarheid (EC)

De analyse wordt uitgevoerd op luchtdroge monsters, < 2mm.

Aan 20 g analysemonster wordt 100 ml H₂O toegevoegd en gedurende 30 min wordt dit mengsel geschud op de schudtafel (25°C ± 1°C). Na filtratie (of centrifugatie) wordt de geleidbaarheid gemeten.

2.1.3 Procedure droge stof (DM)

Het monster wordt gedroogd bij 105°C tot stabiel gewicht (of 20 uur).

2.1.4 Procedure gloeiverlies (LOI)

Het monster wordt verast bij 550°C, min. 1 uur, tot constant gewicht.

2.1.5 Procedure totaal organische koolstof (TOC)

In deze procedure is zowel de indirecte als de directe methode beschreven. Het monster wordt voor beide methoden verijnd tot kleiner dan 200 µm en mag gedroogd worden bij 105°C indien verwaarloosbare hoeveelheden vluchtige componenten aanwezig zijn.

Bij de indirecte methode wordt het TOC gehalte berekend uit het verschil van het gehalte aan totaal koolstof (TC) en totaal anorganische koolstof (TIC). De TC bepaling wordt uitgevoerd bij 900 à 1500°C. De temperatuur moet voldoende hoog zijn om alle koolstof om te zetten naar CO₂, bij monsters met een hoog carbonaat gehalte dient een hogere temperatuur gebruikt te worden of modifiers. Bij de TIC bepaling wordt een niet-oxiderend zuur toegevoegd en wordt de gevormde CO₂ gepurgeerd en gemeten.

Bij de directe methode wordt de anorganische koolstof voorafgaandelijk verwijderd door het monster (off-line) te behandelen met een niet-oxiderend zuur. De CO₂ die gevormd wordt tijdens de daaropvolgende verbranding bij 900 à 1500°C wordt gemeten.

2.1.6 Procedure Kjeldahl-N

De analyses worden uitgevoerd op een gedroogd en gehomogeniseerd monster (meestal met een welbepaalde korrelgrootte) of op het vochtige monster. Aan ongeveer 0.2 à 1 g droog monster wordt 10 ml H₂SO₄ en 2.5 g katalysator (mengsel van K₂SO₄, CuSO₄·5H₂O, TiO₂) toegevoegd. Het mengsel laten koken tot een heldere oplossing wordt bekomen (temperatuur < 400°C). Het gehalte aan ammonium wordt titrimetrisch of met een andere analysetechniek bepaald.

Opmerking: Andere katalysator mengsels welke Hg en Se bevatten, mogen omwille van hun toxiciteit niet gebruikt worden.

2.1.7 Procedure Totaal N

Deze methode beschrijft de bepaling van totaal N volgens de Dumas procedure. De monsters worden gedroogd bij 40°C of 105°C (beperkte duur) en verkleind tot kleiner dan 2 mm. Een verbranding bij 850°C in aanwezigheid van zuurstof wordt uitgevoerd. Het gehalte aan N wordt gemeten met een geschikte detector (thermische geleidbaarheid).

2.1.8 Procedure NH_4/NO_3

De analyse wordt uitgevoerd op vers materiaal. De extractie wordt uitgevoerd op 1M KCl waarbij de extractieverhouding monster:KCl afhankelijk is van het monstertype:

- Veldvochtige Bodem: 1:5 (m/V)
- Gedroogde bodem < 2 mm: 1:10 (m/V)
- Bioafval, slib: 1:20 tot 1:80 (m/V)

Het mengsel wordt geschud gedurende 1 uur op een schudtoestel. Na filtratie worden de parameters gemeten met een geschikte analysetechniek.

2.1.9 Procedure aqua regia destructie

De voorbehandeling van de monsters omvat voor vaste monsters een droging en een verfijning van de deeltjesgrootte tot minder dan 250 μm , voor gedroogde slibs een homogenisatie gebruikmakend van een mortier. In de procedure zijn 2 methoden opgenomen:

- Methode A: thermisch verwarmen onder reflux
- Methode B: microgolfoven in gesloten bom

Opmerking: Bij bodemanalysen wordt vaak gewerkt op de fractie < 2 mm; indien geen verdere verfijning van het monster wordt uitgevoerd, kan de korrelgrootte een invloed hebben op het destructierendement.

2.1.10 Procedure ICP-AES

De procedure beschrijft de bepaling van de elementen aluminium, antimoon, arseen, barium, beryllium, bismuth, boor, cadmium, calcium, cerium, chroom, kobalt, koper, ijzer, lanthaan, lood, lithium, magnesium, mangaan, kwik, molybdeen, neodymium, nikkel, fosfor, kalium, praseodymium, samarium, scandium, seleen, silicium, zilver, natrium, strontium, zwavel, tellurium, thallium, thorium, tin, titaan, wolfram, uranium, vanadium, zink en zirconium in aqua regia (of salpeterzuur) destrueren.

2.1.11 Procedure ICP-MS

De procedure beschrijft de bepaling van de elementen aluminium, antimoon, arseen, barium, beryllium, bismuth, boor, cadmium, cesium, calcium, cerium, chroom, kobalt, koper, dysprosium, erbium, europium, gadolinium, gallium, germanium, goud, hafnium, holmium, indium, iridium, ijzer, lanthaan, lood, lithium, lutetium, magnesium, mangaan, kwik, molybdeen, neodymium, nikkel, palladium, fosfor, platinum, kalium, praseodymium, rubidium, rhenium, rhodium, ruthenium, samarium, scandium, seleen, silicium, zilver, natrium, strontium, zwavel, terbium, tellurium, thorium, thallium, thulium, tin, titaan, wolfram, uranium, vanadium, yttrium, ytterbium, zink en zirconium in aqua regia (of salpeterzuur) destrueren.

Geschikte meetsystemen zijn zowel kwadrupool ICP-MS, hoge-resolutie ICP-MS en collision-/reactiecel ICP-MS.

2.1.12 Procedure Hg

De procedure beschrijft een methode voor de bepaling van kwik in aqua regia destrueren (of salpeterzuur) met zowel koude damp atomaire absorptie spectrometrie (CV-AAS) als met koude damp atomaire fluorescentie spectrometrie (CV-AFS). Tin(II)chloride wordt

aanbevolen als reductans in tegenstelling tot natriumboorhydride (kan matrixproblemen veroorzaken).

2.2 CMA methoden

De CMA methoden die van toepassing zijn voor de te valideren parameters worden in Tabel 2 beschreven. In de laatste kolom staat vermeld op welke EN/ISO norm de CMA methode is gebaseerd. Bijkomend zijn een aantal relevante ISO normen opgenomen.

Tabel 2: CMA methoden en relevante ISO normen

Parameter	CMA methode / ISO norm	Referentie CMA (EN/ISO norm)
pH	CMA/2/IV/13 (compost) Zuurtegraad en totaal zout CMA/2/II/A.20 ontwerp (bodem)	EN 13037:1999 (bodemverbeterende middelen) ISO 10390:2005 (bodem)
Geleidbaarheid	CMA/2/IV/6 (compost)+ CMA/2/IV/13 (compost) Zuurtegraad en totaal zout CMA/2/II/A.21 ontwerp (bodem)	EN 13038:1999 (bodemverbeterende middelen) ISO 11265:1994 (bodem)
Droge stof	CMA/2/II/A.1 (vaste en pasteuze stoffen) CMA/2/IV/1(compost)	EN 14346:2006 (afval) EN 12880:2000 (slib) EN 11465:1993/Corr1:1994 (bodem) EN 13040:1999 (bodemverbeterende middelen)
Gloeiverlies	CMA/2/II/A.2 (vaste en pasteuze stoffen) CMA/2/IV/3 (compost)	EN 15169:2007 (afval) EN 12879:2000 (slib) -
TOC	CMA/2/II/A.7 (vaste en pasteuze stoffen) CMA/2/II/A.10 (bodem) - Dichromaatmethode	EN 13137 (afval) ISO 14235 (bodem)
Kjeldahl-N	CMA/2/II/A.16 (waterbodem)	EN 13342:2000 (slib)
Totaal N	CMA/2/IV/4 (Compost)	EN 13654-1:2001 (bodemverbeterende middelen) ISO 11261:1995 (bodem)
NH ₄ /NO ₃	CMA/2/IV/6 (extractie) en CMA/2/IV/7 (compost) 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 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	EN 13652:2001 (bodemverbeterende middelen)
Destructiemethode	CMA/2/II/A.3 (bodem, slib, afval) CMA/2/IV/6 (compost) CMA/2/IV/6 (compost)-ontwerp 08/2007	EN 13656:2002 (afval) - EN 13650:2001 (bodemverbeterende middelen) – aqua regia
Metaalanalysen	CMA/2/I/B.1 (ICP-AES) CMA/2/I/B.3 (AFS) ICP-MS, referentie opgenomen in CMA/2/I/B.1	ISO 11885:1996 (update 2007) (Water) EN 1483:1997 (Water) EN 13506:2001 (Water) ISO 17294-2 (Water)

De volledige beschrijving van de CMA procedures kan geraadpleegd worden op de EMIS website onder het luik *Referentielaboratorium* op website <http://www.emis.vito.be/index.cfm?PageID=440>. Een samenvatting ervan wordt hieronder weergegeven.

2.2.1 Parameter pH

De CMA methode CMA/2/IV/13 omschrijft de bepaling van de pH waarde op verse compost. Een gewichtsequivalent van 20 g vers materiaal wordt gemengd met 100 ml H₂O. De suspensie wordt af en toe omgeroerd en de pH wordt na 6 uur gemeten in bovenstaande vloeistof.

ISO 10390:2005 beschrijft een methode voor de bepaling van de pH in een 1:5 (volume fractie) suspensie van bodem in water (pH in H₂O), in 1 M KCl (pH in KCl) of in 0.01 M CaCl₂ (pH in CaCl₂).

2.2.2 Parameter geleidbaarheid

De CMA methode CMA/2/IV/6 en CMA/2/IV/13 omschrijven de bepaling van de specifieke elektrische geleidbaarheid in het waterig extract van compost in een extractieverhouding 1/5 (gewichtsequivalent van 50 ml vers materiaal in 250 ml H₂O). Na 60 minuten schudden op een schudtafel wordt de suspensie gefiltreerd en de geleidbaarheid wordt gemeten (bij 25°C).

ISO 11265:1994 beschrijft de bepaling van de geleidbaarheid in het waterig extract van bodem in een extraktieverhouding 1/5 (20 g luchtgedroogde bodem in 100 ml H₂O). Na 30 minuten schudden op een schudtafel bij 20°C ± 1°C wordt de suspensie gefiltreerd en de geleidbaarheid wordt gemeten (bij 25°C).

2.2.3 Parameter droge stof (DM)

CMA/2/II/A.1 (vaste en pasteuze stoffen) en CMA/2/IV/1 (compost) beschrijven een droging bij 105°C tot constant gewicht.

2.2.4 Parameter gloeiverlies (LOI)

CMA/2/II/A.2 (vaste en pasteuze stoffen) en CMA/2/IV/3 (compost) beschrijven een verassing bij 550°C op gedroogd monster tot constant gewicht.

2.2.5 Parameter totaal organische koolstof (TOC)

CMA/2/II/A.7 (vaste en pasteuze stoffen) bepaalt het TOC gehalte m.b.v. een TOC analyser. De analyse wordt uitgevoerd op een gedroogd en gemalen monster. De procedure bevat zowel de indirecte als de directe methode. Beide methoden kunnen toegepast worden voor de bepaling van het TOC gehalte, maar de indirecte methode geniet de voorkeur en is de referentiemethode. In de CMA methode wordt enkel de indirecte methode beschreven. De directe methode is beschreven in EN13137.

CMA/2/II/A.10 beschrijft de spectrofotometrische bepaling van het organisch koolstofgehalte in bodem met behulp van een oxidatie met dichroomaat in zwavelzuur midden. De methode is toepasbaar op gedroogde en gemalen bodemstalen.

2.2.6 Parameter Kjeldahl-N

CMA/2/II/A.16 beschrijft de methode voor de bepaling van Kjeldahl stikstof in vaste en pasteuze stoffen. De analyses worden uitgevoerd op het verse monster. Aan het verse monster (gewichtsequivalent van 0.25 – 0.5 droog monster) wordt 10 ml H₂SO₄ en 5 g seleenkatalysatormengsel toegevoegd. Het mengsel laten koken tot een heldere oplossing wordt bekomen (temperatuur < 400°C). Het gehalte aan ammonium wordt titrimetrisch of met een andere analysetechniek bepaald.

Opmerking: seleen katalysator mengsel: Na₂SO₄ met seleen poeder.

Indien gelijkwaardigheid kan aangetoond worden, mag een koper katalysator gebruikt worden ipv een seleen katalysator. Hiervoor wordt 1000 g natriumsulfaat gemengd met 100 g kopersulfaat pentahydraat (CuSO₄·5H₂O).

Katalysatormengsels zijn commercieel verkrijgbaar in tabletvorm en kunnen gebruikt worden indien gelijkwaardigheid kan aangetoond worden met de beschreven katalysator

2.2.7 Parameter Totaal N

In CMA/2/IV/4 wordt voor de bepaling van totaal N in compost de gemodificeerde Kjeldahl methode (met zwavelzuur –salicylzuurmengsel) beschreven of via de berekening uit de som van Kjeldahl-N, NO₃-N en NO₂-N.

2.2.8 Procedure NH₄/NO₃

CMA/2/IV/6 en CMA/2/IV/7 beschrijven de bepaling van NH₄ en NO₃ in het waterig extract van compost in een extractieverhouding 1/5 (gewichtsequivalent van 50 ml vers materiaal in 250 ml H₂O). Na 60 minuten schudden op een schudtafel wordt de suspensie gefiltreerd en de gehalten worden gemeten ofwel na stoomdestillatie en titrimetrisch ofwel spectrofotometrisch.

ISO 14256 beschrijft een methode voor de bepaling van nitraat en ammonium in bodems in een extract van 1M KCl. De extractie wordt uitgevoerd op veldvochtige bodemonsters in een 1:5 verhouding (40 g bodem met 200 ml KCl). Het mengsel wordt geschud gedurende 1 uur op een schudtoestel. Na centrifugatie worden de parameters gemeten met een geschikte analysetechniek.

2.2.9 Destructiemethode metalen

CMA/2/II/A.3 beschrijft een destructiemethode (microgolf) voor bodem, slib en afval met HF:HNO₃:HCl voor de bepaling van de totaalgehalten aan metalen.

CMA/2/IV/6 beschrijft de methode voor de analyse van compost en omvat voor de metaalbepalingen (exclusief Hg) een verassing van het monster bij 450°C gedurende 6 uur gevolgd door een behandeling met HNO₃. Voor de bepaling van Hg is een reflux ontsluiting voorgeschreven met HNO₃, H₂SO₄ en H₂O₂. In een nieuwe ontwerp methode (versie augustus 2007) is de aqua regia destructie methode (reflux opstelling) toegevoegd voor de simultane bepaling van alle elementen.

2.2.10 Analysemethoden metalen

CMA/2/I/B.1 beschrijft de ICP-AES methode voor de bepaling van de verschillende metalen (excl. Hg) in water en destructievloeistoffen.

ISO17294 beschrijft de ICP-MS procedure voor de bepaling van de verschillende metalen (excl. Hg) in water en destructievloeistoffen.

CMA/2/I/B.3 beschrijft de bepaling van Hg in waterige oplossingen m.b.v. koude damp atomaire fluorescentie spectrometrie (CV-AFS). Als gelijkwaardige analysetechniek is de koude damp – atomaire absorptie spectrometrie (CV-AAS) opgenomen conform EN 1483: 1997.

2.3 Verschillen ontwerpnormen Horizontal en CMA methoden

De belangrijkste verschillen tussen de ontwerpnormen Horizontal en de CMA methoden worden weergegeven in Tabel 3.

Tabel 3: Verschillen ontwerpnormen Horizontal en CMA methoden

Parameter	Matrix	Horizontal	CMA methode/ISO norm
pH	Compost	Extractie in H ₂ O, 1 uur	Extractie in H ₂ O, 6 uur
	Bodem/slib	Extractie in H ₂ O of 0.01M CaCl ₂	Extractie in 1M KCl
Geleidbaarheid	Compost	30 min extractie	60 min extractie
	Bodem	30 min extractie bij 25°C	30 min extractie bij 20°C
Droge stof	-	-	-
Gloeiverlies	-	-	-
TOC	Bodem/waterbodem	-	Additioneel: Dichromaathmethode
Kjeldahl-N	Waterbodem	Katalysator zonder Se	Katalysator met Se
Totaal N	Compost	Verbranding	Gemodif. Kjeldahl-methode of Som Kj-N+NO ₃ +NO ₂
NH ₄ /NO ₃	Compost	Extractie 1M KCl	Waterige extractie
Totaal P	Waterbodem	Aqua regia	HF:HNO ₃ :HCl destructie
	Compost	Aqua regia	Verassen bij 450°C + HNO ₃ ⁽¹⁾
Destructiemethode	Bodem/slib	Aqua regia	HF:HNO ₃ :HCl destructie
	Compost	Aqua regia	Verassen bij 450°C + HNO ₃ ⁽¹⁾

⁽¹⁾ In de CMA/2/IV/6 ontwerp methode van 08/2007 is de aqua regia destructie methode (refluxmethode) opgenomen naast de reeds bestaande verassingsmethode.

3 EVALUATIE VALIDATIE HORIZONTAL

3.1 Organisatie van het validatie

De volgende monstertypes werden weerhouden voor de validatieronde van de parameters pH, geleidbaarheid, droge stof, gloeiverlies, TOC, Kjeldahl-N, NH_4/NO_3 en Totaal N:

- Compost 1: een verontreinigd compost materiaal uit Oostenrijk
- Compost 2: een verontreinigd compost materiaal uit Duitsland
- Slib 1: een gemengd afvalwater slib uit Essen (Duitsland)
- Slib 2: een gemengd afvalwater slib uit Essen (Duitsland) (verschillend van slib 1)
- Bodem 4: met slib behandelende bodem van Hohenheim (Duitsland)
- Bodem 5: een landbouwgrond van Reading (UK)

Opmerking: Compost 1 werd door de Horizontal organisatie niet aan VITO verdeeld voor deze parameters.

De volgende monstertypes werden weerhouden voor de validatieronde van de metaalbepalingen (aqua regia destructie + ICP-AES analyse/HR-ICP-MS analyse/AFS analyse):

- Compost 2: een verontreinigd compost materiaal uit Duitsland
- Slib 1: een gemengd afvalwater slib uit Essen (Duitsland)
- Slib 2: een gemengd afvalwater slib uit Essen (Duitsland) (verschillend van slib 1)
- Bodem 2: met slib behandelende bodem van Düsseldorf (Duitsland)
- Bodem 1: met slib behandelende bodem van Pavia

Bij de evaluatie van de destructiemethode (aqua regia) werd eveneens een AQC monster geleverd i.e. gedestruëerde oplossing die in de analysereeks in duplo diende gemeten te worden.

Voor elke parameter dienden per monstertype 2 verschillende potten geanalyseerd te worden, waarbij per pot telkens 3 onafhankelijke testporties dienden genomen te worden. Bijgevolg werden per parameter (per methode) steeds 6 resultaten gerapporteerd.

De monsters werden geleverd op 20 december 2007 en alle resultaten dienden gerapporteerd te worden vóór 31 januari 2008. Door Vito werden voor de anorganische parameters ongeveer 1250 individuele data gerapporteerd aan Horizontal.

Een overzicht van de gerapporteerde resultaten is weergegeven in bijlage A, mits volgende opmerkingen:

- Slechts 1 meting (geen 3-voud) van de geleidbaarheid kon worden uitgevoerd op de 2 verschillende potten van slib 2 omwille van een tekort aan monster.
- Bij de rapportering werd geen rekening gehouden met het aantal significante cijfers (geen afronding) om een verdere verwerking van de data te kunnen uitvoeren.
- Het AQC destruaat werd bij de ICP-AES analyses slechts in 1 analysereeks gemeten omwille van een tekort aan monster.

Een eerste verwerking van de resultaten werd ter beschikking gesteld op de website www.ecn.nl op 13 juli 2007. Aan de validatiestudie werd door 79 verschillende Europese laboratoria deelgenomen. In totaal werden meer dan 34000 individuele data verwerkt in ongeveer 500 validatie reeksen.

3.2 Verwerkte resultaten Horizontal

De statistische evaluatie werd uitgevoerd volgens ISO 5725-2. De gemiddelde waarde, de herhaalbaarheids standaard deviatie (sr) en de reproduceerbaarheids standaard deviatie (sR) werden berekend. In Tabel 4 t.e.m. Tabel 14 worden voor de verschillende parameters de resultaten van de interlaboratorium ringtest voor de validatie van de Horizontal ontwerpmethoden weergegeven. In dit rapport zijn de resultaten verwerkt van juli 2007 (met uitzondering van geleidbaarheid – oktober 2007). Momenteel zijn echter nog herzieningen lopende. De laatste versie is steeds traceerbaar op de website.

Bij de tabellen is volgende legende van toepassing

p	Aantal laboratoria (uitschieters verwijderd)
Mean	Gemiddelde waarde van de interlaboratorium resultaten (uitschieters verwijderd)
Outliers	Aantal uitschieters
sr	Interlaboratorium variabiliteit (%)
sR	Intralaboratorium variabiliteit (%)
Used number of data	Aantal individuele data bij de statistische verwerking

Een grafische weergave van de verwerkte validatieresultaten is weergegeven in bijlage B.

Tabel 4: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter pH

Matrix	Parameter	p	Outliers	Mean	sr	sR	Used number of data
Sludge 1	pH CaCl2	7	3	6,54	0,24%	0,96%	34
Sludge 2	pH CaCl2	11	0	7,09	0,39%	3,17%	57
Compost 1	pH CaCl2	13	0	7,68	0,26%	1,90%	64
Compost 2	pH CaCl2	9	3	7,68	0,24%	2,36%	46
Soil 4	pH CaCl2	12	0	6,48	0,60%	2,27%	58
Soil 5	pH CaCl2	8	1	6,59	0,47%	1,20%	43
Sludge 1	pH aq	12	2	6,71	0,53%	1,11%	58
Sludge 2	pH aq	13	2	7,51	0,33%	1,43%	61
Compost 1	pH aq	14	2	8,13	0,50%	0,94%	70
Compost 2	pH aq	13	3	8,37	0,49%	1,73%	67
Soil 4	pH aq	14	1	7,05	0,59%	2,58%	66
Soil 5	pH aq	10	3	7,10	0,32%	2,10%	47

Tabel 5: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter geleidbaarheid

Matrix	p	Outliers	Mean mS/m at 20°C	sr	sR	Used number of data
Sludge 1	14	2	377	1,43%	28,5%	66
Sludge 2	13	1	434	1,81%	34,2%	58
Compost 1	14	1	278	1,75%	25,7%	64
Compost 2	16	0	235	2,71%	36,2%	78
Soil 4	14	2	10,29	4,30%	17,8%	62
Soil 5	13	2	10,26	6,00%	16,2%	58

Opmerking: resultaten van de herverwerkte data - oktober 2007

Tabel 6: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter droge stof

Matrix	p	Outliers	Mean %	sr	sR	Used number of data
Sludge 1	22	3	96,6	0,34%	0,63%	105
Sludge 2	27	2	95,5	0,24%	0,51%	130
Compost 1	24	4	93,7	0,15%	0,51%	125
Compost 2	24	5	91,7	0,42%	0,59%	123
Soil 4	24	4	95,3	0,14%	0,41%	112
Soil 5	22	6	98,4	0,08%	0,14%	106

Tabel 7: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter gloeiverlies (LOI)

Matrix	p	Outliers	Mean % dm	sr	sR	Used number of data
Sludge 1	12	3	53,4	1,25%	4,20%	93
Sludge 2	9	5	45,4	1,12%	1,59%	67
Compost 1	11	3	44,8	1,44%	1,87%	84
Compost 2	11	3	28,0	3,30%	6,48%	86
Soil 4	12	4	4,84	2,18%	5,45%	86
Soil 5	11	4	4,99	3,03%	4,44%	81

Tabel 8: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter organische koolstof (TOC)

Matrix	p	Outliers	Mean g/kg	sr	sR	Used number of data
Sludge 1	13	2	272	1,69%	5,89%	62
Sludge 2	12	2	221	2,09%	4,98%	58
Compost 1	13	2	246	2,46%	4,33%	58
Compost 2	13	2	154	5,87%	9,58%	64
Soil 4	12	3	16,4	2,64%	5,23%	62
Soil 5	10	3	21,0	5,16%	8,16%	54

Tabel 9: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter Kjeldahl-N

Matrix	p	Outliers	Mean g/kg	sr	sR	Used number of data
Sludge 1	8	1	38,0	1,41%	4,36%	42
Sludge 2	9	1	35,3	1,24%	6,18%	48
Compost 1	9	2	16,2	2,15%	15,5%	42
Compost 2	10	1	12,7	4,50%	16,4%	54
Soil 4	11	0	1,62	7,19%	24,3%	44
Soil 5	9	1	1,83	4,42%	16,6%	46

Tabel 10: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter Totaal-N

Matrix	p	Outliers	Mean g/kg	sr	sR	Used number of data
Sludge 1	9	2	39,2	0,84%	1,80%	51
Sludge 2	11	1	35,9	1,54%	5,03%	57
Compost 1	11	1	18,1	2,02%	5,61%	57
Compost 2	12	2	13,8	3,86%	9,59%	64
Soil 4	11	1	1,79	5,89%	22,5%	58
Soil 5	9	2	1,92	6,52%	15,3%	52

Tabel 11: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter $\text{NH}_4\text{-N}/\text{NO}_3\text{-N}$

	Matrix	p	Outliers	Mean g/kg	sr	sR	Used number of data
NH ₄ ⁺	Sludge 1	9	2	2,26	5,30%	91,6%	44
	Sludge 2	9	2	4,36	3,21%	77,4%	50
	Compost 1	10	2	0,123	5,70%	49,9%	50
	Compost 2	11	1	0,343	4,35%	41,6%	58
	Soil 4	10	2	0,035	40,1%	56,4%	50
	Soil 5	9	2	0,014	52,3%	110%	53
NO ₃ ⁻	Sludge 1	5	2	0,019	11,8%	55,8%	26
	Sludge 2	7	1	0,009	14,0%	109%	35
	Compost 2	7	0	0,125	6,06%	55,6%	38
	Soil 4	7	3	0,032	35,2%	45,1%	35
	Soil 5	6	3	0,025	14,0%	37,7%	34

Tabel 12: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter P (na aqua regia)

Matrix	Parameter	p	Outliers	Mean mg/kg	sr	sR	Used number of data
Sludge 1	ICP P	8	1	28265	2,67%	14,3%	46
Sludge 2	ICP P	7	2	24359	1,66%	8,67%	42
Compost 2	ICP P	8	1	3129	4,17%	8,07%	48
Soil 1	ICP P	7	1	694	3,81%	7,17%	42
Soil 2	ICP P	8	0	739	5,38%	8,89%	47

De Horizontale ontwerp methode ‘Aqua regia’ beschrijft 3 destructieprocedures i.e. reflux methode en 2 microgolfoven ontsluitingsprocedures (115°C, energie gecontroleerd en 175°C, temperatuur gecontroleerd). De bekomen validatieresultaten zijn grotendeels verkregen met de reflux ontsluitingsmethode. In Tabel 13 zijn de resultaten weergegeven waarbij de resultaten van de verschillende ontsluitingsmethoden gebundeld werden. De verdere evaluatie zal ook steeds uitgevoerd worden met deze data.

Tabel 13: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter Metalen (na aqua regia)

Matrix	Parameter	p	Outliers	Mean mg/kg	sr	sR	Used number of data
Sludge 1	AR As	14	3	6,16	8,6%	30%	113
Sludge 2	AR As	12	5	7,67	7,8%	14%	105
Compost 2	AR As	15	2	4,22	12%	25%	125
Soil 1	AR As	16	2	21,3	5,8%	15%	131
Soil 2	AR As	15	2	7,81	8,0%	21%	124
Sludge 1	AR Cd	17	5	2,12	7,7%	13%	122
Sludge 2	AR Cd	19	4	2,63	8,2%	13%	135
Compost 2	AR Cd	18	3	0,64	12%	18%	127
Soil 1	AR Cd	13	4	0,28	22%	37%	85
Soil 2	AR Cd	15	4	0,42	8,2%	17%	91
Sludge 1	AR Cr	21	2	69,5	9,0%	13%	162
Sludge 2	AR Cr	24	2	53,9	5,7%	16%	151
Compost 2	AR Cr	23	2	25,5	13%	16%	183
Soil 1	AR Cr	21	3	52,2	5,7%	13%	138
Soil 2	AR Cr	22	2	19,2	7,7%	18%	146
Sludge 1	AR Cu	20	2	398	3,3%	8,4%	122
Sludge 2	AR Cu	23	2	434	5,9%	8,8%	168
Compost 2	AR Cu	22	2	40,4	7,7%	10%	175
Soil 1	AR Cu	21	2	27,5	6,1%	9,2%	170
Soil 2	AR Cu	21	2	9,29	6,6%	15%	167
Sludge 1	AR Co	18	2	14,6	4,1%	9,9%	133
Sludge 2	AR Co	19	2	10,4	7,2%	13%	143
Compost 2	AR Co	18	2	4,53	12%	17%	145
Soil 1	AR Co	16	4	11,0	3,4%	7,6%	110
Soil 2	AR Co	16	4	2,23	7,4%	13%	130
Sludge 1	AR Fe	18	3	53503	2,6%	8,4%	109
Sludge 2	AR Fe	19	4	51183	2,8%	8,9%	119
Compost 2	AR Fe	21	1	10200	6,1%	14%	144
Soil 1	AR Fe	17	3	26029	3,6%	11%	116
Soil 2	AR Fe	19	1	8622	5,8%	9,4%	133
Sludge 1	AR Mn	19	2	906	2,2%	8,8%	107
Sludge 2	AR Mn	21	2	1407	4,1%	8,1%	153
Compost 2	AR Mn	22	1	448	4,8%	9,0%	166
Soil 1	AR Mn	21	1	504	4,7%	9,1%	161
Soil 2	AR Mn	19	3	411	3,9%	7,2%	114
Sludge 1	AR Ni	19	3	51,1	4,9%	7,7%	147
Sludge 2	AR Ni	20	4	41,1	4,7%	7,8%	161
Compost 2	AR Ni	19	4	14,5	9,1%	10%	155
Soil 1	AR Ni	21	1	35,3	4,5%	7,1%	174
Soil 2	AR Ni	19	3	4,46	11%	18%	128
Sludge 1	AR Pb	19	2	148	3,9%	8,4%	146

Matrix	Parameter	p	Outliers	Mean mg/kg	sr	sR	Used number of data
Sludge 2	AR Pb	21	1	84,7	4,0%	8,1%	160
Compost 2	AR Pb	20	2	44,5	10%	14%	167
Soil 1	AR Pb	19	2	25,2	7,6%	9,9%	153
Soil 2	AR Pb	19	2	29,6	3,9%	8,0%	125
Sludge 1	AR Sb	11	2	7,81	4,6%	12%	82
Sludge 2	AR Sb	11	3	9,11	8,5%	23%	84
Compost 2	AR Sb	10	2	1,16	24%	34%	73
Soil 1	AR Sb	7	5	1,01	8,8%	18%	53
Soil 2	AR Sb	5	3	0,39	13%	17%	42
Sludge 1	AR V	16	2	19,1	3,7%	13%	98
Sludge 2	AR V	17	2	32,3	6,2%	21%	103
Compost 2	AR V	16	2	17,9	7,6%	16%	96
Soil 1	AR V	15	3	43,2	5,3%	11%	90
Soil 2	AR V	16	2	33,5	7,6%	12%	131
Sludge 1	AR Zn	21	2	1350	4,8%	9,6%	152
Sludge 2	AR Zn	24	2	842	5,1%	9,2%	167
Compost 2	AR Zn	23	2	205	7,3%	12%	170
Soil 1	AR Zn	22	2	80,5	5,0%	7,8%	174
Soil 2	AR Zn	22	2	59,5	5,0%	8,3%	162

Tabel 14: Interlaboratorium prestatiekenmerken parameter Hg (na aqua regia)

Matrix	p	Outliers	Mean mg/kg	sr	sR	Used number of data
Sludge 1	5	2	1,120	4,61%	22,6%	27
Sludge 2	8	0	0,660	8,05%	23,6%	41
Compost 2	6	1	0,118	3,88%	12,0%	32
Soil 1	7	0	0,070	11,8%	29,8%	38
Soil 2	7	0	0,052	8,71%	14,7%	38

4 VERGELIJKENDE RESULTATEN HORIZONTAL / CMA

4.1 Overzicht vergelijkende analyses

Naast de analyses uitgevoerd volgens de ontwerpnormen Horizontal werden op een aantal type monsters bijkomende analyses uitgevoerd conform de CMA methoden en/of ISO norm. In Tabel 15 is een overzicht hiervan gegeven. Deze analyses werden steeds uitgevoerd in 3-voud.

Tabel 15: Bijkomende analyses conform CMA/ISO norm

Parameter	Matrix	Horizontal	CMA methode/ISO norm
pH	Compost	Extractie in H ₂ O, 1 uur	<i>Extractie in H₂O, 6 uur</i>
	Bodem/slib	Extractie in H ₂ O of 0.01M CaCl ₂	Extractie in 1M KCl
Geleidbaarheid	Compost	30 min extractie	<i>60 min extractie</i>
	Bodem	30 min extractie bij 25°C	<i>30 min extractie bij 20°C</i>
TOC	Bodem/ waterbodern	-	Additioneel: Dichromaathmethode
Kjeldahl-N	Waterbodern	Katalysator zonder Se	Katalysator met Se
Totaal N	Compost	Verbranding (Dumas)	Gemodif. Kjeldahl-methode of Som Kj-N+NO ₃ +NO ₂
NH ₄ /NO ₃	Compost	Extractie 1M KCl	Waterige extractie
Totaal P	Waterbodern/ bodern	Aqua regia	HF:HNO ₃ :HCl destructie
	Compost	Aqua regia	<i>Verassen bij 450°C + HNO₃</i>
Deconstructiemethode	Bodem/slib	Aqua regia	HF:HNO ₃ :HCl destructie
	Compost	Aqua regia	<i>Verassen bij 450°C + HNO₃</i>

Opm. Omwille van een tekort aan monsters werden een aantal vergelijkende testen niet uitgevoerd (*schuin gemarkeerd*). Bijkomend werd op de matrix bodern totaal P bepaald na HF:HNO₃:HCl destructie.

De evaluatie van de verschillende parameters werd uitgevoerd op basis van de in juli 2007 beschikbare validatieresultaten. Momenteel zijn echter nog herzieningen van de validatiegegevens lopende.

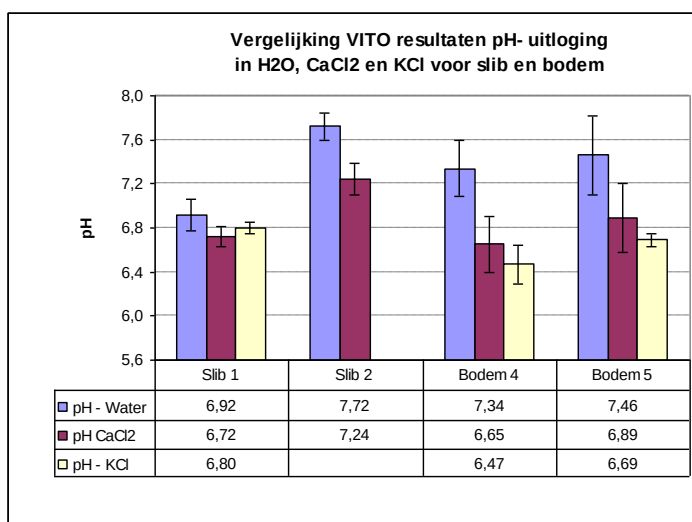
De aanbevelingen die in dit rapport worden gegeven zijn steeds gebaseerd op de huidige status van de Horizontal ontwerpmethoden. Bij definitieve goedkeuring van de verschillende Horizontal methoden dient geëvalueerd te worden of dezelfde besluiten kunnen geformuleerd worden of bijstellingen dienen gedaan te worden.

4.2 Parameter pH

Parameter	Matrix	Horizontal	CMA methode/ISO norm
pH	Compost	Extractie in H ₂ O, 1 uur	<i>Extractie in H₂O, 6 uur</i>
	Bodem/slib	Extractie in H ₂ O of 0.01M CaCl ₂	Extractie in 1M KCl

Opm. Omwille van een tekort aan monsters werd op het compostmonster geen vergelijkende testen uitgevoerd (*schuin gemarkeerd*).

Voor de parameter pH werd een vergelijking uitgevoerd van pH metingen in verschillende extractiemediën. De Horizontal ontwerp methode beschrijft een procedure met een extractie in H₂O of 0.01 M CaCl₂. Daarnaast wordt geformuleerd dat een extractie in 1M KCl voor bodem ook kan worden toegepast, maar dat deze procedure niet mee is opgenomen. Een uitloging in 1M KCl wordt immers uitgevoerd om variaties in zoutgehalten in de bodem te ondervangen. Gezien het feit dat in Vlaanderen de extractie in 1M KCl veelal wordt toegepast (conform ISO 10390), werden vergelijkende analyses uitgevoerd. In Figuur 1 zijn de vergelijkende pH resultaten weergegeven van VITO voor de extractie in H₂O, 0.01M CaCl₂ en 1M KCl.



Figuur 1: Vergelijkende pH resultaten voor de matrices bodem en slib in functie van uitloogvloeistof

(Foutvlag: 2 maal de reproduceerbaarheid standaard deviatie)

Uit de resultaten kan afgeleid worden dat, zoals verwacht, voor bodemmonsters een pH variatie optreedt: pH in water > pH in CaCl₂ > pH KCl. Voor de vergelijkende analyses uitgevoerd op het slibmonster is geen specifieke trend waarneembaar.

Besluit: Deze resultaten bevestigen dat voor bodemmonsters een pH variatie optreedt afhankelijk van de uitloogvloeistof: pH in water > pH in CaCl₂ > pH KCl. Om gelijkwaardige resultaten te bekomen is het noodzakelijk om een éénduidige methode (i.e. extractiemedium) vast te leggen. Door OVAM (VLM, LNE) werd een extractie met KCl voor de bepaling van pH in bodem vastgelegd.

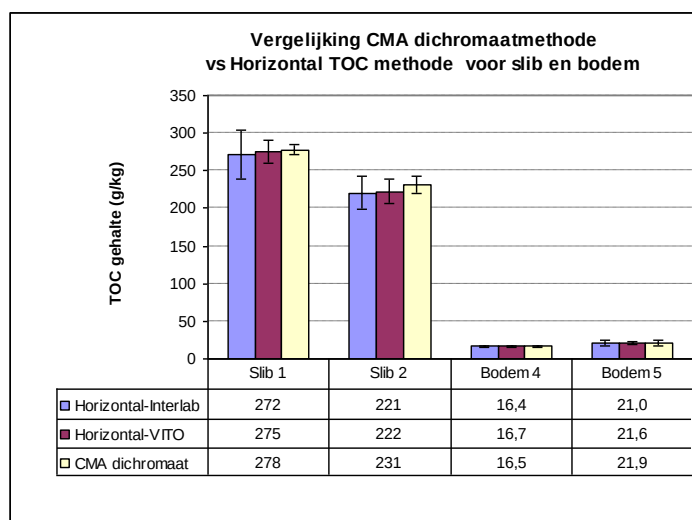
Er wordt voorgesteld de ontwerp methode CMA/2/II/A.20, gebaseerd op ISO 10390:2005 en welke de extractie met 1M KCl beschrijft, te behouden.

4.3 Parameter TOC

Parameter	Matrix	Horizontal	CMA methode/ISO norm
TOC	Bodem/ waterbodem	-	Additioneel: Dichromaاتمmethode

Voor de bepaling van TOC in bodem en waterbodem (slib) wordt in de Horizontal ontwerp methode de TOC analyser beschreven. Deze methode is eveneens opgenomen in het CMA (CMA/2/II/A.7). Daarnaast biedt het CMA ook de mogelijkheid om de TOC analyses in bodem/waterbodem uit te voeren door oxidatie in een overmaat aan kaliumdichromaatoplossing en zwavelzuur bij een temperatuur van 135°C gedurende ½ uur (dichromaاتمmethode) conform ISO 14235:1998ⁱ.

In Figuur 2 zijn de vergelijkende TOC analyseresultaten in bodem/slib weergegeven tussen de TOC analyser methode en de dichromaاتمmethode. De bekomen resultaten tonen aan dat voor deze monsters gelijkwaardige resultaten worden bekomen voor beide methoden.



Figuur 2: Vergelijkende TOC resultaten bekomen met TOC analyser en CMA/2/II/A.10 (dichromaاتمmethode) voor bodem en slib

Legende

Horizontal – Interlab : gemiddelde van de interlaboratorium ringtestresultaten van Horizontal

Horizontal – VITO: gemiddelde van de door VITO gerapporteerde resultaten aan Horizontal

CMA dichromaاتم: gemiddelde van VITO resultaten volgens CMA/2/II/A.10 (dichromaاتمmethode)

Foutvlag: 2 maal de reproduceerbaarheid standaard deviatie

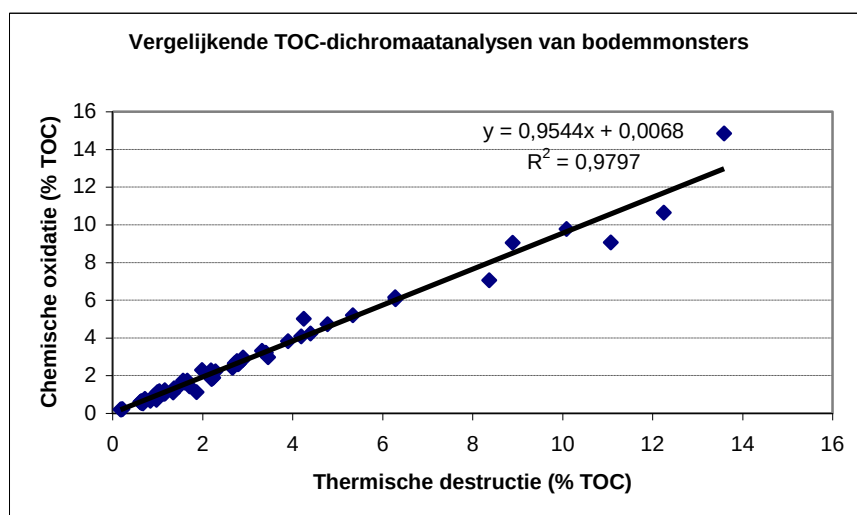
In voorgaande VITO studies *Vergelijkend onderzoek voor de bepaling van het gehalte aan organisch materiaal in bodem* (2000/MIM/R/076, J. Lauwers, V. Corthouts, K. Tirez, N. De Brucker) en *Bepaling van organische stof/koolstof in vaste stoffen* (2003/MIM/R/191, C.

ⁱ ISO 14235: 1998 Soil quality – Determination of organic carbon by sulfochromic oxidation.

Vanhoof en K. Tirez) werd reeds aangegeven dat, rekening houdend met de meetspreiding, beide methoden vergelijkbare resultaten geven.

In de eerste studie werden een 60-tal bodemmonsters zowel met de TOC methode als met de dichromaatmethode geanalyseerd resulterend in een helling van 0.954 en een correlatiecoëfficiënt R^2 van 0.9797 (zie Figuur 2). Bij de chemische oxidatiemethode wordt gemiddeld t.o.v. de TOC methode 95% van het totaal organische koolstof geoxideerd. Deze bevinding wordt bevestigd in de ISO 14235 normmethode waar volgende opmerking is opgenomen: ‘Comparison of carbon determinations in accordance with this procedure and the procedure given in ISO 10694ⁱⁱ showed that, in a variety of soil samples, 95% of the total organic carbon present was oxidized.’

In een recent uitgevoerde studie in opdracht van LNE, Dienst Bodem en Bodembescherming, waarbij 500 bodemmonsters werden geanalyseerd conform ISO 14235 en ISO 10694, werd eveneens een gemiddeld oxidatierendement van 95% waargenomen bij toepassing van ISO 14235.



Figuur 3: Vergelijkende TOC – dichromaatanalysen van bodemmonsters

Besluit: De vergelijkende analyses uitgevoerd op de Horizontal ringtestmonsters tonen vergelijkbare resultaten bij toepassing van de TOC analysemethode en de dichromaatmethode (CMA/2/II/A.10). Deze bevindingen werden reeds in voorgaande VITO studies vastgesteld. Niettegenstaande de dichromaatmethode een oxidatierendement heeft van gemiddeld 95% t.o.v. de TOC analysemethode, kan rekening houdend met de meetspreiding, gesteld worden dat vergelijkbare resultaten worden bekomen met beide methoden.

Er wordt voorgesteld de huidige CMA methoden CMA/2/II/A.7 en CMA/2/II/A10 niet te wijzigen. Bij CMA/2/II/A.7 kan de Horizontal normmethode als referentie worden opgenomen.

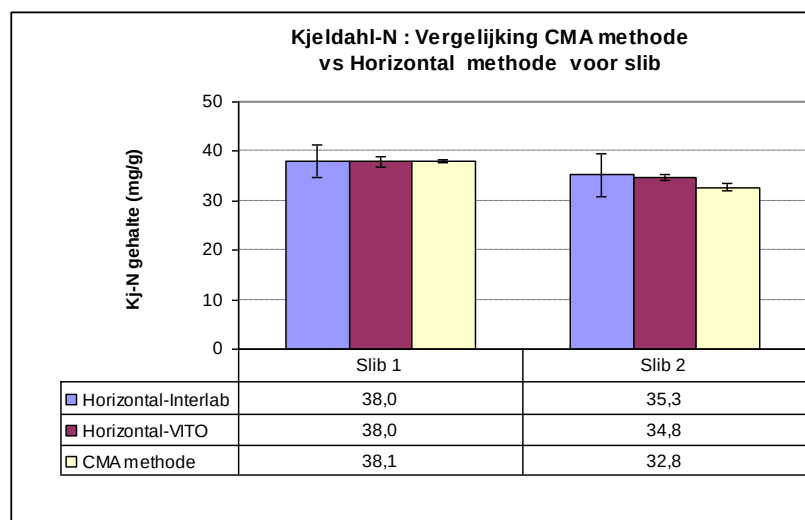
ⁱⁱ ISO 10694::2005 Soil quality – Determination of organic and total carbon after dry combustion (elemental analysis).

4.4 Parameter Kjeldahl-N

Parameter	Matrix	Horizontal	CMA methode/ISO norm
Kjeldahl-N	Waterbodem	Katalysator zonder Se	Katalysator met Se

Voor de bepaling van de parameter Kjeldahl-N in waterbodem (slib) wordt eenzelfde methodiek toegepast in de Horizontal ontwerpmethodode en de CMA methode (CMA/2/II/A.16), enkel een verschil in katalysator wordt genoteerd. In de Horizontal ontwerpmethodode staat vermeld dat een katalysator met Se niet mag gebruikt worden, terwijl in ISO 13342ⁱⁱⁱ - normmethode waarop CMA methode is gebaseerd – het gebruik van een Se katalysator als referentie wordt voorgeschreven, met daarnaast de mogelijkheid om een koperkatalysator te gebruiken indien gelijkwaardige resultaten worden bekomen. In de CMA methode CMA/2/II/A.16 werd reeds de ruimte geboden om andere katalysatoren aan te wenden omdat tijdens de jaarlijkse ringtesten van OVAM AARDE geen significante afwijkingen werden waargenomen op waterbodems bij de huidige diversiteit aan gebruikte katalysatoren.

De vergelijkende analyses – zonder en met Se katalysator - uitgevoerd op de Horizontal slibmonsters, bevestigen deze bevindingen. De bekomen resultaten, weergegeven in Figuur 4, tonen geen significante verschillen tussen beide methoden.



Figuur 4: Vergelijkende resultaten van Kjeldahl-N in functie van (Se) katalysator voor slib

Legende

Horizontal – Interlab : gemiddelde van de interlaboratorium ringtestresultaten van Horizontal

Horizontal – VITO: gemiddelde van de door VITO gerapporteerde resultaten aan Horizontal

CMA methode: gemiddelde van VITO resultaten volgens CMA/2/II/A.16 (Kjeldahl-N met Se katalysator)

Foutvlag: 2 maal de reproduceerbaarheid standaard deviatie

Besluit: Gebaseerd op deze resultaten kan gesteld worden dat bij de bepaling van Kjeldahl-N in waterbodem (slib) een Se katalysator geen vereiste is, alternatieve katalysatoren resulteren

ⁱⁱⁱ EN 13342: 2000 Characterization of sludges – Determination of Kjeldahl nitrogen.

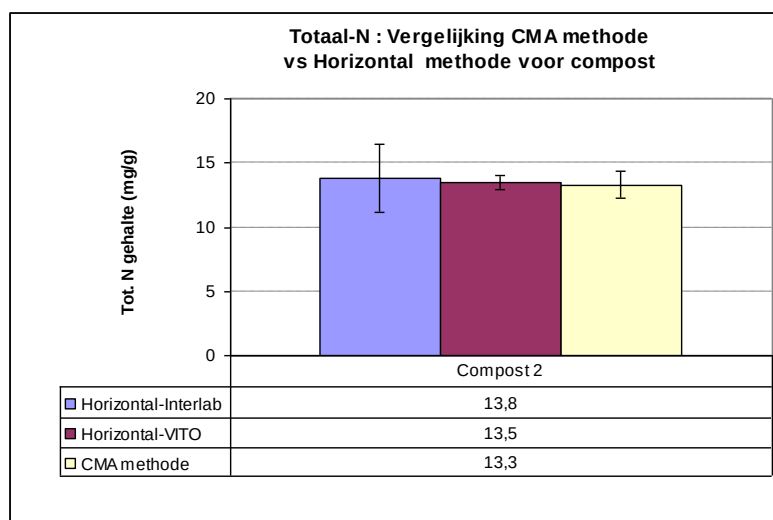
in gelijkwaardige resultaten. De opmerkingen, vermeld in de huidige CMA methode, die toelaten om andere katalysatoren te gebruiken, worden hierbij bevestigd. Er wordt voorgesteld de huidige CMA methode CMA/2/II/A.16 niet te wijzigen, de Horizontal normmethode kan als referentie worden opgenomen.

4.5 Parameter Totaal N

Parameter	Matrix	Horizontal	CMA methode/ISO norm
Totaal N	Compost	Verbranding (Dumas)	Gemodif. Kjeldahl-methode of Som Kj-N+NO ₃ +NO ₂

Voor de bepaling van Totaal N in compost wordt in de Horizontal ontwerp methode een verbranding bij hoge temperaturen (Dumas) beschreven, terwijl in het CMA de gemodificeerde Kjeldahl-methode of de som van Kj-N+NO₃+NO₂ is opgenomen. Bij de gemodificeerde Kjeldahl-methode, gebaseerd op EN13654-1^{iv}, wordt in aanwezigheid van een katalysator (K₂SO₄-mengsel) het substraat behandeld met een kokend zwavelzuur-salicylzuurmengsel, zodat alle stikstofvormen omgezet worden tot (NH₄)₂SO₄. In sterk alkalisch midden wordt NH₃, afkomstig van het ammoniumzout, door stoomdestillatie vrijgesteld en analytisch bepaald.

De vergelijkende metingen van Totaal N voor het compostmonster bekomen bij toepassing van de verbrandingsmethode en de gemodificeerde Kjeldahl methode resulteren in gelijkwaardige resultaten. Zoals weergegeven in Figuur 5, worden geen significante verschillen waargenomen. Hierbij dient opgemerkt te worden dat het gehalte aan totaal N (Horizontal –Interlabo gemiddelde = 13.8 g/kg) hoofdzakelijk bestaat uit Kjeldahl-N (Horizontal –Interlabo gemiddelde = 12.7 g/kg).



Figuur 5: Vergelijkende analyses van totaal N voor compost

^{iv} NBN EN 13654-1:2001 Bodemverbeterende middelen en groeimiddelen-bepaling van stikstof – deel 1: gewijzigde Kjeldahl-methode.

Legende

Horizontal – Interlab : gemiddelde van de interlaboratorium ringtestresultaten van Horizontal

Horizontal – VITO: gemiddelde van de door VITO gerapporteerde resultaten aan Horizontal

CMA methode: gemiddelde van VITO resultaten volgens CMA/2/IV/4 (gemodif. Kjeldahl-N methode)

Foutvlag: 2 maal de reproduceerbaarheid standaard deviatie

Momenteel is de Totaal N bepaling volgens de Dumas methode niet opgenomen in het CMA. Binnen CEN/TC230 *Bodemverbeterende middelen en groeimedia* is echter ook een Europese normmethode ter beschikking welke de Dumas methode^v beschrijft. Tot op heden werd deze methode niet besproken binnnen de werkgroep Compost.

Besluit: De toegepaste CMA methode (CMA/2/IV/4 – gemodif. Kj-N) resulteerde voor dit compostmonster in vergelijkbare resultaten in vergelijking met de Horizontal ontwerp methode (Dumas).

Er wordt voorgesteld om deze Horizontal methode in het CMA op te nemen en binnen de werkgroep Compost te bespreken.

4.6 Parameter NH₄/NO₃

Parameter	Matrix	Horizontal	CMA methode/ISO norm
NH ₄ /NO ₃	Compost	Extractie 1M KCl	Waterige extractie

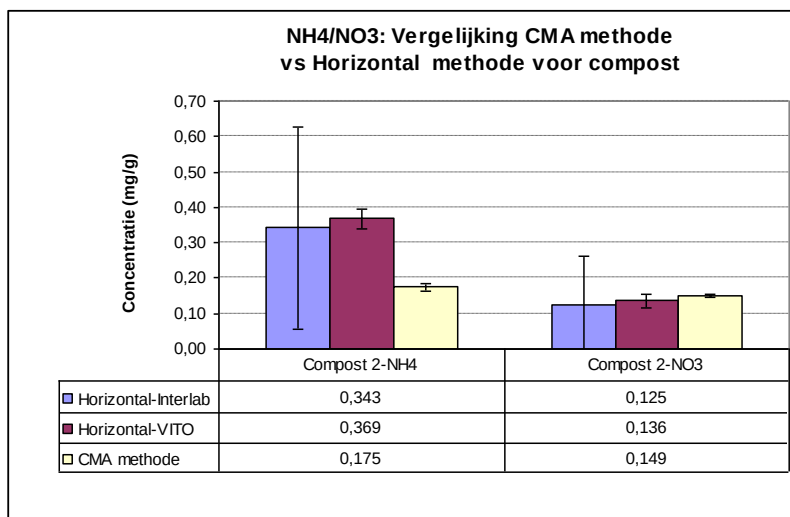
Voor de bepaling van NH₄/NO₃ in compost wordt in de Horizontal ontwerp methode een extractie met KCl beschreven. De CMA methode, gebaseerd op EN13652^{vi} omvat een waterige uitloging.

Vergelijkende analyses met beide extractiemethoden werden op het compostmonster uitgevoerd en de resultaten zijn weergegeven in Figuur 6. Niettegenstaande het NH₄ resultaat van de waterige uitloging binnen de 2SR grens van de interlaboratorium ringtest ligt, ligt deze waarde duidelijk lager dan de meetwaarde in een KCl uitloging. De vergelijkende VITO resultaten (0.175 g/kg in waterige uitloging tegenover 0.369 g/kg in KCl uitloging) bevestigen dit. Voor nitraat zijn er minder aanwijzingen voor significante verschillen.

Tijdens de inventarisatiestudie van Horizontal werd reeds aangegeven dat voor de bepaling van nitraat een waterige extractie zou volstaan omdat nitraten niet gebonden zijn aan de matrix en gewoonlijk gemakkelijk oplosbare zouten vormen. Ammonium daarentegen kan in gebonden vorm voorkomen. Om ammonium maximaal uit te wisselen is als extractieoplossing een zoutoplossing (zoals KCl) aan te bevelen. Bijgevolg werd in de Horizontal ontwerp methode gekozen voor een extractie met KCl waarbij tegelijkertijd nitraat kan bepaald worden. De bekomen vergelijkende resultaten bevestigen deze bevindingen.

^v NBN EN 13654-2:2001 Bodemverbeterende middelen en groeimedia-bepaling van stikstof – deel 1: Dumas methode.

^{vi} NBN EN 13652:2001 Bodemverbeterende middelen en groeimedia – Extractie van in water oplosbare voedingsstoffen en elementen.



Figuur 6: Vergelijkende analyses voor NH₄ en NO₃ in functie van uitloogvloeistof

Legende

Horizontal – Interlab : gemiddelde van de interlaboratorium ringtestresultaten van Horizontal

Horizontal – VITO: gemiddelde van de door VITO gerapporteerde resultaten aan Horizontal

CMA methode: gemiddelde van VITO resultaten volgens CMA/2/IV/6

Foutvlag: 2 maal de reproduceerbaarheid standaard deviatie

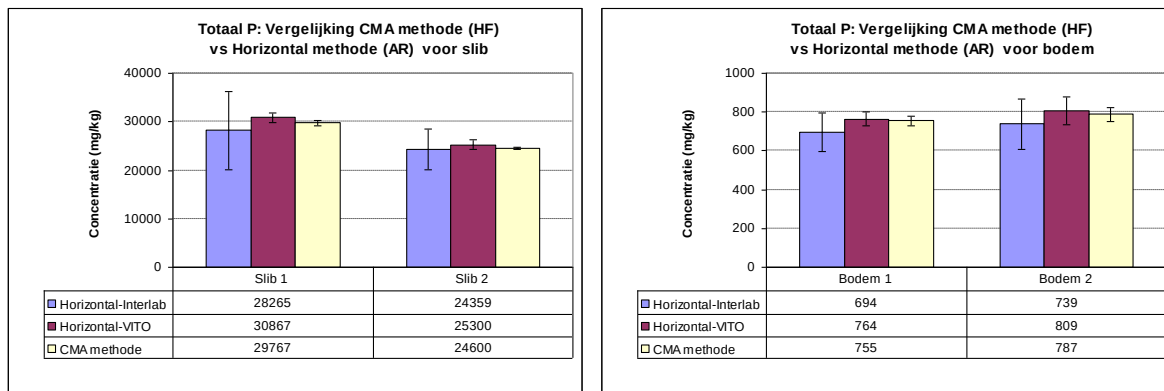
Besluit: Deze resultaten tonen aan dat een verschillende meetwaarde wordt bekomen bij toepassing van een KCl uitloging en een waterige uitloging. Voor de bepaling van NH₄/NO₃ in compost is het noodzakelijk om een éénduidige methodiek naar voren te schuiven want de resultaten voor deze parameters, voornamelijk voor NH₄, zijn operationeel gedefiniëerd. Binnen de werkgroep Compost zullen deze resultaten voorgelegd worden en eventuele aanpassingen aan de CMA procedure dienen besproken te worden.

4.7 Parameter Totaal P

Parameter	Matrix	Horizontal	CMA methode/ISO norm
Totaal P	Waterbodem/ bodem	Aqua regia	HF:HNO ₃ :HCl destructie
	Compost	Aqua regia	Verassen bij 450°C + HNO ₃

Opm. Omwille van een tekort aan compostmonster werden geen vergelijkende testen uitgevoerd (*schuin gemarkeerd*). Bijkomend werd op de matrix bodem totaal P bepaald na HF:HNO₃:HCl destructie.

Voor de bepaling van Totaal P in waterbodem wordt in het CMA de HF:HNO₃:HCl destructiemethode (CMA/2/II/A3) beschreven. Vergelijkende analyses van totaal P in bodem en slibs na aqua regia en HF:HNO₃:HCl destructie tonen geen significante verschillen in analyseresultaat (zie Figuur 7).



Figuur 7: Vergelijkende P analyses na aqua regia en HF:HNO₃:HCl destructie

Legende

Horizontal – Interlab : gemiddelde van de interlaboratorium ringtestresultaten van Horizontal

Horizontal – VITO: gemiddelde van de door VITO gerapporteerde resultaten aan Horizontal

CMA methode: gemiddelde van VITO resultaten volgens CMA/2/II/A.3

Foutvlag: 2 maal de reproduceerbaarheid standaard deviatie

Besluit: Bij analyse van de Horizontal ringtestmonsters worden voor de bepaling van Totaal P in bodem en slib vergelijkbare resultaten bekomen na aqua regia destructie en na HF:HNO₃:HCl destructie.

In 2002 werd door VITO een studie uitgevoerd naar de keuze van de destructiemethode voor verschillende types monsters. Op basis van deze studie *Extractie/destructiemethoden voor de bepaling van zware metalen in vaste monsters* (2002/MIM/R/116, C. Vanhoof en K. Tirez), werd door OVAM besloten om de HF:HNO₃:HCl methode als referentiemethode te weerhouden.

Er wordt voorgesteld om de huidige CMA methode CMA/2/II/A.3 te behouden zonder aanpassingen.

4.8 Destructiemethoden

Parameter	Matrix	Horizontal	CMA methode/ISO norm
Destructiemethode	Bodem/slib	Aqua regia	HF:HNO ₃ :HCl destructie
	Compost	Aqua regia	Verassen bij 450°C + HNO ₃
			Voor Hg: refluxmethode

De Horizontal ontwerp methode ‘Aqua regia’ beschrijft 3 destructieprocedures i.e. reflux methode en 2 microgolfoven ontsluitingsprocedures (115°C, energie gecontroleerd en 175°C, temperatuur gecontroleerd). De bekomen validatieresultaten zijn grotendeels bekomen met de reflux ontsluitingsmethode. Voor de verdere evaluatie van de Horizontal validatieresultaten met de resultaten bekomen met de CMA methode, werd steeds de Horizontal dataset gehanteerd waarbij alle destructiemethoden van aqua regia gebundeld waren.

Bij de evaluatie van de destructiemethoden (Horizontal validatie) werd bij de verwerking van de bekomen resultaten na de destructie geen onderscheid gemaakt tussen de verschillende analytische bepalingsmethoden. Resultaten bekomen met ICP-AES en ICP-MS werden gebundeld.

De validatie van de Horizontal ontwerpmethoden ICP-AES en ICP-MS zijn nog niet beschikbaar op de website www.ecn.nl/horizontal/. Tot op heden zijn er geen afzonderlijke validatiegegevens ter beschikking van ICP-AES enerzijds en ICP-MS anderzijds.

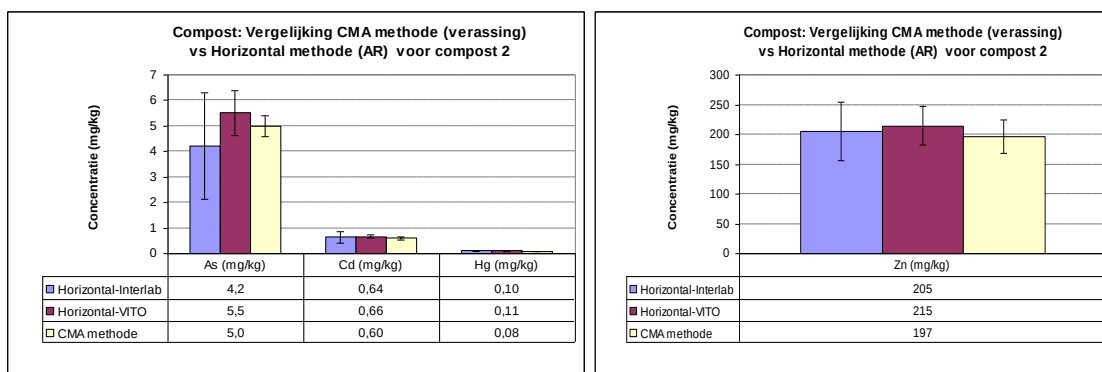
4.8.1 Destructie van compost

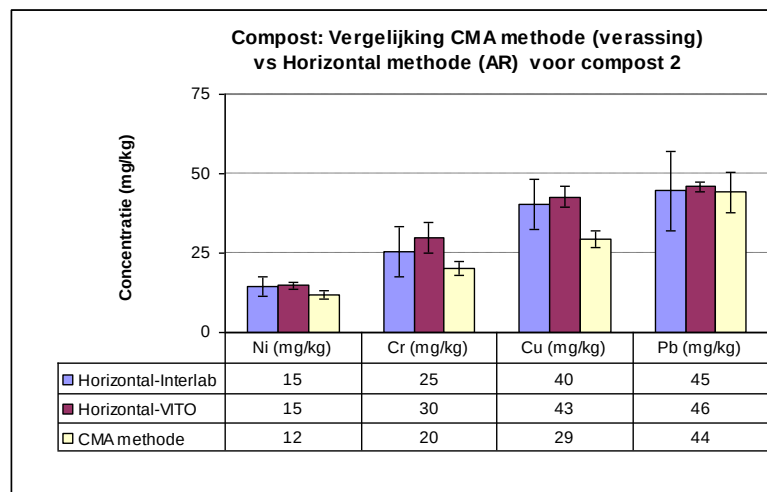
Bij evaluatie van de destructiemethode van compost (CMA/2/IV/6 §4.3 (metalen) en §4.4 (Hg)) met de aqua regia destructiemethode wordt vastgesteld dat voor Cu en Ni een iets lager gehalte wordt bekomen met de verassingsmethode (zie Figuur 8). Voor de andere elementen liggen de bekomen waarden binnen de meetspreiding van de interlaboratorium ringtest.

In de VITO studie *Bepaling van As in compost en evaluatie destructie met aqua regia* (2006/MIM/R/150, C. Vanhoof en K. Tirez) werd vastgesteld dat bij vergelijkende analyses uitgevoerd op het OVAM AARDE ringtestmonster van maart 2006, voor de elementen Cd en Ni significant hogere concentraties worden bekomen bij toepassing van de aqua regia methode, terwijl voor Cr significant lagere meetwaarden worden bekomen. Voor de andere elementen worden geen afwijkende waarden genoteerd.

Bij de OVAM AARDE ringtest van maart 2007 waarbij de aqua regia destructiemethode (ontwerp CMA/2/IV/6 §4.5) werd getoetst aan de ringtestresultaten bepaald met de verassingsmethode, werden dezelfde bevindingen waargenomen als bij het Horizontal compostmonster i.e. hogere gehalten voor Cu en Ni bij toepassing van de aqua regia methode.

Binnen de werkgroep Compost werd in 2007 reeds besloten om de Europese Normmethode EN 13650:2001 *Bodemverbeterende middelen en groeimmedia – Extractie van in koningswater oplosbare elementen* op te nemen in de CMA methode. CMA/2/IV/6 werd reeds aangepast en de ontwerpversie dd. 08.2007 is beschikbaar.





Figuur 8: Vergelijkende metaal analyses voor compost na aqua regia en de destructie na verassing

Legende

Horizontal – Interlab : gemiddelde van de interlaboratorium ringtestresultaten van Horizontal

Horizontal – VITO: gemiddelde van de door VITO gerapporteerde resultaten aan Horizontal

CMA methode: gemiddelde van VITO resultaten volgens CMA/2/IV/6

Foutvlag: 2 maal de reproduceerbaarheid standaard deviatie

Besluit: Voor de bepaling van de metalen in het Horizontal compostmonster worden vergelijkbare resultaten bekomen na aqua regia destructie en na de verassingsmethode met HNO_3 (of reflux voor Hg) voor de elementen As, Cd, Cr, Pb, Hg en Zn. Voor de elementen Cu en Ni wordt bij toepassing van de aqua regia methode een lichte stijging van de meetwaarde vastgesteld.

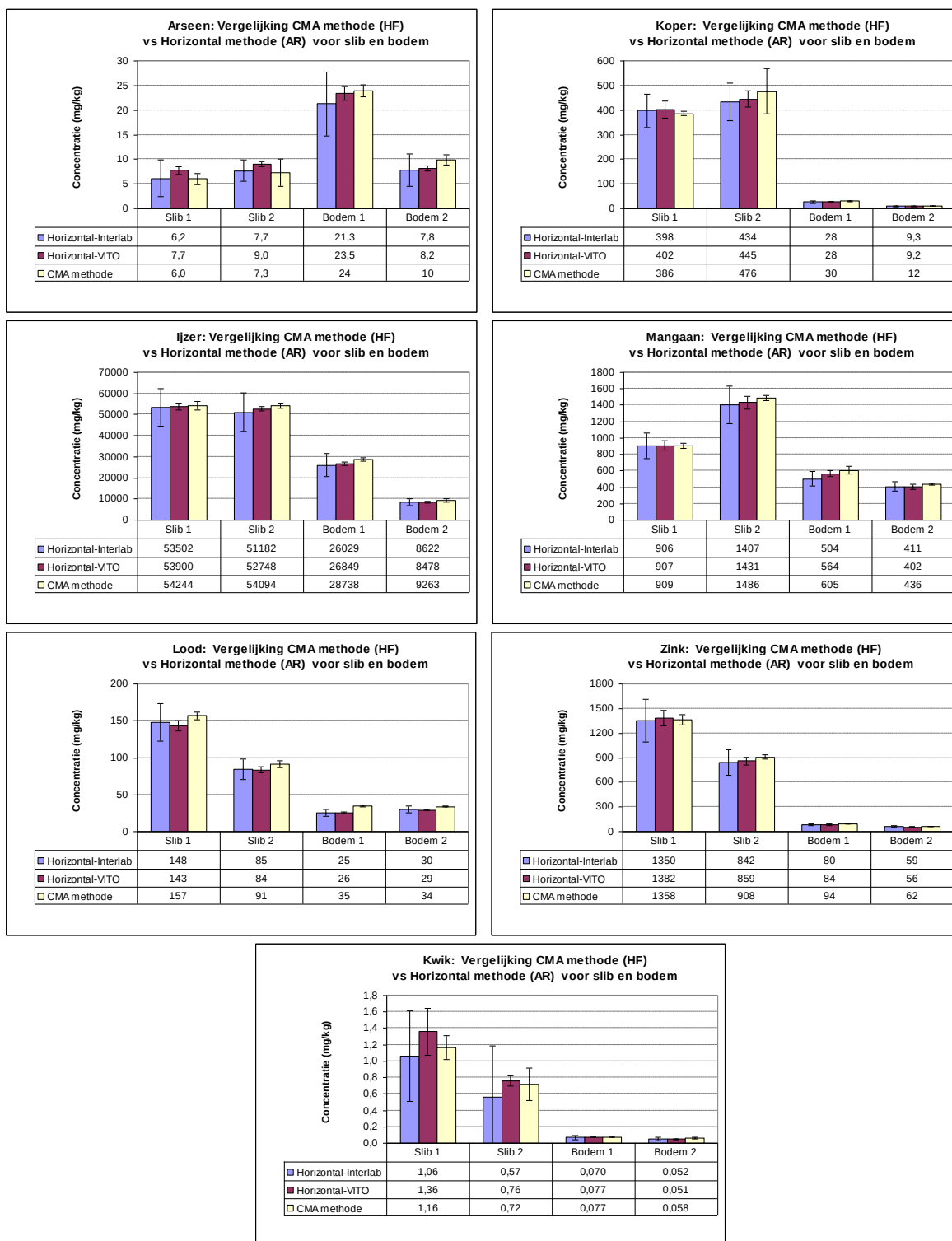
Voorgaande vergelijkende analyses uitgevoerd op de OVAM AARDE ringtestmonsters in 2006 en 2007 onderbouwen grotendeels deze bevindingen.

Momenteel is een ontwerp methode beschikbaar CMA/2/IV/6 – versie augustus 2007 – welke de aqua regia destructie methode beschrijft. Er wordt voorgesteld de Horizontal normmethode hierin op te nemen, mits de opmerking dat de refluxmethode de voorkeur geniet gezien een grotere hoeveelheid monster in bewerking wordt genomen (ondervangen heterogeniteit compost).

4.8.2 Destructie van bodem en slib

Bij evaluatie van de aqua regia destructiemethode met de $\text{HF}:\text{HNO}_3:\text{HCl}$ destructiemethode (CMA/2/II/A3) voor bodem en slib kunnen de bekomen resultaten opgedeeld worden in 3 groepen in functie van het te bepalen element.

Tot de eerste groep behoren de elementen As, Cu, Fe, Mn, Pb, Zn en Hg. Bij deze elementen zijn, onafhankelijk van het matrixtype (bodem of slib), de resultaten na $\text{HF}:\text{HNO}_3:\text{HCl}$ destructie gesitueerd binnen de interlaboratoriummeetspreiding van het betreffende element en bijhorende monster. Voor deze elementen worden bijgevolg vergelijkbare meetwaarden bekomen na $\text{HF}:\text{HNO}_3:\text{HCl}$ destructie en na aqua regia destructie. De vergelijkende resultaten zijn weergegeven in Figuur 9.



Figuur 9: Vergelijkende metaal analyses voor bodem/slib na aqua regia en HF:HNO₃:HCl destructie

Legende

Horizontal – Interlab : gemiddelde van de interlaboratorium ringtestresultaten van Horizontal

Horizontal – VITO: gemiddelde van de door VITO gerapporteerde resultaten aan Horizontal

CMA methode: gemiddelde van VITO resultaten volgens CMA/2/II/A.3

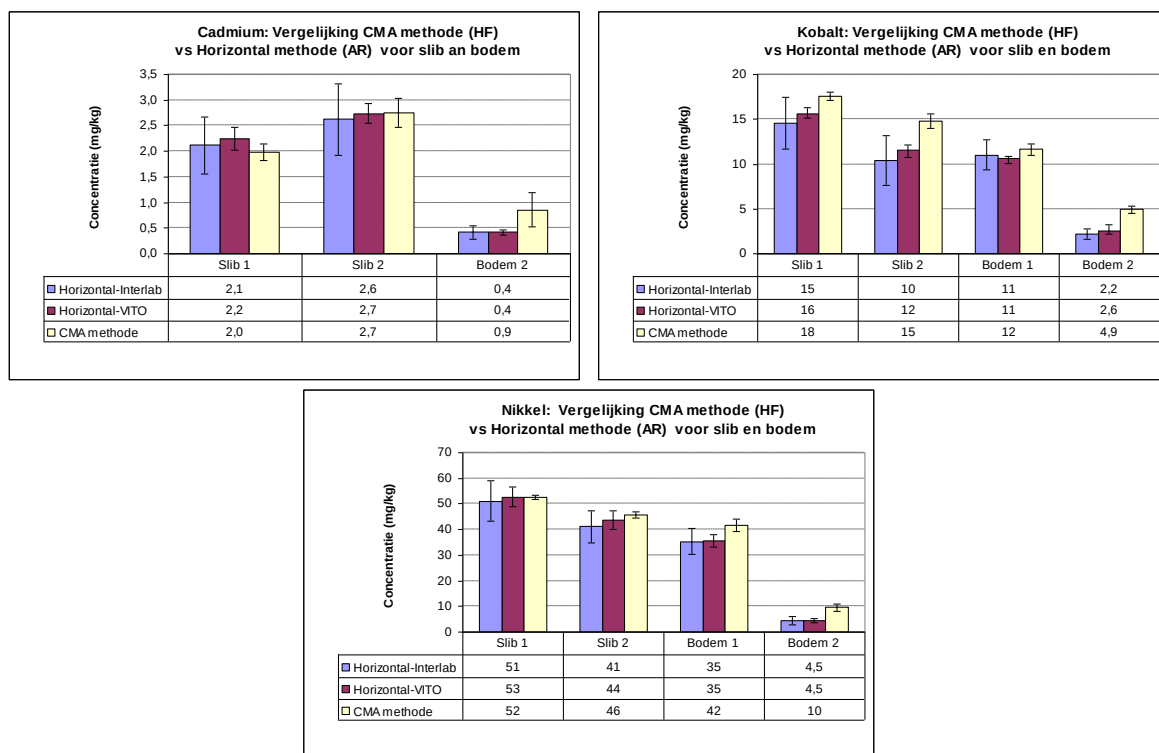
Foutvlag: 2 maal de reproduceerbaarheid standaard deviatie

Voor de elementen *Cd*, *Co* en *Ni* kunnen afhankelijk van het geanalyseerde monster en de destructiemethode verschillen optreden in het uiteindelijke analyseresultaat. De vergelijkende resultaten zijn weergegeven in Figuur 10.

Voor *Cd* wordt een verhoogde waarde bekomen voor het bodemonmonster 2 na HF:HNO₃:HCl destructie in vergelijking met de aqua regia destructie. Bij bodemonmonster 1 lag de meetwaarde beneden de bepalingsgrens en kan bijgevolg geen vergelijking worden uitgevoerd..

Voor *Co* wordt na de HF:HNO₃:HCl destructie steeds een hogere waarde bekomen in vergelijking met de aqua regia destructie, echter enkel op slib 2 en bodem 2 is deze verhoging significant.

Voor *Ni* worden op de bodemonsters significant hogere waarden bekomen na HF:HNO₃:HCl destructie in vergelijking met de aqua regia destructie, echter deze verhoging is niet detecteerbaar bij de slibmonsters.



Figuur 10: Vergelijkende *Cd*, *Co* en *Ni* analyses voor bodem/slib na aqua regia en HF:HNO₃:HCl destructie

Legende

Horizontal – Interlab : gemiddelde van de interlaboratorium ringtestresultaten van Horizontal

Horizontal – VITO: gemiddelde van de door VITO gerapporteerde resultaten aan Horizontal

CMA methode: gemiddelde van VITO resultaten volgens CMA/2/II/A.3

Foutvlag: 2 maal de reproduceerbaarheid standaard deviatie

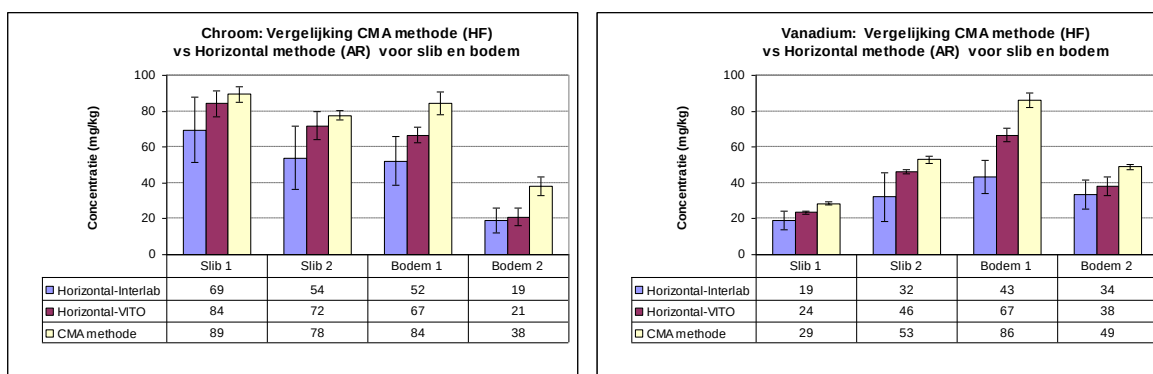
Voor de elementen *Cr* en *V* worden significante verschillen gedetecteerd tussen de verschillende destructiemethoden voor zowel de bodem- als de slibmonsters. De vergelijkende resultaten zijn weergegeven in Figuur 11.

Bij vergelijking van het gemiddelde van de interlaboratorium ringtestresultaten met de gemiddelde waarde van de door VITO gerapporteerde resultaten – steeds na aqua regia destructie - worden voor de verschillende monsters verhoogde VITO meetwaarden waargenomen. De mate van verhoging is monsterafhankelijk.

Bij het uitvoeren van de validatie van de aqua regia standaard werd de destructiemethode (Methode B: micogolfonstluiting in gesloten bom) - en ontsluitingsprogramma - conform de ontwerp Horizontal standaard uitgevoerd. Alle monsters werden ook voorafgaandelijk aan de destructie – conform ontwerp Horizontal standaard – verfijnd met de kogelmolen. Gezien de elementen Cr en V typische elementen zijn die in de Si matrix incorporeren en bijgevolg moeilijk in oplossing te brengen zijn, kan de korrelgrootte een effect hebben op het uiteindelijke destructierendement. Het verhoogde destructierendement bij de VITO resultaten kan mogelijks aan het additioneel verfijnen van de monsters toegeschreven worden.

Bij toepassing van de HF:HNO₃:HCl destructiemethode worden significant hogere meetwaarden bekomen in vergelijking met de aqua regia destructiemethode. Dit bevestigt dat de elementen Cr en V in de silicaatstructuur geïncorporeerd zitten, en door de inwerking van HF efficiënter worden vrijgezet. Hierbij speelt de korrelgrootte ook een belangrijke rol, des te fijner des te hoger het destructierendement.

Tijdens de validatie van de EN 13656^{vii} en de EN13657^{viii} standaard binnen CEN/TC292/WG3 *Characterization of waste* werden deze trends ook vastgesteld. De invloed van het gebruik van HF op de efficiëntie van de destructie is element- en monster afhankelijk, maar kan ruwweg ingedeeld worden als volgt: V > Cr > Co > Ni.



Figuur 11: Vergelijkende Cr en V analyses voor bodem/slib na aqua regia en HF:HNO₃:HCl destructie

Legende

Horizontal – Interlab : gemiddelde van de interlaboratorium ringtestresultaten van Horizontal

Horizontal – VITO: gemiddelde van de door VITO gerapporteerde resultaten aan Horizontal

CMA methode: gemiddelde van VITO resultaten volgens CMA/2/II/A.3

Foutvlag: 2 maal de reproduceerbaarheid standaard deviatie

^{vii} EN 13656:2002 Characterization of waste - Microwave assisted digestion with hydrofluoric (HF), nitric (HNO₃) and hydrochloric (HCl) acid mixture for subsequent determination of elements.

^{viii} EN 13657:2002 Characterization of waste - Digestion for subsequent determination of aqua regia soluble portion of elements.

Bij de Horizontal validatiestudie werd de ontsluitingsmethode met *salpeterzuur* door een beperkt aantal deelnemers toegepast. Bijgevolg kon de statistische evaluatie slechts op een beperkt aantal elementen uitgevoerd worden. Bij vergelijking van de bekomen resultaten met deze van de aqua regia methode werden enkel voor de elementen Cd en Cu vergelijkbare resultaten gevonden, voor de andere elementen is er een indicatie tot lagere resultaten voornamelijk voor Sb.

Besluit: Bij de analyse van de Horizontal ringtestmonsters worden voor de elementen As, Cu, Fe, Mn, Pb, Zn en Hg vergelijkbare resultaten bekomen na HF:HNO₃:HCl destructie en aqua regia destructie. Bij de elementen Cr en V daarentegen worden significant hogere meetwaarden bekomen na HF:HNO₃:HCl destructie in vergelijking met aqua regia destructie. Deze verhoging kan worden toegeschreven aan het feit dat beide elementen in de silicaatmatrix geïncorporeerd zitten. Bij de elementen Ni, Co en Cd kunnen hogere destructierendementen optreden, maar deze zijn monstertype afhankelijk.

In 2002 werd door VITO een studie uitgevoerd naar de keuze van de destructiemethode voor verschillende types monsters. Op basis van deze studie *Extractie/destructiemethoden voor de bepaling van zware metalen in vaste monsters* (2002/MIM/R/116, C. Vanhoof en K. Tirez), werd door OVAM besloten om de HF:HNO₃:HCl methode als referentiemethode te weerhouden.

Er wordt voorgesteld om de huidige CMA methode CMA/2/II/A.3 te behouden zonder aanpassingen.

4.9 Besluit

De vergelijkende analyses uitgevoerd volgens de Horizontal ontwerpmethoden en de CMA methoden resulteren voor een aantal parameters (TOC, Kjeldahl-N, Totaal N, Totaal P, NO₃, Metalen (As, Cu, Fe, Mn, Pb, Zn en Hg)) in vergelijkbare resultaten.

Verschillen in analyseresultaten werden bekomen bij die parameters waarbij het meetresultaat operationeel gedefiniëerd wordt. Bijgevolg werden bij volgende parameters significante verschillen waargenomen:

- pH : invloed van extractiemedium
- NH₄ (compost): invloed van extractiemedium
- Destructiemethoden:
 - o Hogere destructierendementen voor Cr en V bij HF:HNO₃:HCl destructie in vergelijking met aqua regia destructie
 - o Hogere destructierendementen, maar monstertype afhankelijk, voor Ni, Co, Cd bij HF:HNO₃:HCl destructie in vergelijking met aqua regia destructie

5 BESLUIT

Binnen het project Horizontal werd een interlaboratorium ringtest georganiseerd voor de validatie van de ontwikkelde ontwerpnormen. Voor de anorganische parameters werd door VITO deelgenomen aan de validatie van de analysemethoden van de volgende anorganische parameters: pH, geleidbaarheid (EC), droge stof (DM), gloeiverlies/asrest (LOI), totaal organische koolstof (TOC), nutriënten: Kjeldahl-N, totaal N, nitraat en ammonium, en spoelementen (Ag, Cd, Cr, As, Co, Cu, Fe, Hg, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Tl, V, Zn en P) na aqua regia destructie en bepaling met zowel ICP-AES als ICP-MS, en AFS (voor Hg).

Naast de analyses in het kader van de validatieronde (conform de nieuw ontwikkelde Horizontal ontwerpnormen) werden eveneens en waar relevant de analyses conform de bestaande CMA methoden uitgevoerd.

De evaluatie van de verschillende parameters werd uitgevoerd op basis van de in juli 2007 beschikbare Horizontal validatieresultaten. Momenteel zijn echter nog herzieningen van deze validatiegegevens lopende. De geformuleerde besluiten zijn steeds gebaseerd op de huidige status van de Horizontal ontwerpmethoden. Bij definitieve goedkeuring van de verschillende Horizontal normmethoden dient geëvalueerd te worden of dezelfde besluiten kunnen behouden blijven of bijstellingen noodzakelijk zijn.

Op basis van de bekomen resultaten wordt een advies verstrekt of de diverse CMA methoden dienen gewijzigd te worden en/of de Horizontal normmethoden resulteren in vergelijkbare resultaten als de referentiemethode. In Tabel 16 is een overzicht gegeven voor de verschillende parameters.

Tabel 16: Advies aanpassingen CMA

Parameter	CMA methode / ISO norm	Advies CMA aanpassing
pH	CMA/2/IV/13 (compost) Zuurtegraad en totaal zout CMA/2/II/A.20 ontwerp (bodem)	Bespreking binnen werkgroep Compost, methoden zijn verschillend. CMA methode blijft conform ISO 10390 omdat KCl uitloging door OVAM werd vastgelegd en deze niet is opgenomen in Horizontal norm.
Geleidbaarheid	CMA/2/IV/6 (compost)+ CMA/2/IV/13 (compost) Zuurtegraad en totaal zout CMA/2/II/A.21 ontwerp (bodem)	Bespreking binnen werkgroep Compost, methoden zijn verschillend. Bij Horizontal wordt extractie uitgevoerd bij 25°C±1°C, in ISO 11265 extractie bij 20°C±1°C, te bespreken.
Droge stof	CMA/2/II/A.1 (vaste en pasteuze stoffen) CMA/2/IV/1(compost)	Vergelijkbaar met Horizontal norm. Bespreking binnen werkgroep Compost, aandachtspunt: bij CMA methode is een 2-staps droging (70°C – 105°C) beschreven.
Gloeiverlies	CMA/2/II/A.2 (vaste en pasteuze stoffen) CMA/2/IV/3 (compost)	Vergelijkbaar met Horizontal norm. Vergelijkbaar met Horizontal norm.
TOC	CMA/2/II/A.7 (vaste en pasteuze stoffen) CMA/2/II/A.10 (bodem) - Dichroomaatmethode	Vergelijkbaar met Horizontal norm. CMA methode blijft behouden zonder aanpassingen, resultaten vergelijkbaar met deze van Horizontal methode.
Kjeldahl-N	CMA/2/II/A.16 (waterbodem)	Vergelijkbare resultaten met Horizontal norm.

Parameter	CMA methode / ISO norm	Advies CMA aanpassing
Totaal N	CMA/2/IV/4 (Compost)	Bespreking binnen werkgroep Compost; Horizontal methode is bijkomende methode, de methode is reeds beschreven in EN13654-2 <i>Bodemverbeterende middelen en groeimedia</i> .
NH ₄ /NO ₃	CMA/2/IV/6 (extractie) en CMA/2/IV/7 (compost) 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 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	Bijkomende besprekingen ivm keuze extractiemedium (H ₂ O of KCl) noodzakelijk binnen werkgroep Compost.
Destructiemethode	CMA/2/II/A.3 (bodem, slib, afval)	CMA methode blijft behouden gezien binnen OVAM beslist werd om de HF:HNO ₃ :HCl destructie toe te passen, geen opname van Horizontal normmethode als referentie.
	CMA/2/IV/6 (compost) CMA/2/IV/6 (compost)-ontwerp 08/2007	Horizontal norm kan toegepast worden mits specificering dat de reflux methode de voorkeur geniet.
Metaalanalysen	CMA/2/I/B.1 (ICP-AES)	Onvoldoende validatiegegevens momenteel ter beschikking, echter op basis van de beschreven methode worden geen significante verschillen verwacht
	ICP-MS, referentie opgenomen in CMA/2/I/B.1	Onvoldoende validatiegegevens momenteel ter beschikking, echter op basis van de beschreven methode worden geen significante verschillen verwacht
Kwik	CMA/2/I/B.3 (AFS)	Vergelijkbaar met Horizontal norm.

**BIJLAGE A OVERZICHT GERAPPORTEERDE RESULTATEN
VOOR DE VALIDATIE VAN DE ONTWERPNORMEN HORIZONTAL**

A.1 Compost 2 bottle 1

Sample: Compost 2 bottle 1

Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 1	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 1						
Measurement 3	< 1						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,589	mg/kg dm	±	0,06	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	0,613						
Measurement 3	0,612						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	27,03	mg/kg dm	±	4,74	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	27,46						
Measurement 3	29,08						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	5,57	mg/kg dm	±	0,88	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	5,46						
Measurement 3	5,63						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	5,23	mg/kg dm	±	0,72	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	4,99						
Measurement 3	5,30						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	42,16	mg/kg dm	±	3,28	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	42,85						
Measurement 3	43,43						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	10477	mg/kg dm	±	939	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	10707						
Measurement 3	10970						
Parameter:	Hg				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,113	mg/kg dm	±	0,02	2	Aqua regia	AFS
Measurement 2	0,096						
Measurement 3	0,107						
Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	466,00	mg/kg dm	±	56	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	459,15						
Measurement 3	470,40						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	15,27	mg/kg dm	±	1,09	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	14,08						
Measurement 3	14,59						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	46,81	mg/kg dm	±	1,6	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	-						
Measurement 3	45,81						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 2	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 2						
Measurement 3	< 2						

Sample: Compost 2 bottle 1

Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	TI				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	21,84	mg/kg dm	±	4,05	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	22,83						
Measurement 3	23,81						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	215,26	mg/kg dm	±	33	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	200,46						
Measurement 3	205,71						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	3280	mg/kg dm	±	296	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	3280						
Measurement 3	3250						
Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,150	mg/kg dm	±	0,15	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,246						
Measurement 3	0,235						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,658	mg/kg dm	±	0,08	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,639						
Measurement 3	0,669						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	25,18	mg/kg dm	±	5,2	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	29,18						
Measurement 3	31,63						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	4,53	mg/kg dm	±	0,62	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	4,94						
Measurement 3	5,09						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	4,33	mg/kg dm	±	0,56	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	4,66						
Measurement 3	4,90						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	37,27	mg/kg dm	±	4,72	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	40,98						
Measurement 3	43,49						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9450	mg/kg dm	±	952	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	10091						
Measurement 3	10444						

Sample: Compost 2 bottle 1

Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	429,65	mg/kg dm	±	40	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	454,45						
Measurement 3	451,49						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	13,913	mg/kg dm	±	1,16	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	14,642						
Measurement 3	15,542						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	47,73	mg/kg dm	±	8,8	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	53,13						
Measurement 3	41,33						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1,35	mg/kg dm	±	0,18	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	1,37						
Measurement 3	1,16						
Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,330	mg/kg dm	±	0,11	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,347						
Measurement 3	0,328						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	20,32	mg/kg dm	±	3,8	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	22,90						
Measurement 3	24,97						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	214,71	mg/kg dm	±	29	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	190,88						
Measurement 3	195,74						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	3081	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	3166						
Measurement 3	3095						
Parameter:	pH - water extraction				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	8,67		±	0,13	2	Water	
Measurement 2	8,58						
Measurement 3	8,73						
Parameter:	pH - CaCl2 0,01 M extraction				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	7,79		±	0,23	2	0,01M CaCl2	
Measurement 2	7,86						
Measurement 3	7,71						
Parameter:	EC (Specific Electrical Conductivity)				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	287,8	mS/m	±	12,4	2	Water	
Measurement 2	292,8						
Measurement 3	296,0						

Sample: Compost 2 bottle 1

Parameter:	Dry matter				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	91,25	%	±	1,4	2		Oven 105°C
Measurement 2	91,21						
Measurement 3	92,91						
Parameter:	Loss on ignition				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	26,25	%	±	3,81	2		Oven 550°C
Measurement 2	29,50						
Measurement 3	28,93						
Parameter:	TOC				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	14,14	% C	±	1,97	2		Method A: indirect (TC-TIC)
Measurement 2	16,34						TC: 1200°C
Measurement 3	14,99						
Parameter:	Kjeldahl-N				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	12206	mg/kg dm	±	852	2		Titrimetric
Measurement 2	13049						
Measurement 3	12568						
Parameter:	Total Nitrogen				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1,333	% N	±	0,047	2		Dumas combustion 850°C
Measurement 2	1,348						
Measurement 3	1,346						
Parameter:	Ammonium-N				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	348	mg NH4-N/kg dm	±	28,7	2	1M KCl	Continuous Flow Analyser
Measurement 2	363						
Measurement 3	365						
Parameter:	Nitrate-N				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	133	mg NO3-N/kg dm	±	20,2	2	1M KCl	Continuous Flow Analyser
Measurement 2	131						
Measurement 3	146						

A.2 Compost 2 bottle 2

Sample: Compost 2 bottle 2

Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 1	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 1						
Measurement 3	< 1						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,644	mg/kg dm	±	0,06	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	0,674						
Measurement 3	0,632						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	32,16	mg/kg dm	±	4,74	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	32,69						
Measurement 3	30,47						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	6,35	mg/kg dm	±	0,88	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	6,36						
Measurement 3	6,34						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	6,03	mg/kg dm	±	0,72	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	5,60						
Measurement 3	5,49						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	46,53	mg/kg dm	±	3,28	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	45,40						
Measurement 3	44,41						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	11491	mg/kg dm	±	939	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	11725						
Measurement 3	11013						
Parameter:	Hg				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,122	mg/kg dm	±	0,02	2	Aqua regia	AFS
Measurement 2	0,112						
Measurement 3	0,097						
Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	533,75	mg/kg dm	±	56	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	500,54						
Measurement 3	481,73						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	15,08	mg/kg dm	±	1,09	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	15,54						
Measurement 3	14,52						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	45,38	mg/kg dm	±	1,6	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	46,83						
Measurement 3	45,04						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 2	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 2						
Measurement 3	< 2						

Sample: Compost 2 bottle 2

Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	26,55	mg/kg dm	±	4,05	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	26,71						
Measurement 3	25,54						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	236,52	mg/kg dm	±	33	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	241,88						
Measurement 3	220,31						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	3610	mg/kg dm	±	296	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	3440						
Measurement 3	3230						
Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,350	mg/kg dm	±	0,15	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,324						
Measurement 3	0,322						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,739	mg/kg dm	±	0,08	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,723						
Measurement 3	0,724						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	32,18	mg/kg dm	±	5,2	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	31,53						
Measurement 3	29,56						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	5,41	mg/kg dm	±	0,62	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	5,24						
Measurement 3	5,23						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	5,17	mg/kg dm	±	0,56	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	4,87						
Measurement 3	4,78						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	43,70	mg/kg dm	±	4,72	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	41,56						
Measurement 3	40,38						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	10463	mg/kg dm	±	952	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	10750						
Measurement 3	10645						

Sample: Compost 2 bottle 2

Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	488,14	mg/kg dm	±	40	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	467,84						
Measurement 3	445,73						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	15,35	mg/kg dm	±	1,16	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	14,78						
Measurement 3	14,63						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	45,39	mg/kg dm	±	8,8	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	45,78						
Measurement 3	41,41						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1,41	mg/kg dm	±	0,18	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	1,31						
Measurement 3	1,35						
Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,453	mg/kg dm	±	0,11	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,391						
Measurement 3	0,431						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	25,49	mg/kg dm	±	3,8	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	24,63						
Measurement 3	23,90						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	221,51	mg/kg dm	±	29	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	227,49						
Measurement 3	206,24						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	3217,26	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	3146,91						
Measurement 3	3029,53						
Parameter:	pH - water extraction				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	8,61		±	0,13	2	Water	
Measurement 2	8,61						
Measurement 3	8,74						
Parameter:	pH - CaCl2 0,01 M extraction				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	7,88		±	0,23	2	0,01M CaCl2	
Measurement 2	7,94						
Measurement 3	7,63						
Parameter:	EC (Specific Electrical Conductivity)				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	279,8	mS/m	±	12,4	2	Water	
Measurement 2	292,8						
Measurement 3	296,0						

Sample: Compost 2 bottle 2

Parameter:	Dry matter				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	91,62	%	±	1,4	2		Oven 105°C
Measurement 2	91,09						
Measurement 3	92,13						
Parameter:	Loss on ignition				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	24,59	%	±	3,81	2		Oven 550°C
Measurement 2	27,58						
Measurement 3	28,99						
Parameter:	TOC				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	16,04	% C	±	1,97	2		Method A: indirect (TC-TIC)
Measurement 2	16,19						TC: 1200°C
Measurement 3	16,91						
Parameter:	Kjeldahl-N				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	12466	mg/kg dm	±	852	2		Titrimetric
Measurement 2	13346						
Measurement 3	12983						
Parameter:	Total Nitrogen				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1,311	% N	±	0,047	2		Dumas combustion 850°C
Measurement 2	1,352						
Measurement 3	1,383						
Parameter:	Ammonium-N				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	338	mg NH4-N/kg dm	±	28,7	2	1M KCl	Continuous Flow Analyser
Measurement 2	363						
Measurement 3	372						
Parameter:	Nitrate-N				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	123	mg NO3-N/kg dm	±	20,2	2	1M KCl	Continuous Flow Analyser
Measurement 2	133						
Measurement 3	150						

A.3 Sludge 1 bottle 1

Sample: Sludge 1 bottle 1

Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9,18	mg/kg dm	±	0,41	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	9,23						
Measurement 3	9,57						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	2,05	mg/kg dm	±	0,22	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	2,07						
Measurement 3	2,23						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	88,85	mg/kg dm	±	7,4	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	81,19						
Measurement 3	87,72						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	8,12	mg/kg dm	±	0,83	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	7,22						
Measurement 3	8,04						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	16,52	mg/kg dm	±	0,66	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	15,51						
Measurement 3	15,97						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	424,19	mg/kg dm	±	34	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	403,20						
Measurement 3	449,32						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	54744	mg/kg dm	±	1548	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	54473						
Measurement 3	53905						
Parameter:	Hg				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1,366	mg/kg dm	±	0,28	2	Aqua regia	AFS
Measurement 2	1,298						
Measurement 3	1,240						
Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	937,56	mg/kg dm	±	57	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	886,31						
Measurement 3	877,11						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	55,49	mg/kg dm	±	3,79	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	51,10						
Measurement 3	54,83						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	154,24	mg/kg dm	±	6,93	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	145,67						
Measurement 3	152,81						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9,05	mg/kg dm	±	0,72	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	9,39						
Measurement 3	9,36						

Sample: Sludge 1 bottle 1

Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	24,52	mg/kg dm	±	0,95	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	24,59						
Measurement 3	24,75						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1397,29	mg/kg dm	±	93	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	1334,47						
Measurement 3	1387,75						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	31400	mg/kg dm	±	1017	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	30700						
Measurement 3	30300						
Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	7,20	mg/kg dm	±	0,83	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	6,97						
Measurement 3	8,05						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	2,18	mg/kg dm	±	0,26	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	2,11						
Measurement 3	2,40						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	81,64	mg/kg dm	±	12	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	86,93						
Measurement 3	93,58						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	7,79	mg/kg dm	±	0,94	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	7,58						
Measurement 3	8,50						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	14,38	mg/kg dm	±	1,3	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	15,05						
Measurement 3	16,29						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	361,92	mg/kg dm	±	27	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	389,30						
Measurement 3	396,51						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	48264	mg/kg dm	±	5818	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	54001						
Measurement 3	57122						

Sample: Sludge 1 bottle 1

Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	845,81	mg/kg dm	±	77	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	918,19						
Measurement 3	959,62						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	50,96	mg/kg dm	±	6,1	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	53,87						
Measurement 3	58,28						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	157,29	mg/kg dm	±	28	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	117,21						
Measurement 3	124,46						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9,17	mg/kg dm	±	1,11	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	7,93						
Measurement 3	8,85						
Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	4,28	mg/kg dm	±	0,69	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	3,86						
Measurement 3	4,73						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	22,27	mg/kg dm	±	1,9	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	23,62						
Measurement 3	24,07						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1331,41	mg/kg dm	±	145	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	1294,56						
Measurement 3	1496,51						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	29052	mg/kg dm	±	1105	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	30200						
Measurement 3	28806						
Parameter:	pH - water extraction				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	6,93		±	0,15	2	Water	
Measurement 2	6,86						
Measurement 3	6,91						
Parameter:	pH - CaCl2 0,01 M extraction				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	6,74		±	0,09	2	0,01M CaCl2	
Measurement 2	6,75						
Measurement 3	6,67						
Parameter:	EC (Specific Electrical Conductivity)				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	471,8	mS/m	±	12,9	2	Water	
Measurement 2	477,8						
Measurement 3	475,2						

Sample: Sludge 1 bottle 1

Parameter:	Dry matter				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	96,82	%	±	1,32	2		Oven 105°C
Measurement 2	97,07						
Measurement 3	95,62						
Parameter:	Loss on ignition				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	53,23	%	±	1,97	2		Oven 550°C
Measurement 2	53,06						
Measurement 3	55,46						
Parameter:	TOC				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	27,20	% C	±	1,56	2		Method A: indirect (TC-TIC)
Measurement 2	26,62						TC: 1200°C
Measurement 3	26,88						
Parameter:	Kjeldahl-N				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	37668	mg/kg dm	±	1059	2		Titrimetric
Measurement 2	38431						
Measurement 3	38130						
Parameter:	Total Nitrogen				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	3,884	% N	±	0,089	2		Dumas combustion 850°C
Measurement 2	3,952						
Measurement 3	3,857						
Parameter:	Ammonium-N				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	3574	mg NH4-N/kg dm	±	625	2	1M KCl	Continuous Flow Analyser
Measurement 2	3806						
Measurement 3	3811						
Parameter:	Nitrate-N				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	22,6	mg NO3-N/kg dm	±	4,45	2	1M KCl	Continuous Flow Analyser
Measurement 2	19,2						
Measurement 3	19,6						

A.4 Sludge 1 bottle 2

Sample: Sludge 1 bottle 2

Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9,51	mg/kg dm	±	0,41	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	9,71						
Measurement 3	9,51						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	2,29	mg/kg dm	±	0,22	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	2,22						
Measurement 3	2,32						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	81,50	mg/kg dm	±	7,4	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	81,27						
Measurement 3	80,74						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	7,86	mg/kg dm	±	0,83	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	7,36						
Measurement 3	8,21						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	16,19	mg/kg dm	±	0,66	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	15,97						
Measurement 3	16,04						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	415,69	mg/kg dm	±	34	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	418,80						
Measurement 3	439,45						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	54781	mg/kg dm	±	1548	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	56208						
Measurement 3	54470						
Parameter:	Hg				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1,279	mg/kg dm	±	0,28	2	Aqua regia	AFS
Measurement 2	1,641						
Measurement 3	1,362						
Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	919,21	mg/kg dm	±	57	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	949,33						
Measurement 3	902,72						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	50,97	mg/kg dm	±	3,79	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	52,36						
Measurement 3	52,36						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	147,37	mg/kg dm	±	6,93	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	150,01						
Measurement 3	153,20						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	8,41	mg/kg dm	±	0,72	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	9,01						
Measurement 3	8,91						

Sample: Sludge 1 bottle 2

Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	23,88	mg/kg dm	±	0,95	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	25,26						
Measurement 3	24,16						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1466,11	mg/kg dm	±	93	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	1413,65						
Measurement 3	1444,93						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	31100	mg/kg dm	±	1017	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	31400						
Measurement 3	30300						
Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	7,15	mg/kg dm	±	0,83	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	7,44						
Measurement 3	6,93						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	2,46	mg/kg dm	±	0,26	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	2,21						
Measurement 3	2,28						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	80,77	mg/kg dm	±	12	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	88,51						
Measurement 3	77,10						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	7,33	mg/kg dm	±	0,94	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	7,21						
Measurement 3	7,40						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	15,49	mg/kg dm	±	1,3	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	14,84						
Measurement 3	14,90						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	378,44	mg/kg dm	±	27	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	365,31						
Measurement 3	382,71						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	51881	mg/kg dm	±	5818	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	53167						
Measurement 3	53789						

Sample: Sludge 1 bottle 2

Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	907,19	mg/kg dm	±	77	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	897,61						
Measurement 3	887,63						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	52,00	mg/kg dm	±	6,1	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	50,31						
Measurement 3	50,37						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	139,27	mg/kg dm	±	28	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	139,72						
Measurement 3	136,51						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9,07	mg/kg dm	±	1,11	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	8,13						
Measurement 3	8,06						
Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	4,04	mg/kg dm	±	0,69	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	3,96						
Measurement 3	3,82						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	22,39	mg/kg dm	±	1,9	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	21,89						
Measurement 3	21,90						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1317,41	mg/kg dm	±	145	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	1334,58						
Measurement 3	1365,96						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	29676	mg/kg dm	±	1105	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	30023						
Measurement 3	29824						
Parameter:	pH - water extraction				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	7,05		±	0,15	2	Water	
Measurement 2	6,84						
Measurement 3	6,92						
Parameter:	pH - CaCl2 0,01 M extraction				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	6,70		±	0,09	2	0,01M CaCl2	
Measurement 2	6,78						
Measurement 3	6,67						
Parameter:	EC (Specific Electrical Conductivity)				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	473,6	mS/m	±	12,9	2	Water	
Measurement 2	489,9						
Measurement 3	479,3						

Sample: Sludge 1 bottle 2

Parameter:	Dry matter				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	96,67	%	±	1,32	2		Oven 105°C
Measurement 2	96,94						
Measurement 3	95,62						
Parameter:	Loss on ignition				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	53,00	%	±	1,97	2		Oven 550°C
Measurement 2	53,28						
Measurement 3	52,81						
Parameter:	TOC				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	27,69	% C	±	1,56	2		Method A: indirect (TC-TIC)
Measurement 2	28,14						TC: 1200°C
Measurement 3	28,67						
Parameter:	Kjeldahl-N				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	37094	mg/kg dm	±	1059	2		Titrimetric
Measurement 2	38517						
Measurement 3	38050						
Parameter:	Total Nitrogen				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	3,844	% N	±	0,089	2		Dumas combustion 850°C
Measurement 2	3,926						
Measurement 3	3,937						
Parameter:	Ammonium-N				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	3624	mg NH4-N/kg dm	±	625	2	1M KCl	Continuous Flow Analyser
Measurement 2	4448						
Measurement 3	3835						
Parameter:	Nitrate-N				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	24,2	mg NO3-N/kg dm	±	4,45	2	1M KCl	Continuous Flow Analyser
Measurement 2	19,0						
Measurement 3	19,1						

A.5 Sludge 2 bottle 1

Sample: Sludge 2 bottle 1

Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	7,07	mg/kg dm	±	0,27	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	7,09						
Measurement 3	7,28						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	2,74	mg/kg dm	±	0,19	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	2,71						
Measurement 3	2,82						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	79,42	mg/kg dm	±	7,89	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	69,07						
Measurement 3	69,15						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9,63	mg/kg dm	±	0,53	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	9,12						
Measurement 3	9,67						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	12,35	mg/kg dm	±	0,51	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	11,56						
Measurement 3	12,00						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	470,63	mg/kg dm	±	33	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	438,58						
Measurement 3	475,94						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	53704	mg/kg dm	±	964	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	53822						
Measurement 3	53269						
Parameter:	Hg				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,740	mg/kg dm	±	0,06	2	Aqua regia	AFS
Measurement 2	0,741						
Measurement 3	0,731						
Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1492,22	mg/kg dm	±	76	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	1408,32						
Measurement 3	1398,40						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	47,17	mg/kg dm	±	3,64	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	43,06						
Measurement 3	43,06						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	87,04	mg/kg dm	±	4,39	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	86,57						
Measurement 3	89,73						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	11,20	mg/kg dm	±	1,25	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	11,69						
Measurement 3	11,07						

Sample: Sludge 2 bottle 1

Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	47,99	mg/kg dm	±	1,26	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	47,22						
Measurement 3	47,67						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	904,41	mg/kg dm	±	43	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	864,64						
Measurement 3	890,98						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	26100	mg/kg dm	±	1073	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	25400						
Measurement 3	24800						
Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	5,14	mg/kg dm	±	0,34	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	5,12						
Measurement 3	5,48						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	2,90	mg/kg dm	±	0,29	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	2,55						
Measurement 3	2,83						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	76,48	mg/kg dm	±	7,9	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	73,58						
Measurement 3	72,57						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	8,22	mg/kg dm	±	0,96	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	8,44						
Measurement 3	8,72						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	11,11	mg/kg dm	±	0,85	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	10,98						
Measurement 3	12,06						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	385,68	mg/kg dm	±	44	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	430,55						
Measurement 3	453,85						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	47357	mg/kg dm	±	6260	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	53710						
Measurement 3	56356						

Sample: Sludge 2 bottle 1

Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1335,30	mg/kg dm	±	148	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	1444,09						
Measurement 3	1543,92						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	46,46	mg/kg dm	±	4,0	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	45,18						
Measurement 3	45,23						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	86,34	mg/kg dm	±	8,5	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	73,15						
Measurement 3	79,79						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	10,30	mg/kg dm	±	1,2	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	8,75						
Measurement 3	9,64						
Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	2,33	mg/kg dm	±	0,58	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	2,30						
Measurement 3	2,55						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	43,65	mg/kg dm	±	3,5	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	46,55						
Measurement 3	47,21						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	793,51	mg/kg dm	±	34	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	796,72						
Measurement 3	-						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	24631	mg/kg dm	±	1089	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	24125						
Measurement 3	23383						
Parameter:	pH - water extraction				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	7,76		±	0,13	2	Water	
Measurement 2	7,63						
Measurement 3	7,75						
Parameter:	pH - CaCl2 0,01 M extraction				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	7,29		±	0,14	2	0,01M CaCl2	
Measurement 2	7,28						
Measurement 3	7,14						
Parameter:	EC (Specific Electrical Conductivity)				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	551,3	mS/m	±	9,6	2	Water	
Measurement 2	-						
Measurement 3	-						

Sample: Sludge 2 bottle 1

Parameter:	Dry matter				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	95,51	%	±	0,82	2		Oven 105°C
Measurement 2	95,78						
Measurement 3	94,91						
Parameter:	Loss on ignition				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	44,88	%	±	0,55	2		Oven 550°C
Measurement 2	44,24						
Measurement 3	44,57						
Parameter:	TOC				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	22,04	% C	±	1,58	2		Method A: indirect (TC-TIC)
Measurement 2	23,03						TC: 1200°C
Measurement 3	22,39						
Parameter:	Kjeldahl-N				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	34504	mg/kg dm	±	596	2		Titrimetric
Measurement 2	34840						
Measurement 3	34781						
Parameter:	Total Nitrogen				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	3,476	% N	±	0,181	2		Dumas combustion 850°C
Measurement 2	3,578						
Measurement 3	3,654						
Parameter:	Ammonium-N				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	6292	mg NH4-N/kg dm	±	334	2	1M KCl	Continuous Flow Analyser
Measurement 2	6264						
Measurement 3	6457						
Parameter:	Nitrate-N				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	7,24	mg NO3-N/kg dm	±	1,71	2	1M KCl	Continuous Flow Analyser
Measurement 2	5,90						
Measurement 3	6,04						

A.6 Sludge 2 bottle 2

Sample: Sludge 2 bottle 2

Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	7,22	mg/kg dm	±	0,27	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	7,14						
Measurement 3	7,43						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	2,61	mg/kg dm	±	0,19	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	2,81						
Measurement 3	2,87						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	70,40	mg/kg dm	±	7,89	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	70,41						
Measurement 3	70,37						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9,17	mg/kg dm	±	0,53	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	9,16						
Measurement 3	9,60						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	11,96	mg/kg dm	±	0,51	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	12,07						
Measurement 3	12,04						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	464,26	mg/kg dm	±	33	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	476,85						
Measurement 3	486,20						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	53946	mg/kg dm	±	964	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	54330						
Measurement 3	52988						
Parameter:	Hg				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,765	mg/kg dm	±	0,06	2	Aqua regia	AFS
Measurement 2	0,783						
Measurement 3	0,808						
Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1458,77	mg/kg dm	±	76	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	1474,38						
Measurement 3	1423,62						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	41,92	mg/kg dm	±	3,64	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	44,63						
Measurement 3	43,71						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	85,66	mg/kg dm	±	4,39	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	90,09						
Measurement 3	90,99						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	10,95	mg/kg dm	±	1,25	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	11,91						
Measurement 3	10,13						

Sample: Sludge 2 bottle 2

Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	47,40	mg/kg dm	±	1,26	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	48,99						
Measurement 3	47,67						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	925,38	mg/kg dm	±	43	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	915,00						
Measurement 3	887,81						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	25400	mg/kg dm	±	1073	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	25500						
Measurement 3	24600						
Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	5,40	mg/kg dm	±	0,34	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	5,51						
Measurement 3	5,28						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	2,62	mg/kg dm	±	0,29	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	2,78						
Measurement 3	2,66						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	75,41	mg/kg dm	±	7,9	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	66,42						
Measurement 3	68,44						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9,59	mg/kg dm	±	0,96	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	8,73						
Measurement 3	8,43						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	11,07	mg/kg dm	±	0,85	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	11,36						
Measurement 3	10,91						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	421,80	mg/kg dm	±	44	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	421,37						
Measurement 3	416,43						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	50504	mg/kg dm	±	6260	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	50273						
Measurement 3	52717						

Sample: Sludge 2 bottle 2

Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1432,57	mg/kg dm	±	148	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	1358,10						
Measurement 3	1398,32						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	43,12	mg/kg dm	±	4,0	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	41,15						
Measurement 3	42,42						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	77,92	mg/kg dm	±	8,5	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	78,51						
Measurement 3	79,73						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	10,27	mg/kg dm	±	1,2	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	9,75						
Measurement 3	9,24						
Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	3,08	mg/kg dm	±	0,58	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	2,70						
Measurement 3	2,46						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	45,44	mg/kg dm	±	3,5	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	42,70						
Measurement 3	44,15						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	827,59	mg/kg dm	±	34	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	830,06						
Measurement 3	808,67						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	23454	mg/kg dm	±	1089	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	23195						
Measurement 3	23548						
Parameter:	pH - water extraction				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	7,74		±	0,13	2	Water	
Measurement 2	7,66						
Measurement 3	7,80						
Parameter:	pH - CaCl2 0,01 M extraction				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	7,29		±	0,14	2	0,01M CaCl2	
Measurement 2	7,27						
Measurement 3	7,15						
Parameter:	EC (Specific Electrical Conductivity)				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	558,0	mS/m	±	9,6	2	Water	
Measurement 2	-						
Measurement 3	-						

Sample: Sludge 2 bottle 2

Parameter:	Dry matter				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	95,52	%	±	0,82	2		Oven 105°C
Measurement 2	95,76						
Measurement 3	94,85						
Parameter:	Loss on ignition				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	44,77	%	±	0,55	2		Oven 550°C
Measurement 2	44,34						
Measurement 3	44,88						
Parameter:	TOC				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	23,08	% C	±	1,58	2		Method A: indirect (TC-TIC)
Measurement 2	20,96						TC: 1200°C
Measurement 3	21,92						
Parameter:	Kjeldahl-N				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	34818	mg/kg dm	±	596	2		Titrimetric
Measurement 2	35395						
Measurement 3	34701						
Parameter:	Total Nitrogen				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	3,497	% N	±	0,181	2		Dumas combustion 850°C
Measurement 2	3,592						
Measurement 3	3,714						
Parameter:	Ammonium-N				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	6732	mg NH4-N/kg dm	±	334	2	1M KCl	Continuous Flow Analyser
Measurement 2	6410						
Measurement 3	6406						
Parameter:	Nitrate-N				Cov. factor	Extraction	Technique
Measurement 1	7,86	mg NO3-N/kg dm	±	1,71	2	1M KCl	Continuous Flow Analyser
Measurement 2	5,81						
Measurement 3	6,03						

A.7 Soil 1 bottle 1

Sample: Soil 1 bottle 1

Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 1	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 1						
Measurement 3	< 1						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	69,24	mg/kg dm	±	4,28	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	65,23						
Measurement 3	67,24						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	26,38	mg/kg dm	±	1,37	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	24,81						
Measurement 3	24,44						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	10,70	mg/kg dm	±	0,64	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	10,08						
Measurement 3	10,23						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	30,14	mg/kg dm	±	1,18	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	30,03						
Measurement 3	29,42						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	27654	mg/kg dm	±	791	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	27708						
Measurement 3	27205						
Parameter:	Hg				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,077	mg/kg dm	±	0,006	2	Aqua regia	AFS
Measurement 2	0,082						
Measurement 3	0,075						
Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	603,10	mg/kg dm	±	37	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	556,75						
Measurement 3	558,26						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	37,14	mg/kg dm	±	2,42	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	35,47						
Measurement 3	35,83						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	23,77	mg/kg dm	±	1,2	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	23,44						
Measurement 3	23,57						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 2	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 2						
Measurement 3	< 2						

Sample: Soil 1 bottle 1

Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	68,54	mg/kg dm	±	3,6	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	67,28						
Measurement 3	68,29						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	93,91	mg/kg dm	±	6,38	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	84,44						
Measurement 3	87,19						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	792	mg/kg dm	±	36,8	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	774						
Measurement 3	743						
Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,443	mg/kg dm	±	0,04	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,471						
Measurement 3	0,434						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,225	mg/kg dm	±	0,02	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,238						
Measurement 3	0,247						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	63,62	mg/kg dm	±	2,4	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	63,72						
Measurement 3	64,52						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	23,40	mg/kg dm	±	2,2	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	21,59						
Measurement 3	22,11						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	10,67	mg/kg dm	±	0,32	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	10,76						
Measurement 3	10,85						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	25,57	mg/kg dm	±	0,54	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	25,48						
Measurement 3	25,36						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	25666	mg/kg dm	±	804	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	26013						
Measurement 3	26398						

Sample: Soil 1 bottle 1

Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	561,66	mg/kg dm	±	23	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	539,32						
Measurement 3	545,19						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	34,52	mg/kg dm	±	1,08	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	33,95						
Measurement 3	34,70						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	29,22	mg/kg dm	±	3,0	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	28,96						
Measurement 3	27,10						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1,36	mg/kg dm	±	0,22	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	1,22						
Measurement 3	1,24						
Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,244	mg/kg dm	±	0,08	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,236						
Measurement 3	0,133						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	62,25	mg/kg dm	±	3,5	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	62,46						
Measurement 3	62,04						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	81,42	mg/kg dm	±	7,8	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	82,60						
Measurement 3	81,83						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	770	mg/kg dm	±	44	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	767						
Measurement 3	731						

A.8 Soil 1 bottle 2

Sample: Soil 1 bottle 2

Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 1	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 1						
Measurement 3	< 1						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	67,77	mg/kg dm	±	4,28	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	69,68						
Measurement 3	71,35						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	25,45	mg/kg dm	±	1,37	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	25,21						
Measurement 3	24,82						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	10,24	mg/kg dm	±	0,64	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	10,91						
Measurement 3	10,52						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	29,03	mg/kg dm	±	1,18	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	30,50						
Measurement 3	29,18						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	27703	mg/kg dm	±	791	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	28355						
Measurement 3	27362						
Parameter:	Hg				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,076	mg/kg dm	±	0,006	2	Aqua regia	AFS
Measurement 2	0,073						
Measurement 3	0,076						
Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	593,66	mg/kg dm	±	37	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	579,82						
Measurement 3	574,55						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	34,57	mg/kg dm	±	2,42	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	37,16						
Measurement 3	37,71						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	22,61	mg/kg dm	±	1,2	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	24,18						
Measurement 3	24,27						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 2	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 2						
Measurement 3	< 2						

Sample: Soil 1 bottle 2

Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	69,80	mg/kg dm	±	3,6	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	72,07						
Measurement 3	70,98						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	86,57	mg/kg dm	±	6,38	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	88,78						
Measurement 3	88,53						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	766	mg/kg dm	±	36,8	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	765						
Measurement 3	745						
Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,429	mg/kg dm	±	0,04	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,405						
Measurement 3	0,418						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,246	mg/kg dm	±	0,02	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,244						
Measurement 3	0,242						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	65,45	mg/kg dm	±	2,4	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	66,47						
Measurement 3	65,98						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	19,97	mg/kg dm	±	2,2	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	21,93						
Measurement 3	21,30						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	11,00	mg/kg dm	±	0,32	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	10,76						
Measurement 3	10,52						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	24,87	mg/kg dm	±	0,54	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	25,33						
Measurement 3	25,60						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	26030	mg/kg dm	±	804	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	26564						
Measurement 3	25525						

Sample: Soil 1 bottle 2

Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	553,14	mg/kg dm	±	23	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	564,69						
Measurement 3	537,60						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	34,23	mg/kg dm	±	1,08	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	34,88						
Measurement 3	35,50						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	28,83	mg/kg dm	±	3,0	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	25,33						
Measurement 3	27,52						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	1,52	mg/kg dm	±	0,22	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	1,38						
Measurement 3	1,38						
Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,198	mg/kg dm	±	0,08	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,197						
Measurement 3	0,201						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	65,07	mg/kg dm	±	3,5	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	65,81						
Measurement 3	65,29						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	72,80	mg/kg dm	±	7,8	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	80,95						
Measurement 3	83,72						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	758	mg/kg dm	±	44	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	764						
Measurement 3	717						

A.9 Soil 2 bottle 1

Sample: Soil 2 bottle 1

Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 1	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 1						
Measurement 3	< 1						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	24,64	mg/kg dm	±	4,78	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	23,27						
Measurement 3	23,70						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9,10	mg/kg dm	±	0,51	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	8,82						
Measurement 3	8,98						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	3,43	mg/kg dm	±	0,62	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	2,99						
Measurement 3	3,08						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9,91	mg/kg dm	±	0,6	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	9,89						
Measurement 3	10,08						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	8986	mg/kg dm	±	471	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	8981						
Measurement 3	9192						
Parameter:	Hg				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,055	mg/kg dm	±	0,005	2	Aqua regia	AFS
Measurement 2	0,053						
Measurement 3	0,051						
Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	445,19	mg/kg dm	±	31	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	415,80						
Measurement 3	425,56						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	4,86	mg/kg dm	±	0,62	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	4,69						
Measurement 3	4,75						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	28,67	mg/kg dm	±	0,88	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	27,68						
Measurement 3	28,01						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 2	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 2						
Measurement 3	< 2						

Sample: Soil 2 bottle 1

Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	43,01	mg/kg dm	±	5,34	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	41,21						
Measurement 3	42,00						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	60,21	mg/kg dm	±	5,05	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	60,27						
Measurement 3	62,01						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	863	mg/kg dm	±	72,5	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	841						
Measurement 3	802						
Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,285	mg/kg dm	±	0,19	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,275						
Measurement 3	0,250						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,450	mg/kg dm	±	0,07	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,447						
Measurement 3	0,413						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	23,07	mg/kg dm	±	5,2	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	22,30						
Measurement 3	22,93						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	8,16	mg/kg dm	±	1,0	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	7,29						
Measurement 3	7,91						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	2,38	mg/kg dm	±	0,23	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	2,38						
Measurement 3	2,27						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9,06	mg/kg dm	±	0,83	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	9,16						
Measurement 3	8,60						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	7991	mg/kg dm	±	618	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	8383						
Measurement 3	8259						

Sample: Soil 2 bottle 1

Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	405,22	mg/kg dm	±	30	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	400,63						
Measurement 3	389,08						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	4,80	mg/kg dm	±	0,68	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	4,71						
Measurement 3	4,61						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	32,11	mg/kg dm	±	2,3	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	31,56						
Measurement 3	31,21						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,547	mg/kg dm	±	0,07	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,481						
Measurement 3	0,477						
Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,271	mg/kg dm	±	0,06	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,245						
Measurement 3	0,224						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	40,44	mg/kg dm	±	6,3	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	39,15						
Measurement 3	39,42						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	52,93	mg/kg dm	±	9,2	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	54,32						
Measurement 3	44,46						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	725	mg/kg dm	±	61	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	796						
Measurement 3	784						

A.10 Soil 2 bottle 2

Sample: Soil 2 bottle 2

Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 1	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 1						
Measurement 3	< 1						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	19,30	mg/kg dm	±	4,78	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	19,45						
Measurement 3	20,09						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	8,39	mg/kg dm	±	0,51	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	8,61						
Measurement 3	8,76						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	2,72	mg/kg dm	±	0,62	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	2,58						
Measurement 3	2,74						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9,22	mg/kg dm	±	0,6	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	9,67						
Measurement 3	9,81						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	9297	mg/kg dm	±	471	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	8669						
Measurement 3	8791						
Parameter:	Hg				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,051	mg/kg dm	±	0,005	2	Aqua regia	AFS
Measurement 2	0,050						
Measurement 3	0,047						
Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	400,44	mg/kg dm	±	31	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	409,96						
Measurement 3	411,54						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	4,00	mg/kg dm	±	0,62	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	4,45						
Measurement 3	4,42						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	27,65	mg/kg dm	±	0,88	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	28,03						
Measurement 3	28,61						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 2	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 2						
Measurement 3	< 2						

Sample: Soil 2 bottle 2

Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	< 5						
Measurement 3	< 5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	37,02	mg/kg dm	±	5,34	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	37,76						
Measurement 3	37,20						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	57,70	mg/kg dm	±	5,05	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	60,80						
Measurement 3	65,34						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	791	mg/kg dm	±	72,5	2	Aqua regia	ICP-AES
Measurement 2	789						
Measurement 3	766						
Parameter:	Ag				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,073	mg/kg dm	±	0,19	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,089						
Measurement 3	0,128						
Parameter:	Cd				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,400	mg/kg dm	±	0,07	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,410						
Measurement 3	0,395						
Parameter:	Cr				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	18,14	mg/kg dm	±	5,2	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	17,60						
Measurement 3	18,36						
Parameter:	As				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	6,76	mg/kg dm	±	1,0	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	7,29						
Measurement 3	7,73						
Parameter:	Co				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	2,14	mg/kg dm	±	0,23	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	2,11						
Measurement 3	2,21						
Parameter:	Cu				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	8,11	mg/kg dm	±	0,83	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	8,31						
Measurement 3	8,49						
Parameter:	Fe				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	7592	mg/kg dm	±	618	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	7898						
Measurement 3	7694						

Sample: Soil 2 bottle 2

Parameter:	Mn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	372,42	mg/kg dm	±	30	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	375,10						
Measurement 3	370,60						
Parameter:	Ni				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	4,03	mg/kg dm	±	0,68	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	4,12						
Measurement 3	4,17						
Parameter:	Pb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	30,54	mg/kg dm	±	2,3	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	28,96						
Measurement 3	30,11						
Parameter:	Sb				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,486	mg/kg dm	±	0,07	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,437						
Measurement 3	0,490						
Parameter:	Se				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	0,202	mg/kg dm	±	0,06	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	0,245						
Measurement 3	0,297						
Parameter:	Tl				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	< 0,5	mg/kg dm	±		2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	< 0,5						
Measurement 3	< 0,5						
Parameter:	V				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	33,72	mg/kg dm	±	6,3	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	33,77						
Measurement 3	34,31						
Parameter:	Zn				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	45,99	mg/kg dm	±	9,2	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	49,84						
Measurement 3	55,72						
Parameter:	P				Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1	738	mg/kg dm	±	61	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2	726						
Measurement 3	743						

A.11 AQC sample digest aqua regia

Sample: AQC sample digest aqua regia

Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Ag	46	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Cd	10	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Cr	377	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	As	43	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Co	80	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Cu	2190	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Fe	270000	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Hg	7,204 7,269 7,077	µg/l	±	0,195	Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique AFS
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Mn	4720	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Ni	274	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Pb	763	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Sb	47	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES

Sample: AQC sample digest aqua regia

Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Se < 20		µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Tl < 20		µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	V	106	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Zn	7060	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	P	163000	µg/l	±		Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique ICP-AES
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Ag	36,37 33,55 37,79	µg/l	±	4,3	Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique HR-ICP-MS
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Cd	10,76 10,55 10,56	µg/l	±	0,24	Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique HR-ICP-MS
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Cr	338,33 335,89 341,05	µg/l	±	5,1	Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique HR-ICP-MS
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	As	35,80 33,24 35,15	µg/l	±	2,6	Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique HR-ICP-MS
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Co	70,80 70,29 68,30	µg/l	±	2,6	Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique HR-ICP-MS
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Cu	1846,62 1807,13 1704,48	µg/l	±	147	Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique HR-ICP-MS
Parameter: Measurement 1 Measurement 2 Measurement 3	Fe	228013 242435 246603	µg/l	±	19508	Cov. factor 2	Digestion Aqua regia	Technique HR-ICP-MS

Sample: AQC sample digest aqua regia

Parameter:	Mn					Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1		4125,96	µg/l	±	64	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2		4095,48						
Measurement 3		4061,98						
Parameter:	Ni					Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1		249,81	µg/l	±	2,4	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2		248,14						
Measurement 3		250,43						
Parameter:	Pb					Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1		759,82	µg/l	±	41	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2		791,02						
Measurement 3		751,77						
Parameter:	Sb					Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1		42,86	µg/l	±	4,8	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2		38,48						
Measurement 3		39,09						
Parameter:	Se					Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1		18,34	µg/l	±	1,6	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2		18,86						
Measurement 3		19,93						
Parameter:	Tl					Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1			µg/l	±		2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2								
Measurement 3								
Parameter:	V					Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1		97,80	µg/l	±	3,0	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2		95,98						
Measurement 3		94,77						
Parameter:	Zn					Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1		6318,72	µg/l	±	150	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2		6222,93						
Measurement 3		6371,47						
Parameter:	P					Cov. factor	Digestion	Technique
Measurement 1		148410	µg/l	±	2499	2	Aqua regia	HR-ICP-MS
Measurement 2								
Measurement 3		146643						

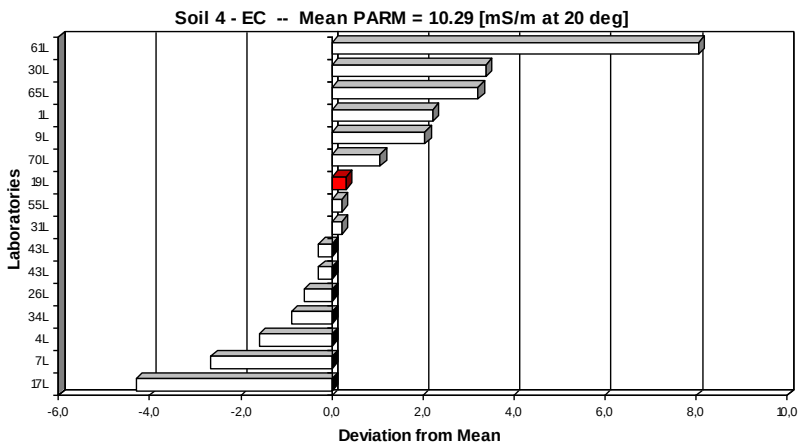
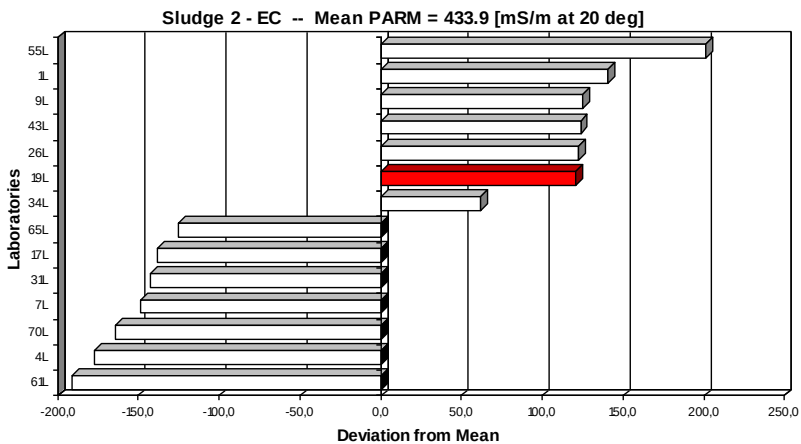
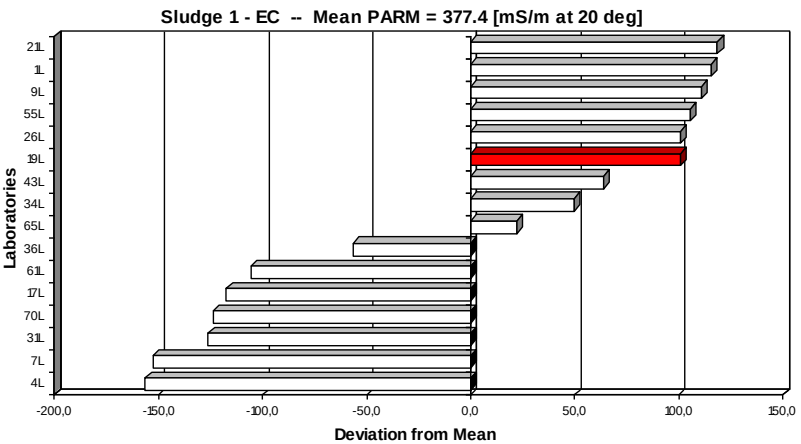
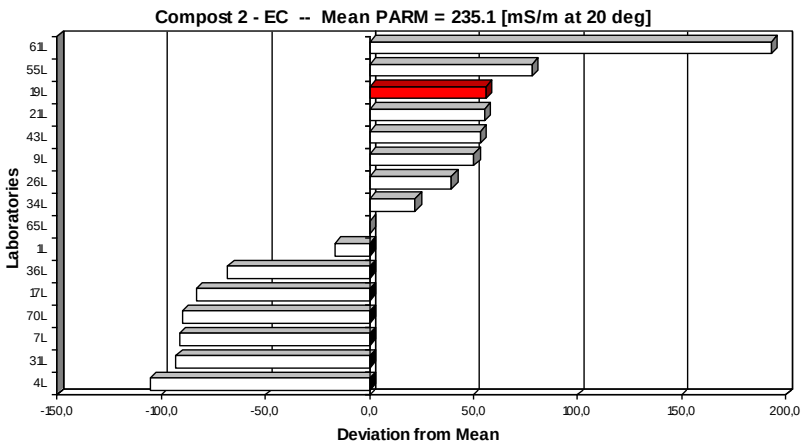
BIJLAGE B GRAFISCHE WEERGAVE VAN DE VERWERKTE VALIDATIERESULTATEN

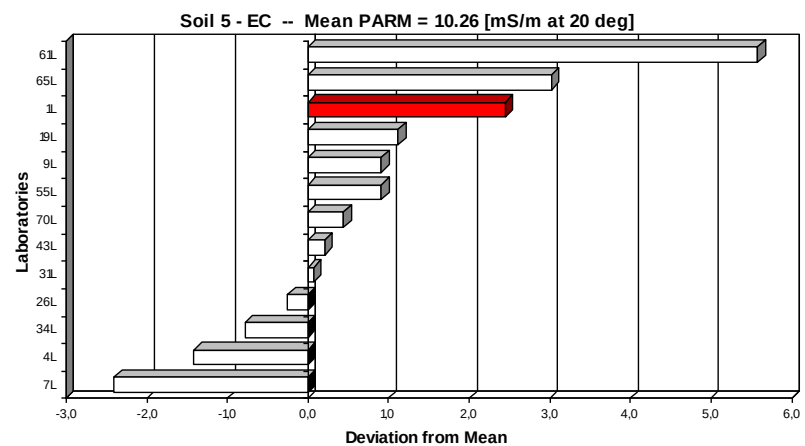
In deze bijlage wordt voor de verschillende parameters per monstertype de grafische verwerking weergegeven. In de Y-as worden de verschillende laboratoria vermeld, terwijl de X-as de absolute afwijking weergeeft t.o.v. het gemiddelde van alle laboresultaten voor het betreffende monster. Het bekomen gemiddelde (uitschieters verwijderd) staat telkens vermeld in de titel van de figuur. De bekomen resultaten van VITO zijn weergegeven in het rood.

De gerapporteerde resultaten van VITO voor de parameter pH (in CaCl_2 en H_2O) werden niet opgenomen in de verwerking. Bijgevolg kunnen geen grafieken getoond worden.

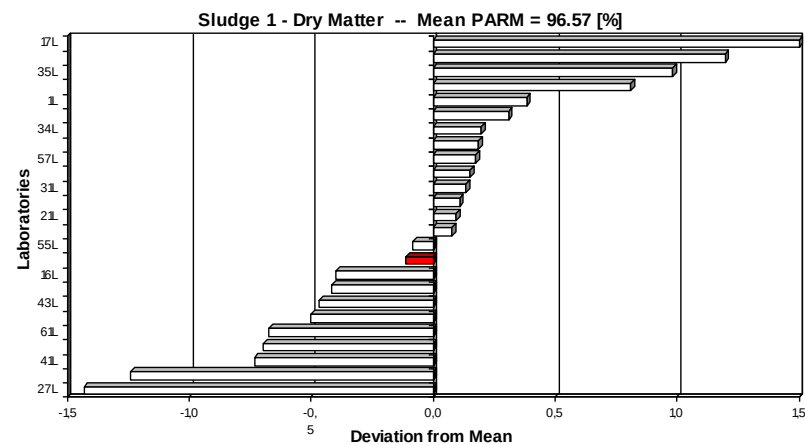
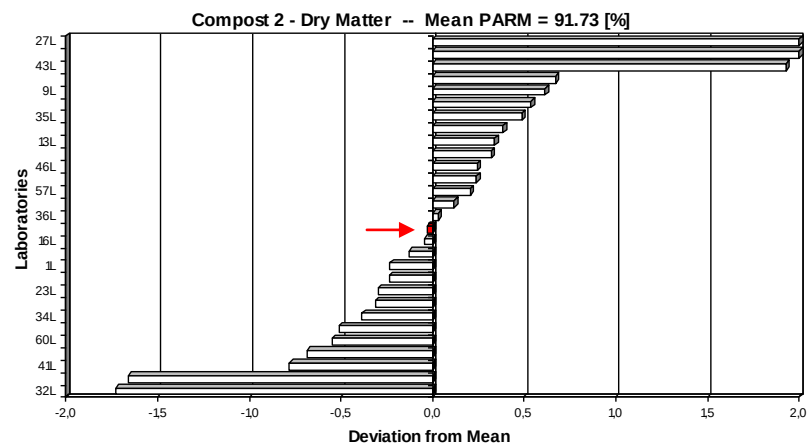
Bij de verwerking van de resultaten van de element analyses werden de VITO resultaten bekomen met ICP-AES en met HR-ICP-MS niet afzonderlijk verwerkt, maar werd telkens per parameter en per monster het gemiddelde berekend.

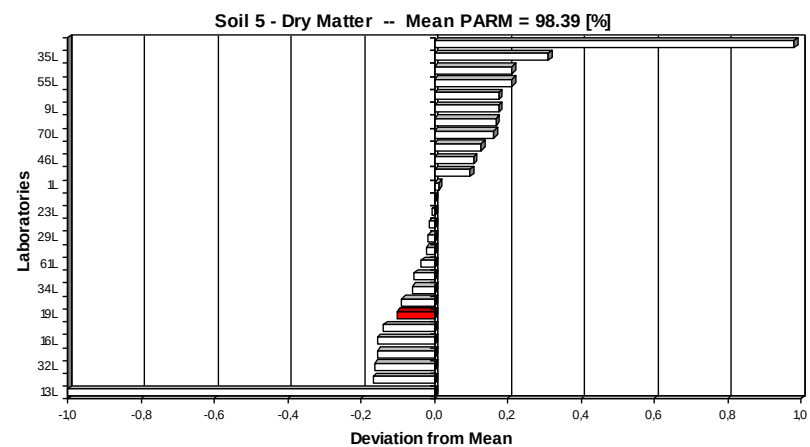
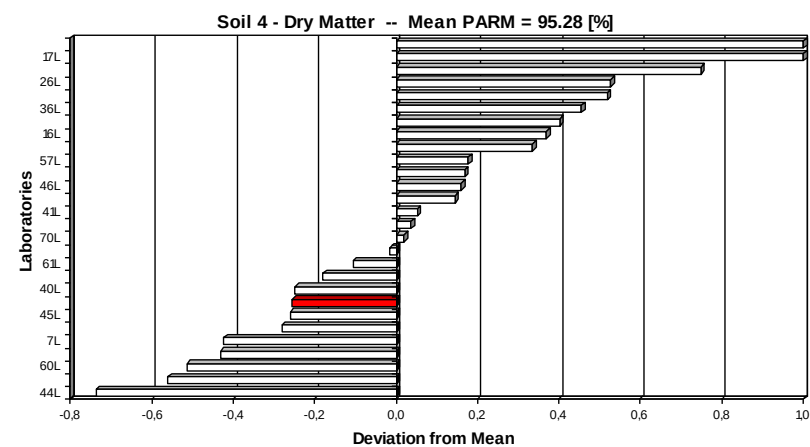
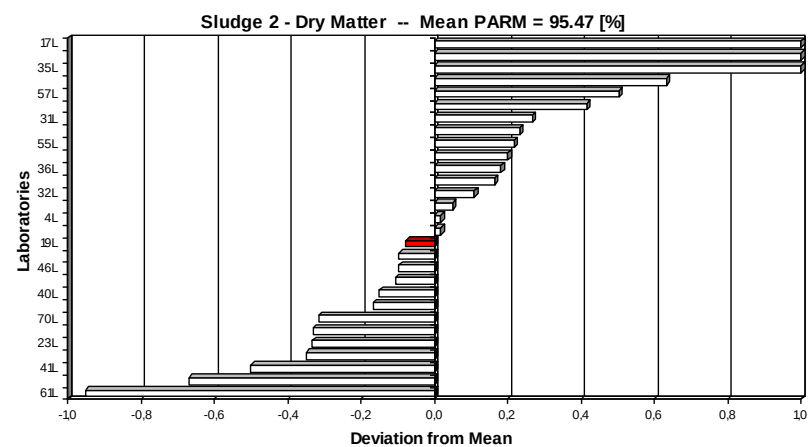
B.1 Parameter geleidbaarheid



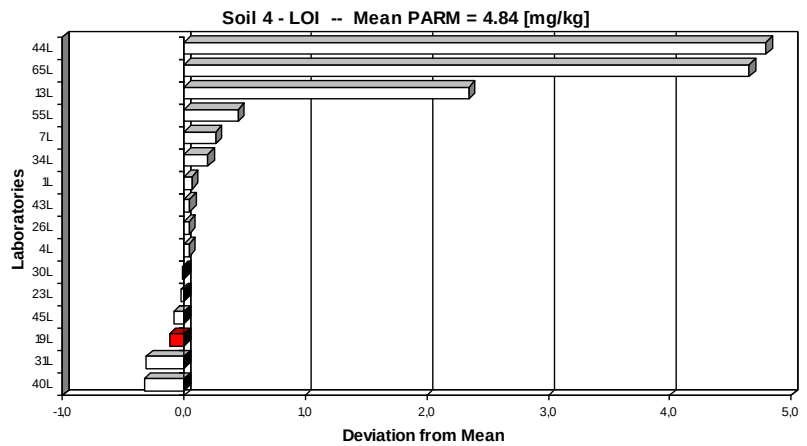
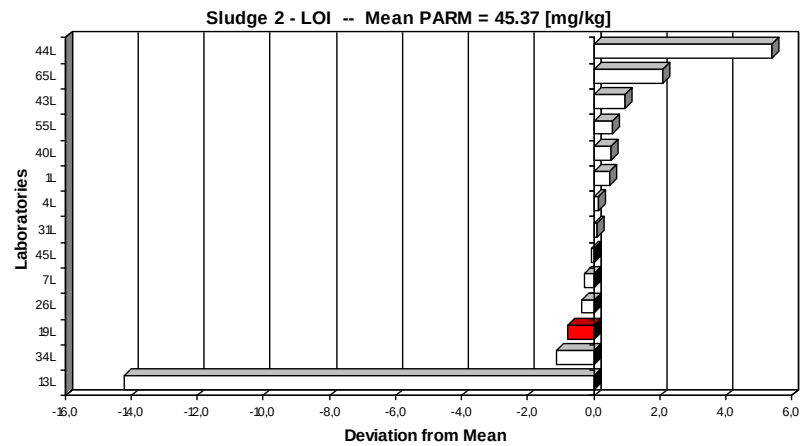
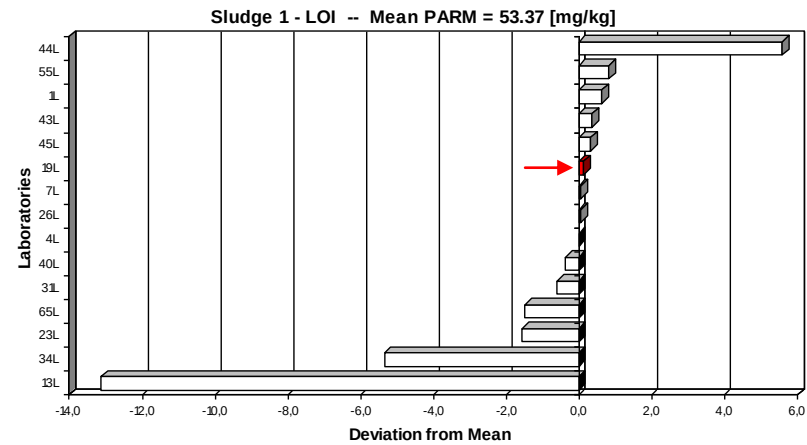
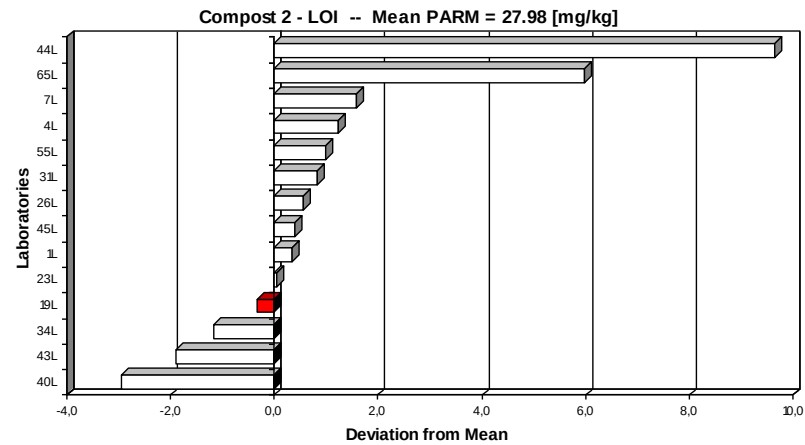


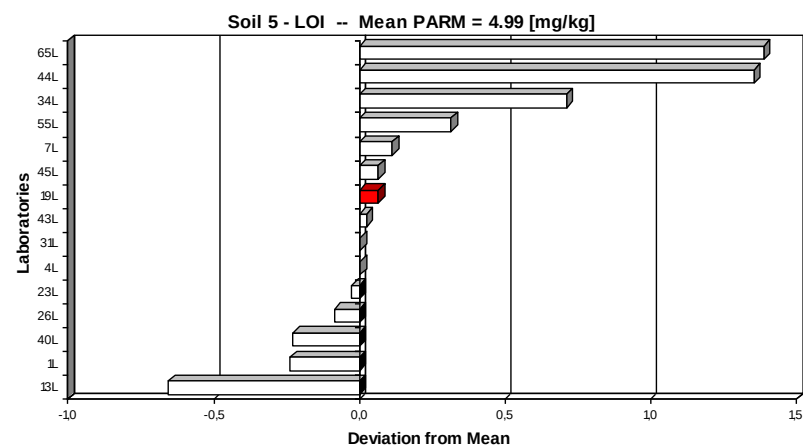
B.2 Parameter Droge stof



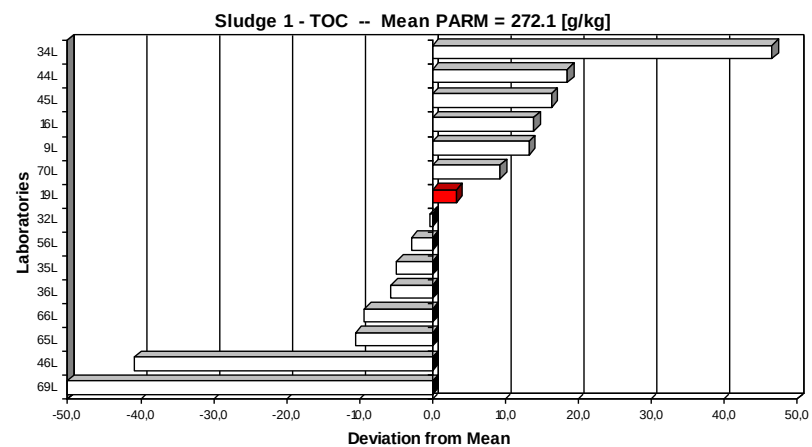
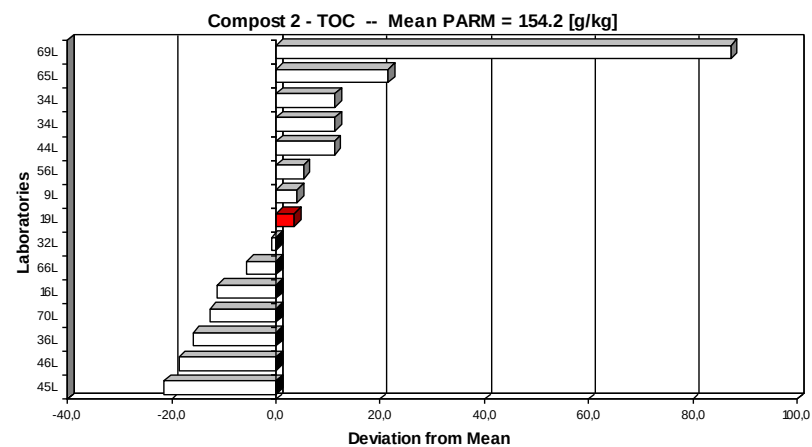


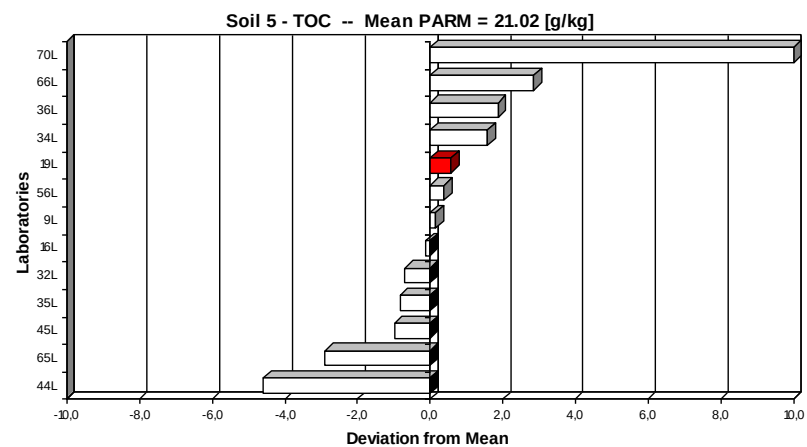
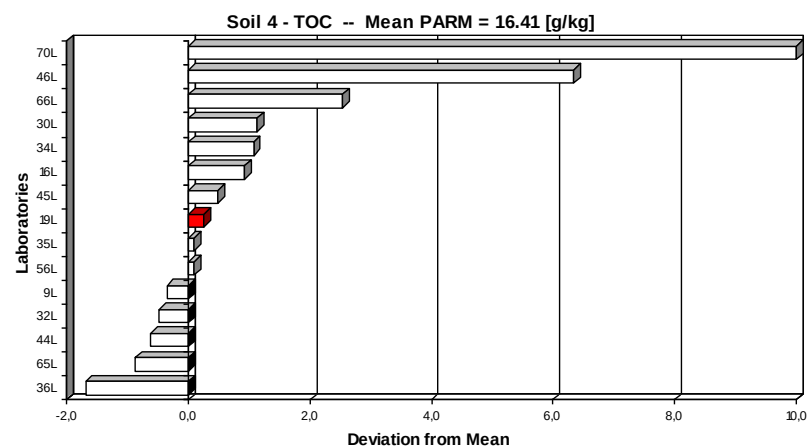
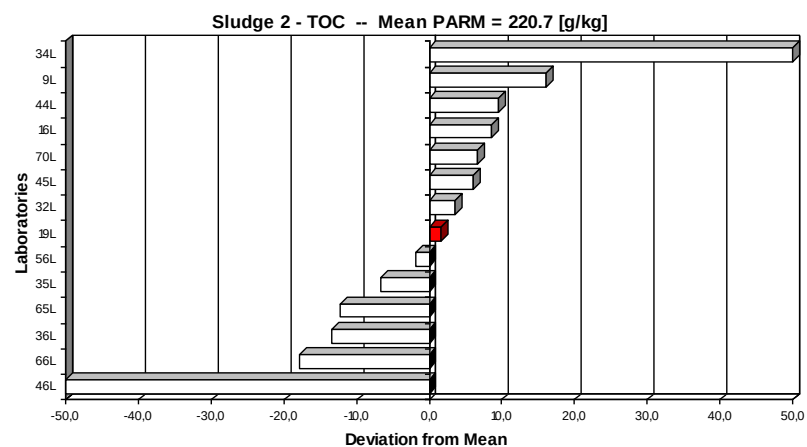
B.3 Parameter gloeiverlies (LOI)



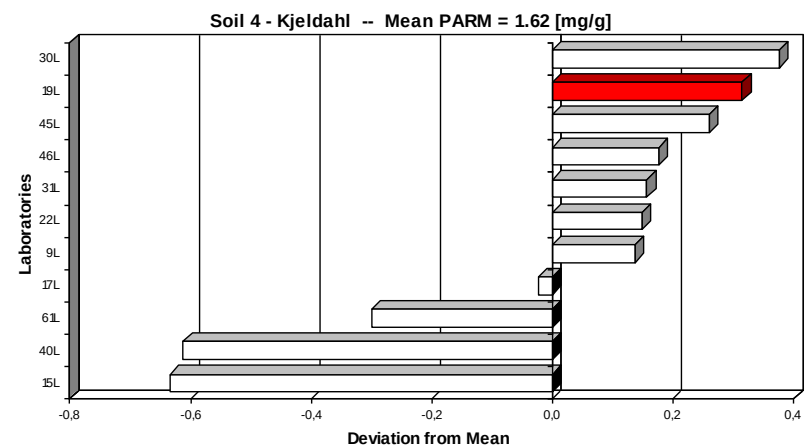
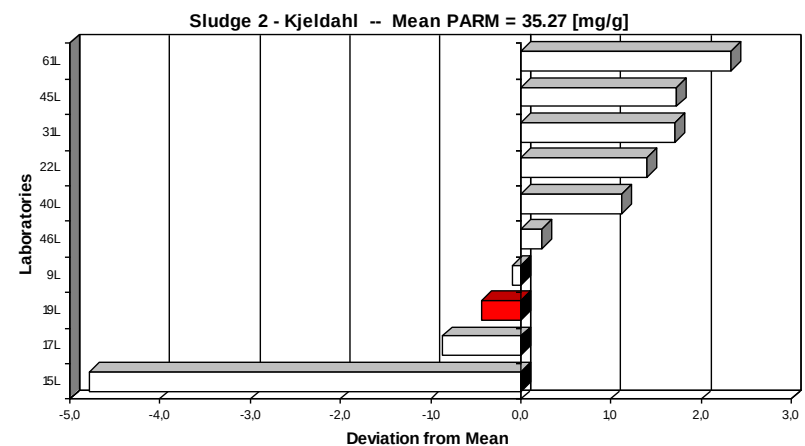
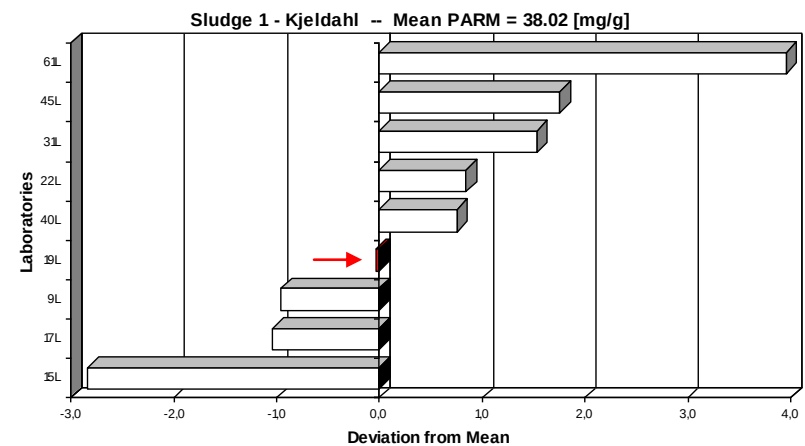
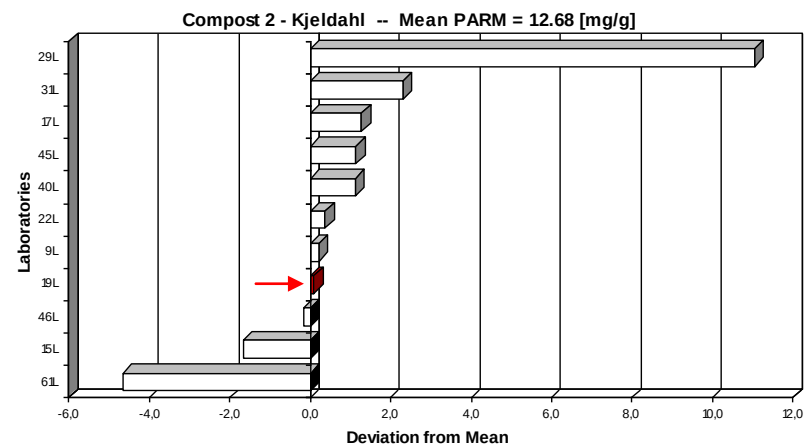


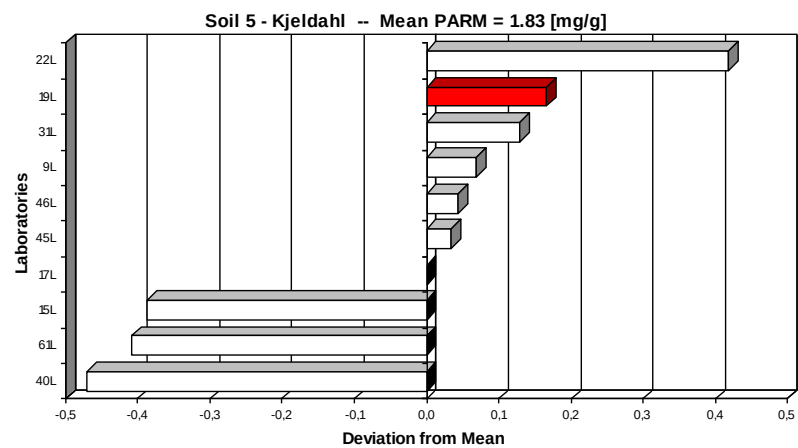
B.4 Parameter TOC



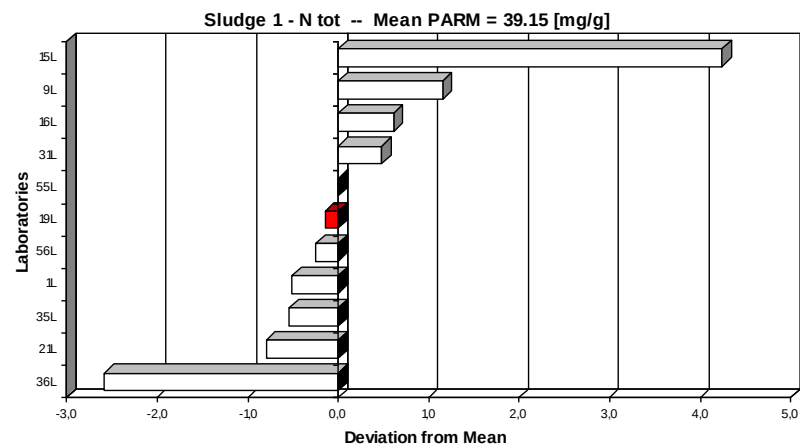
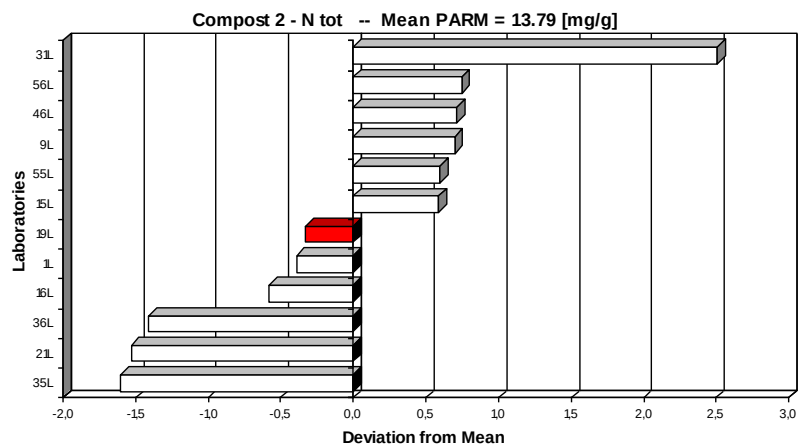


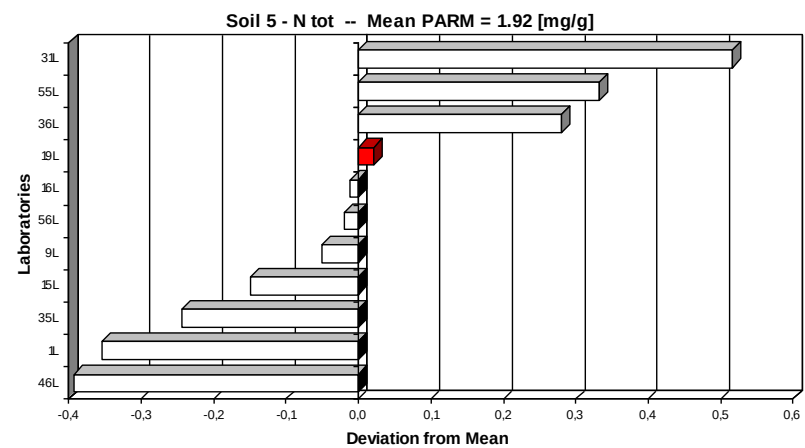
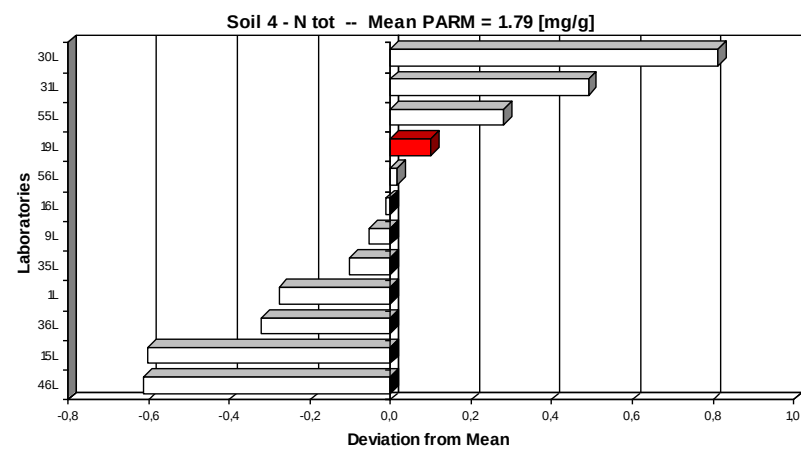
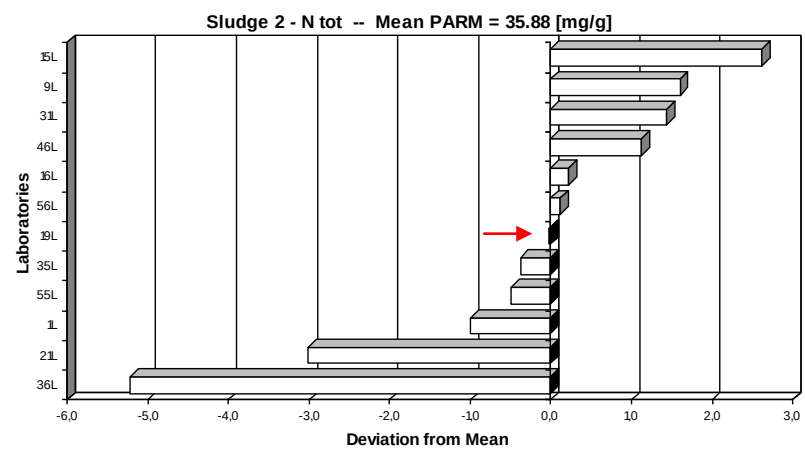
B.5 Parameter Kjeldahl-N



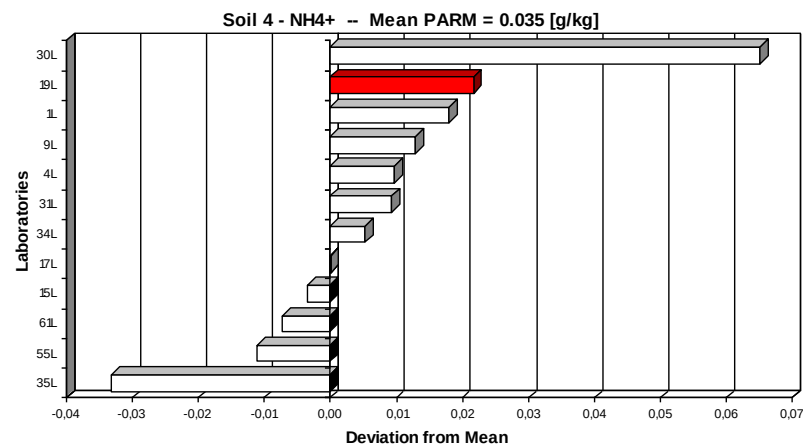
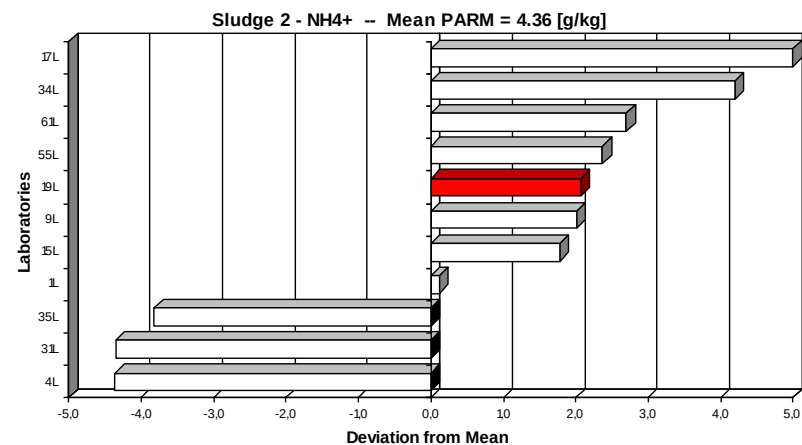
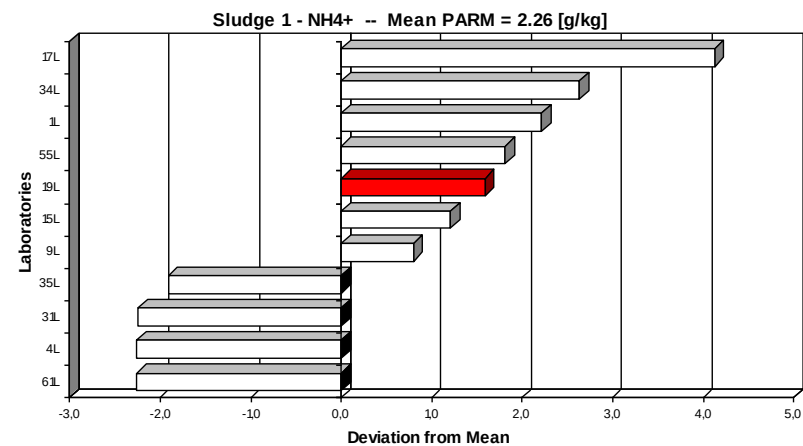
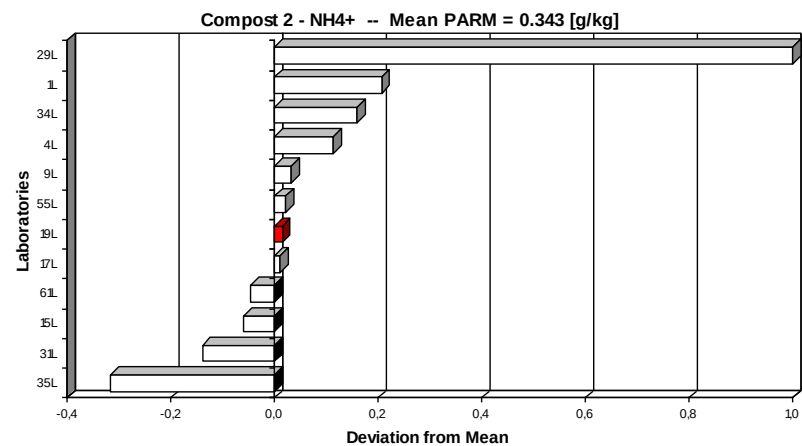


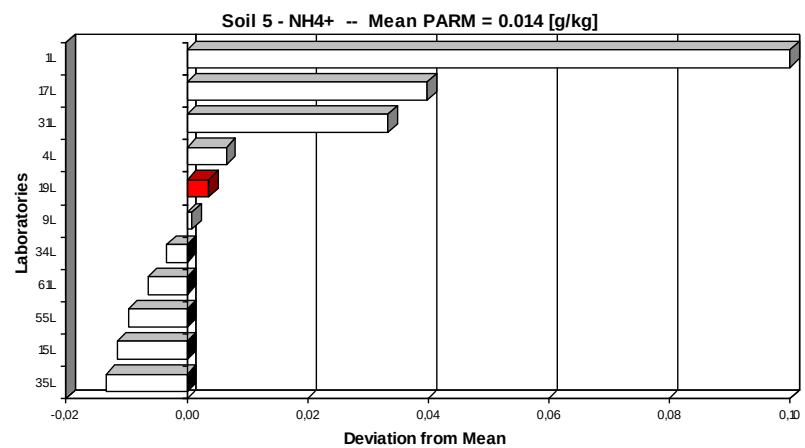
B.6 Parameter Totaal N



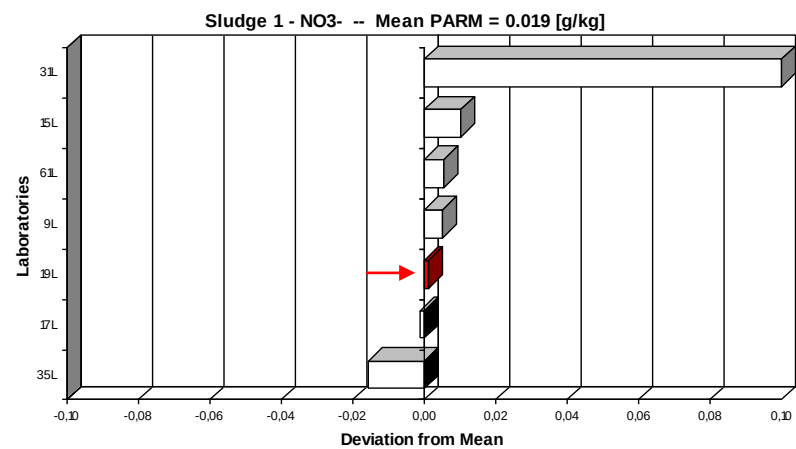
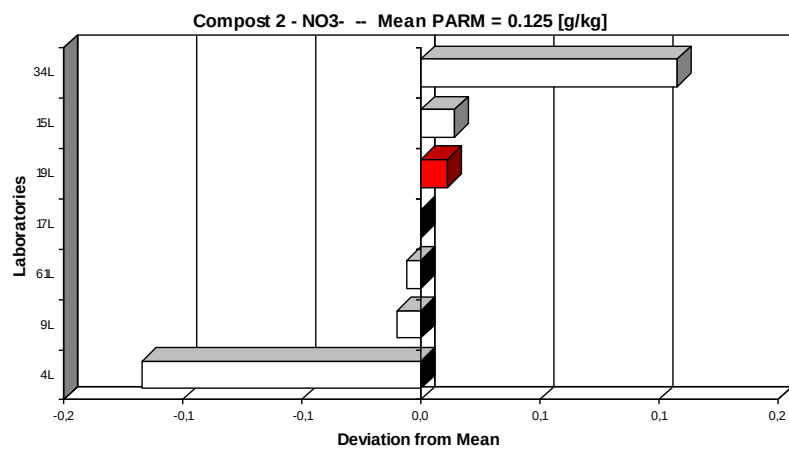


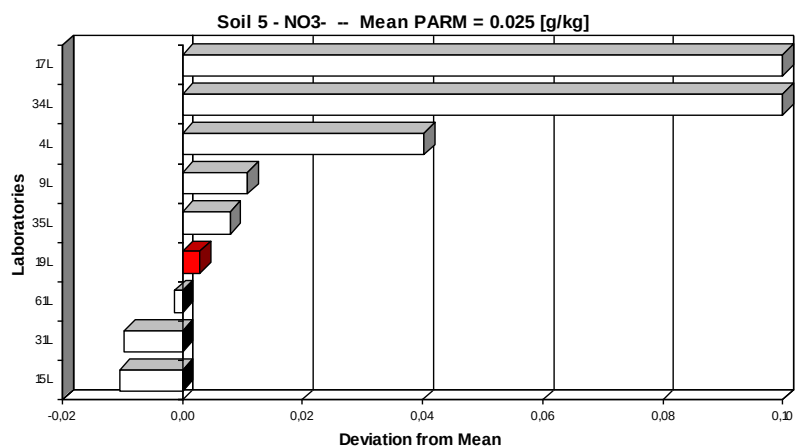
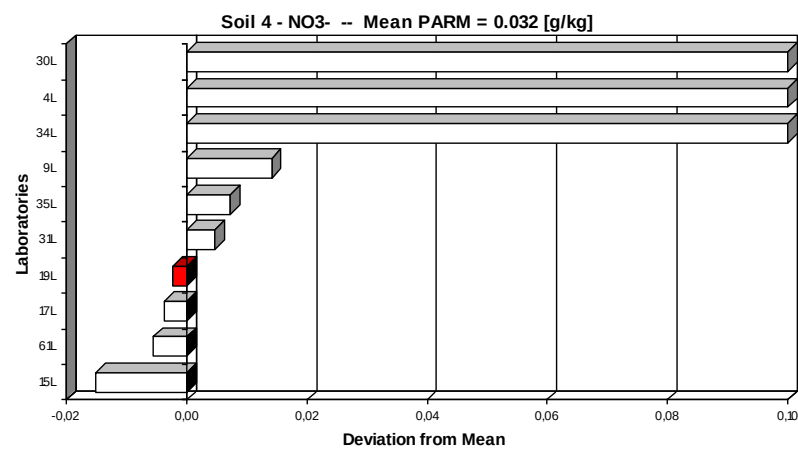
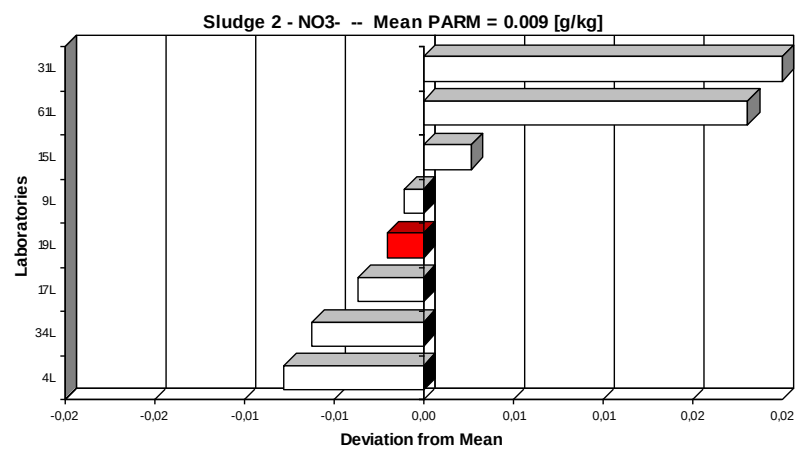
B.7 Parameter NH₄





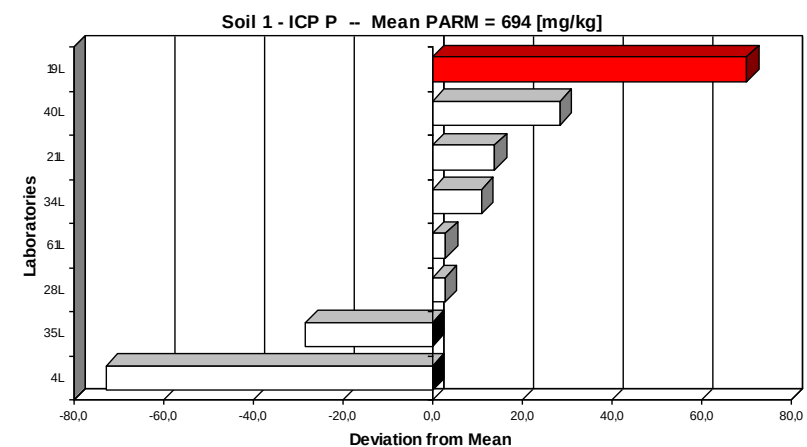
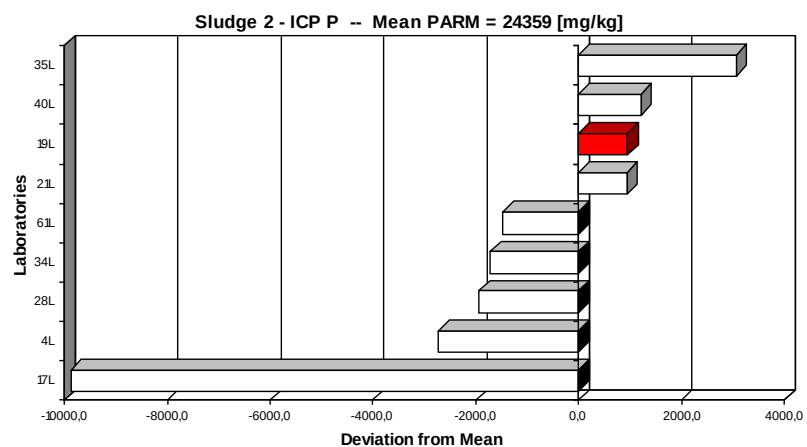
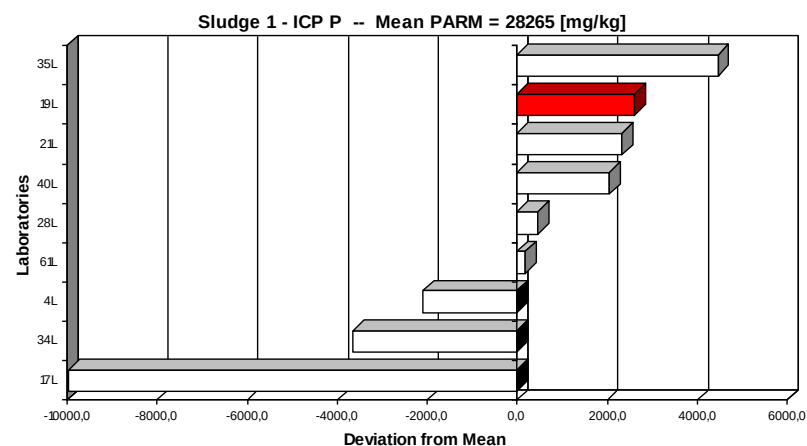
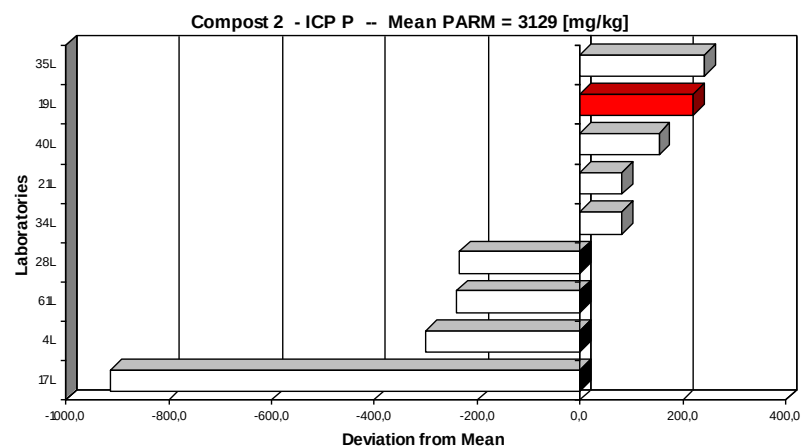
B.8 Parameter NO₃

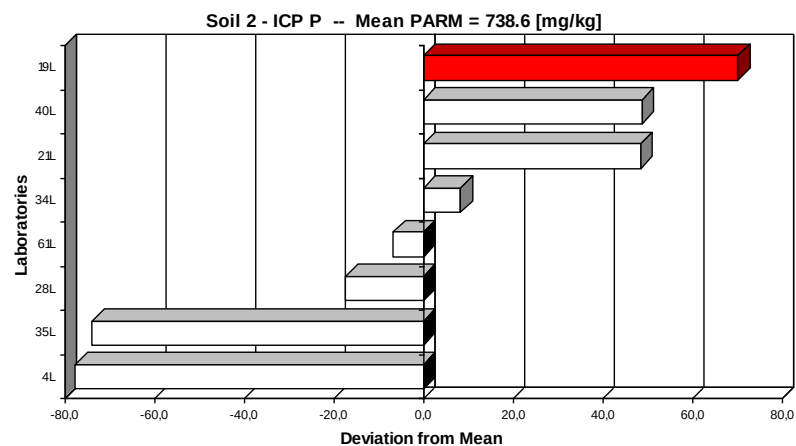




B.9 Parameter P (na aqua regia destructie)

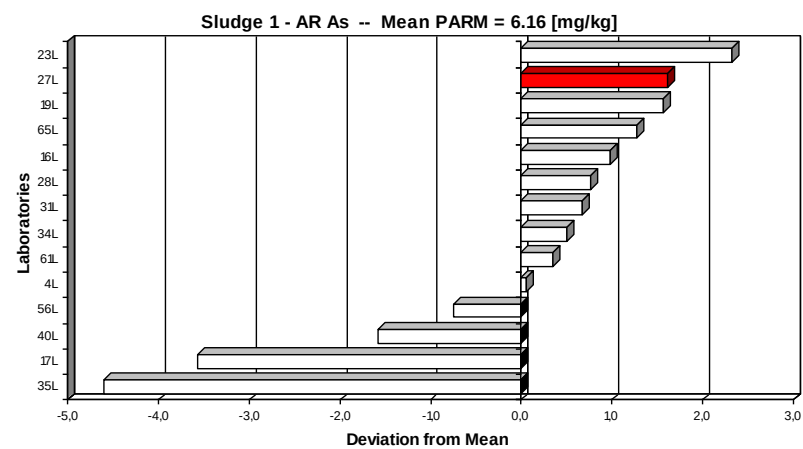
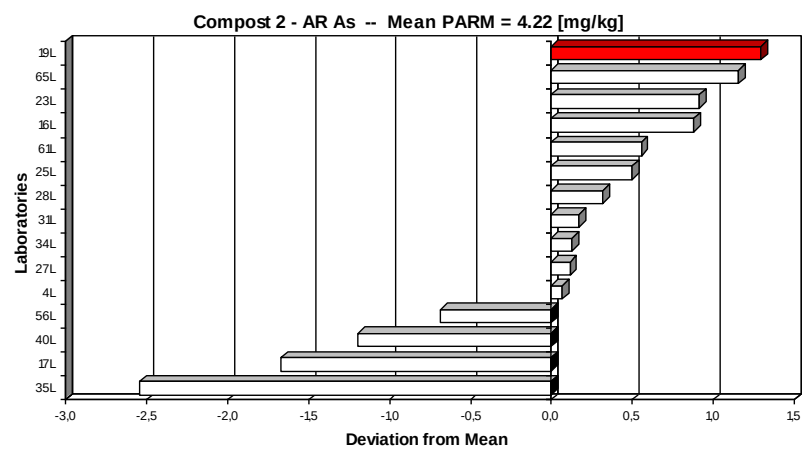
Opmerking: Enkel de resultaten bekomen met ICP-AES werden door Horizontal verwerkt. Er werd bijgevolg geen verwerking uitgevoerd van de door VITO gerapporteerde HR-ICP-MS waarden.

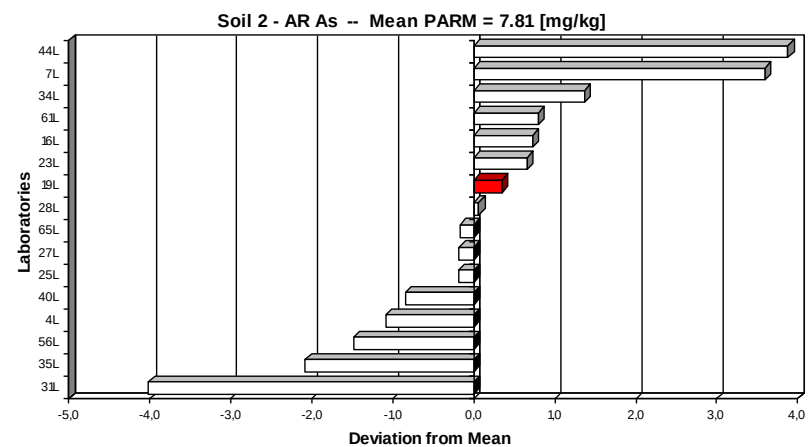
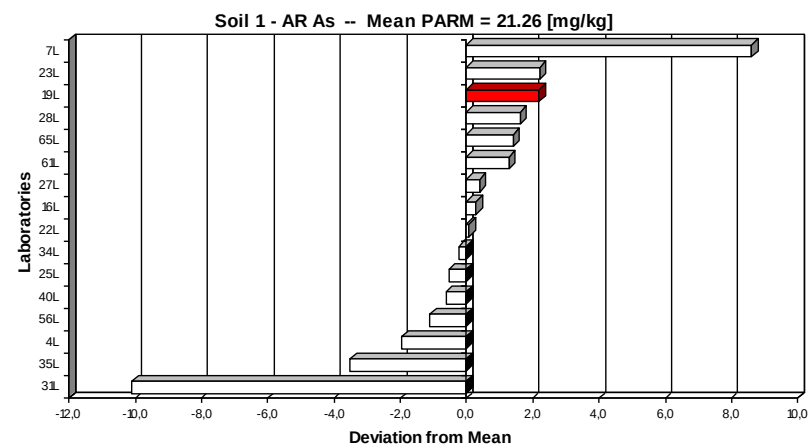
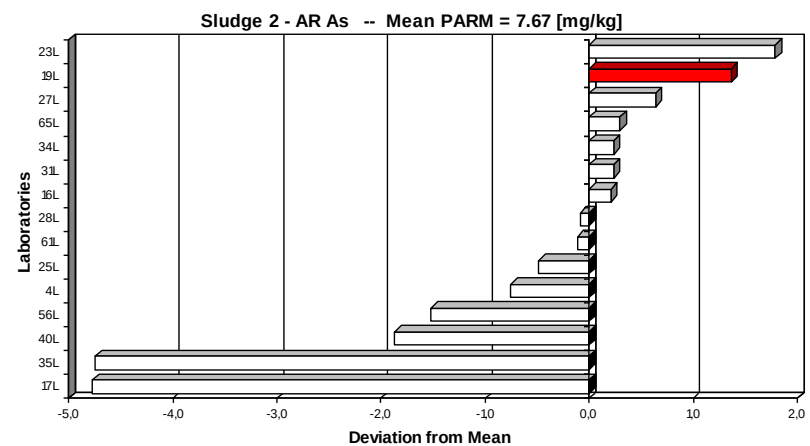




B.10 Parameter As (na aqua regia destructie)

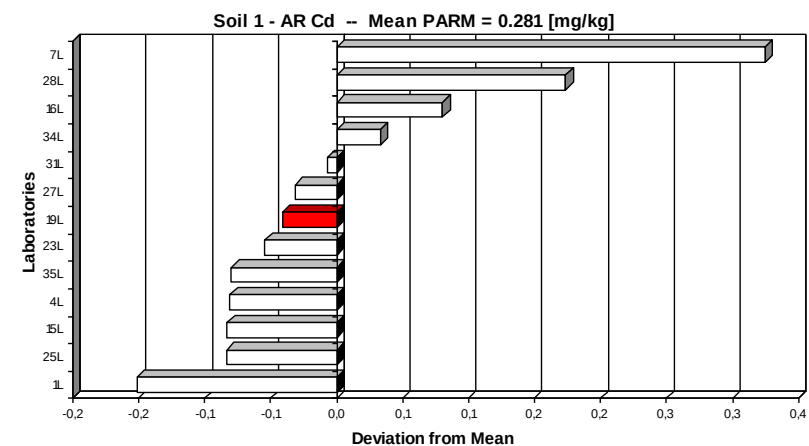
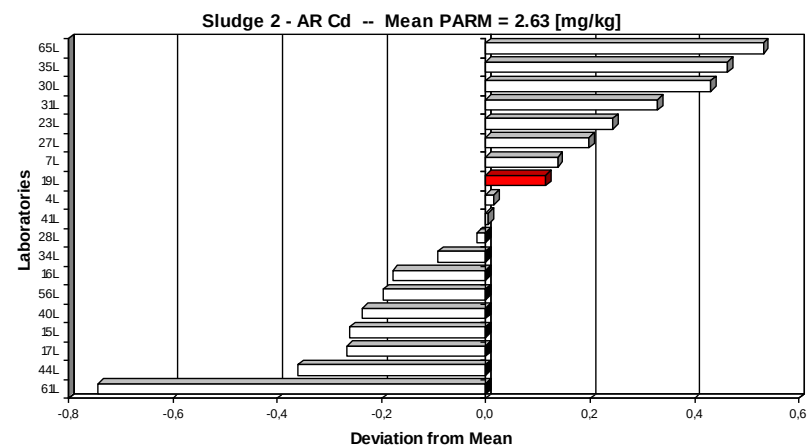
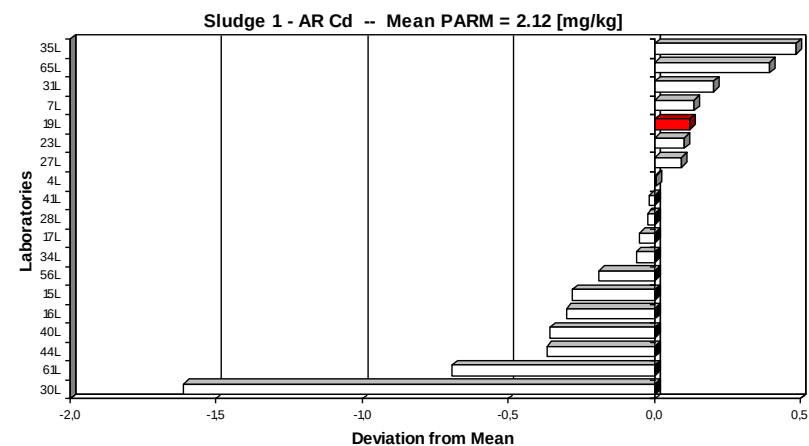
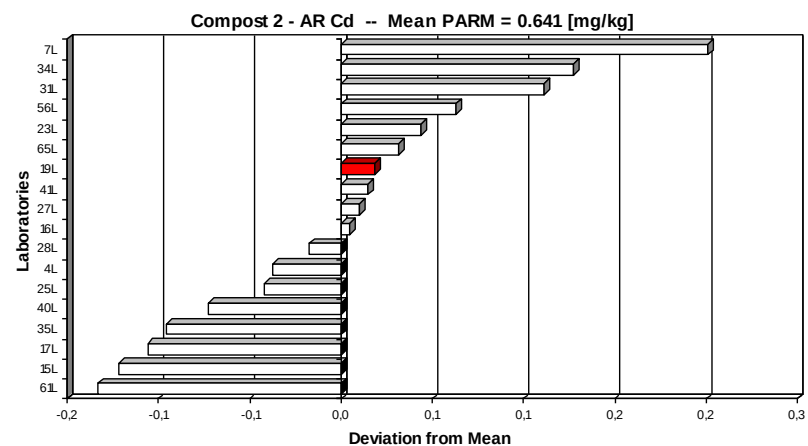
Opmerking: Bij de grafische weergave zijn een aantal (extreme) uitschieters niet opgenomen in de figuur.

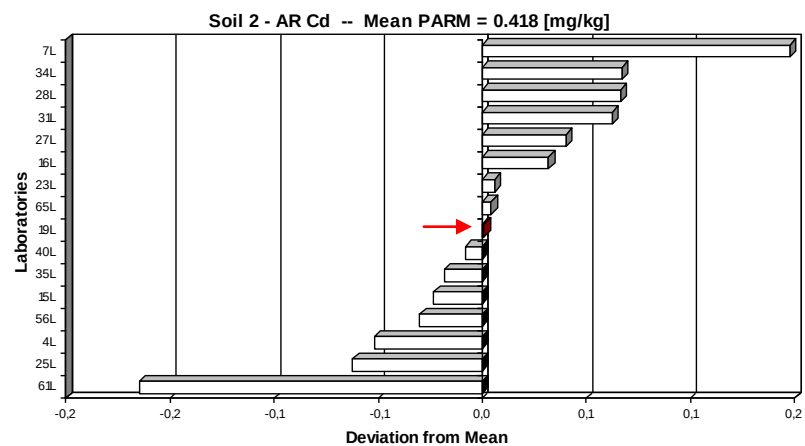




B.11 Parameter Cd (na aqua regia destructie)

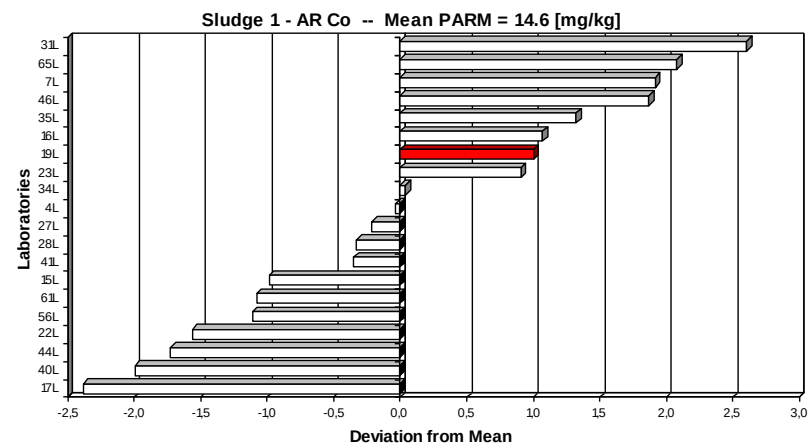
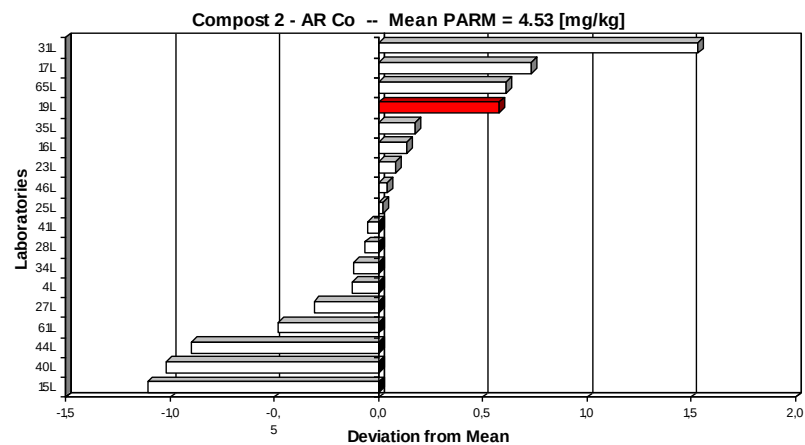
Opmerking: Bij de grafische weergave zijn een aantal (extreme) uitschieters niet opgenomen in de figuur.

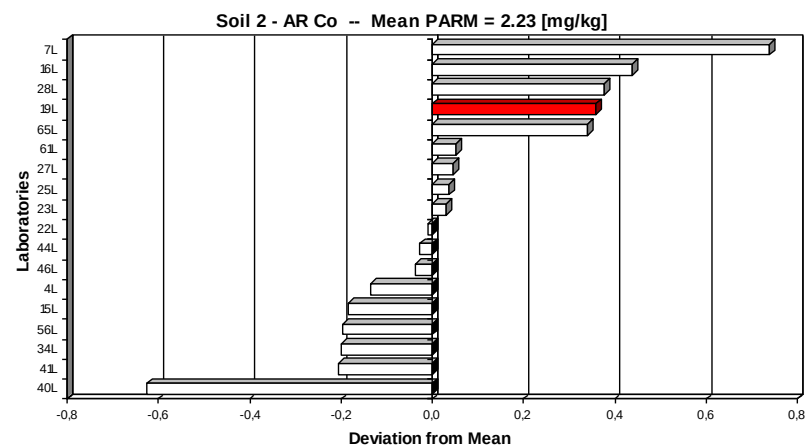
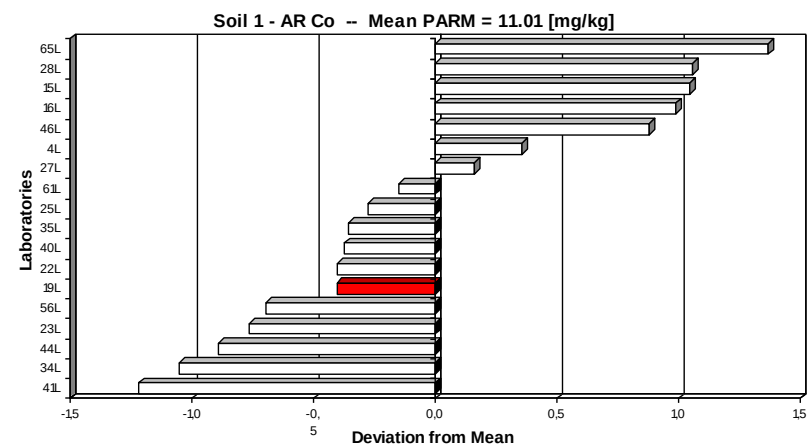
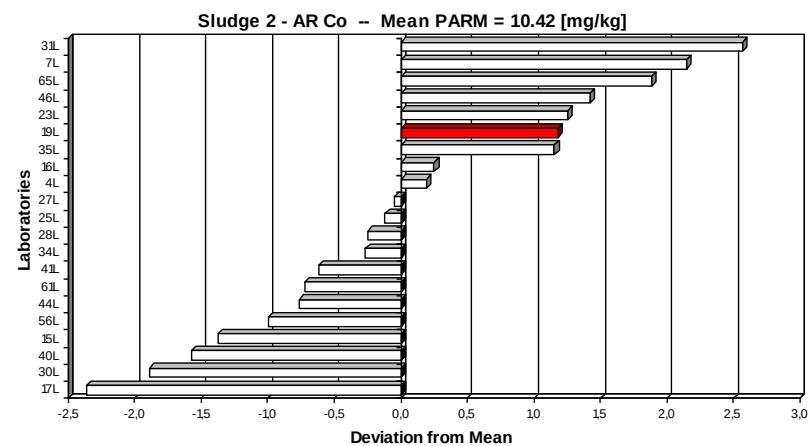




B.12 Parameter Co (na aqua regia destructie)

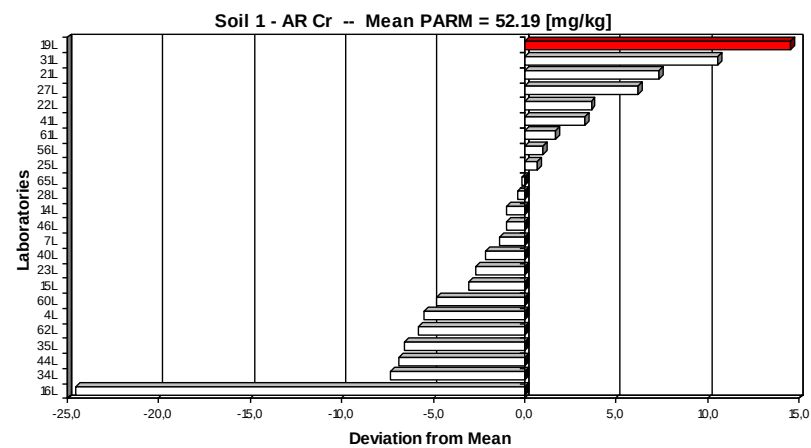
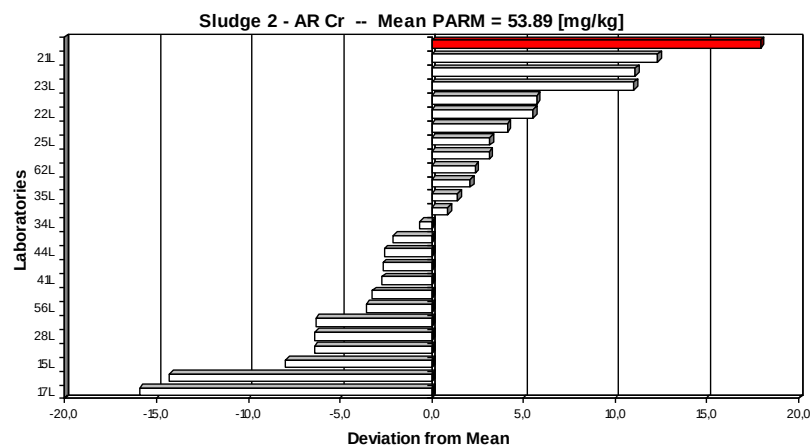
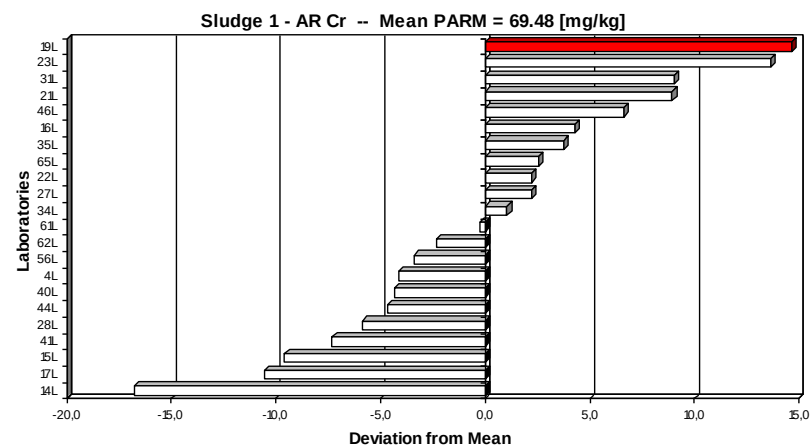
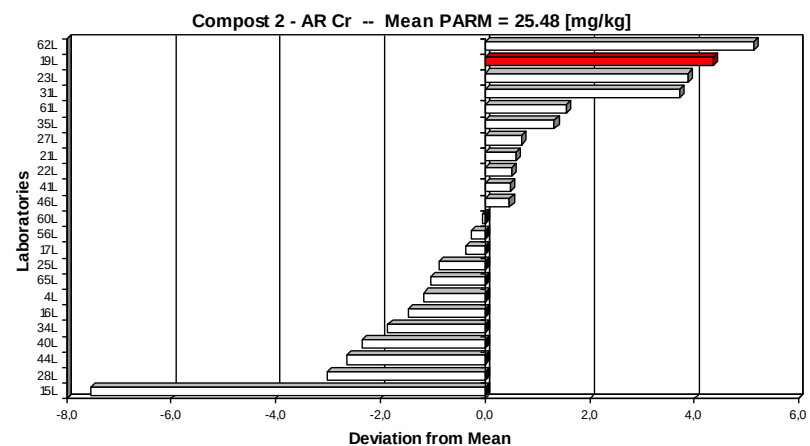
Opmerking: Bij de grafische weergave zijn een aantal (extreme) uitschieters niet opgenomen in de figuur.

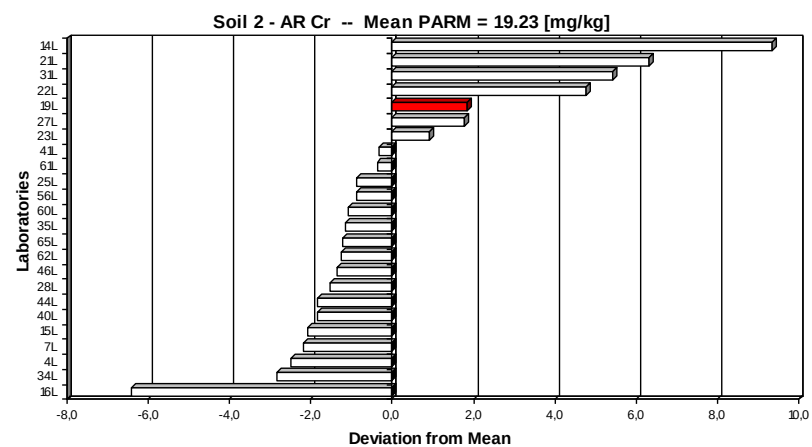




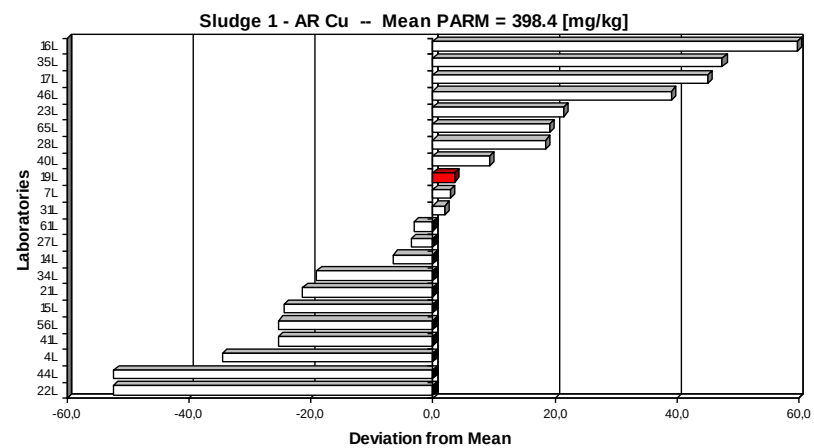
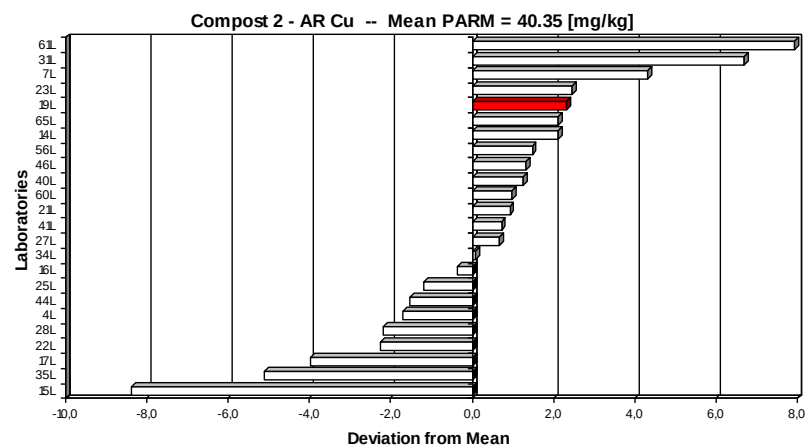
B.13 Parameter Cr (na aqua regia destructie)

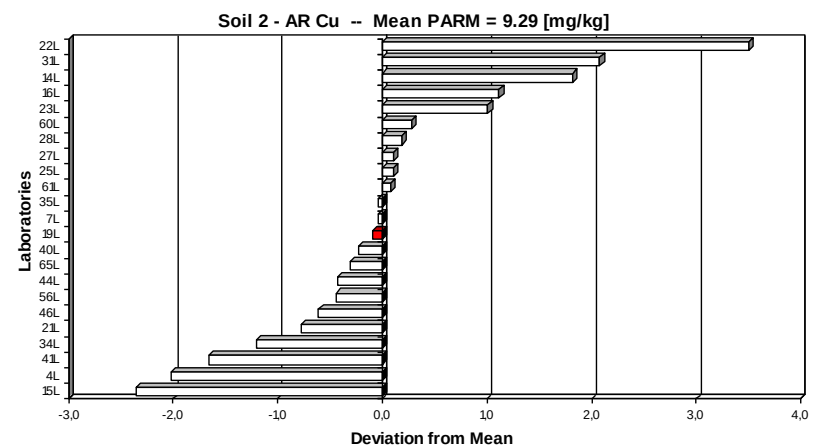
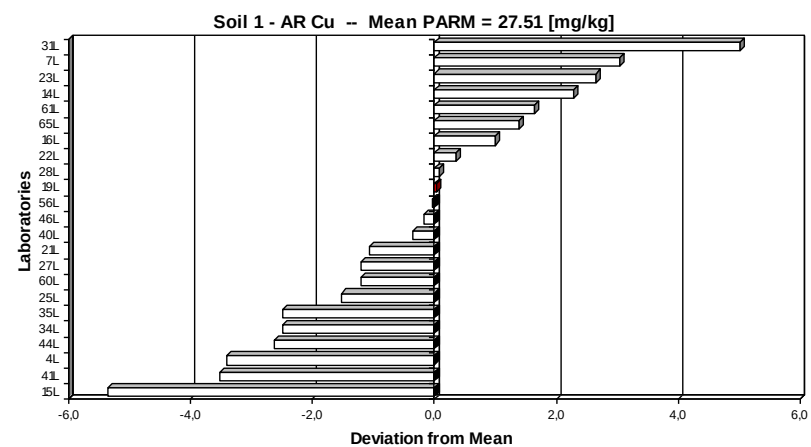
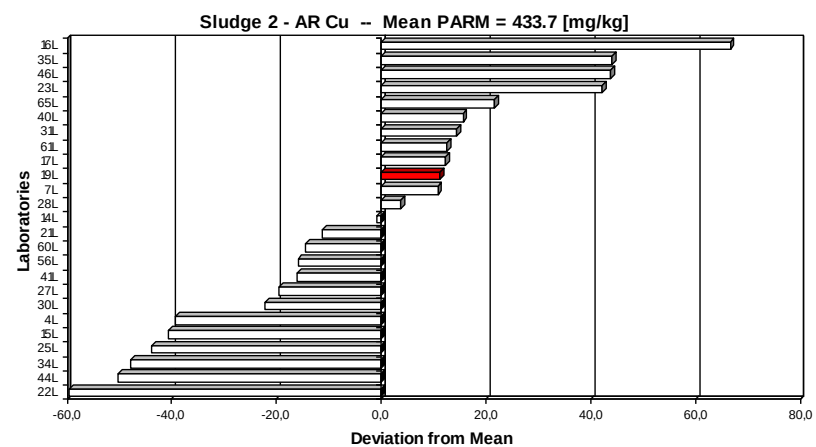
Opmerking: Bij de grafische weergave zijn een aantal (extreme) uitschieters niet opgenomen in de figuur.





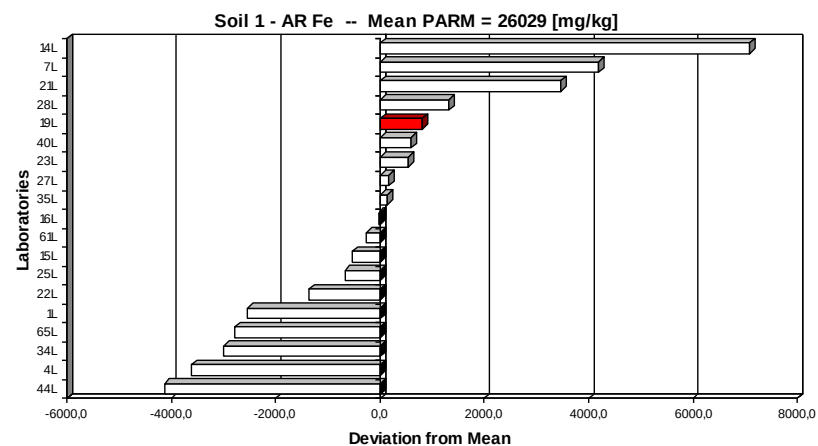
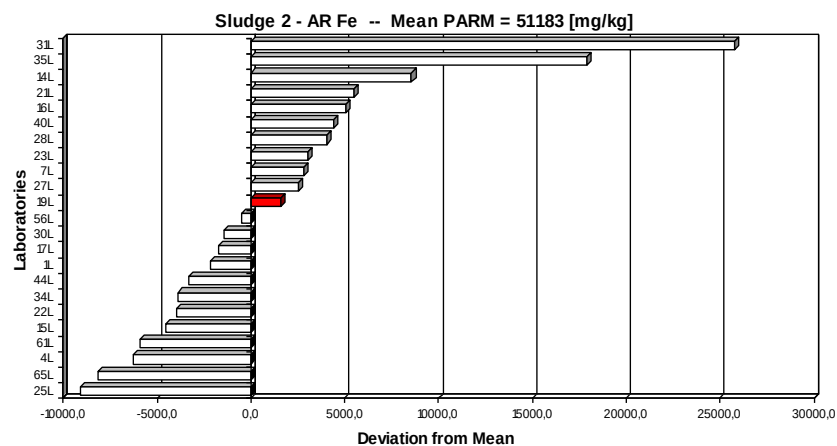
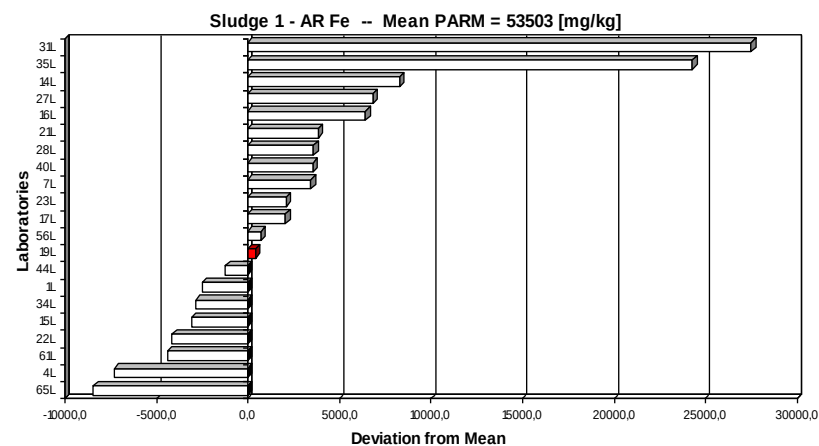
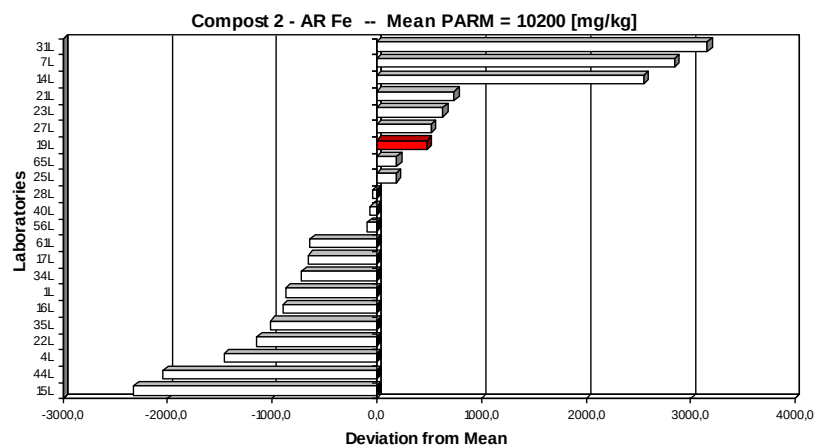
B.14 Parameter Cu (na aqua regia destructie)

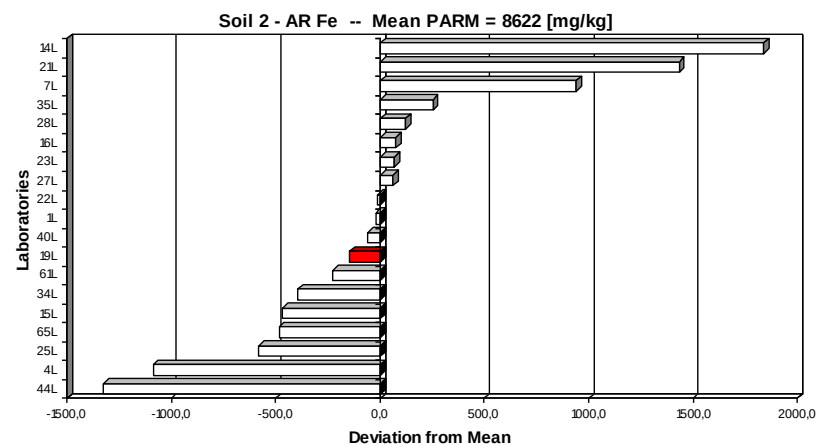




B.15 Parameter Fe (na aqua regia destructie)

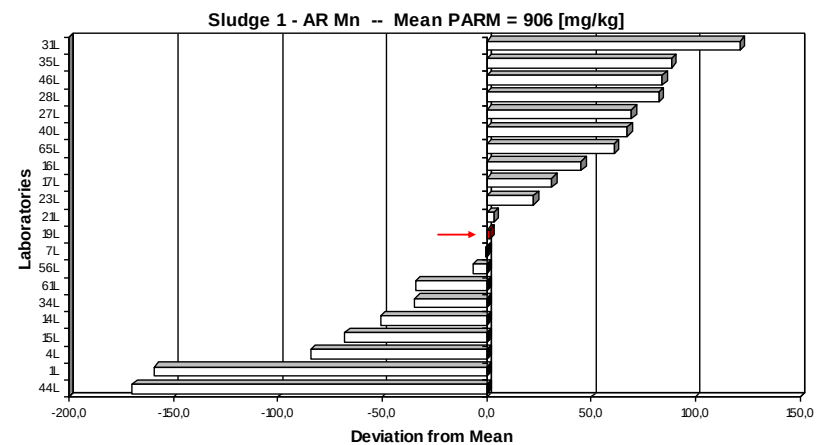
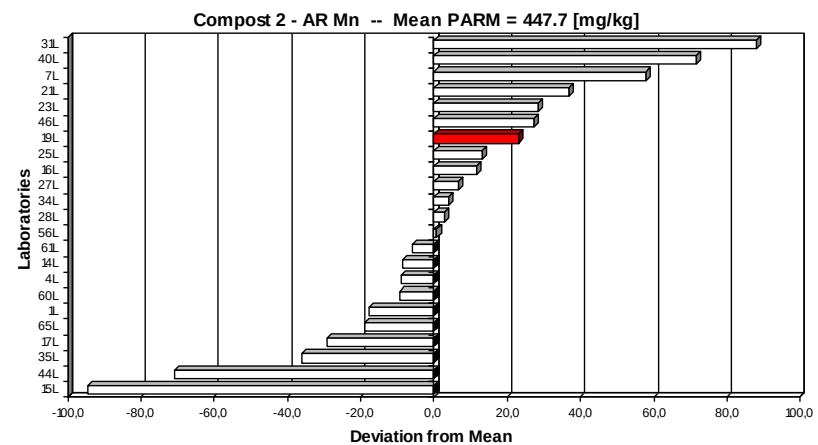
Opmerking: Bij de grafische weergave zijn een aantal (extreme) uitschieters niet opgenomen in de figuur.

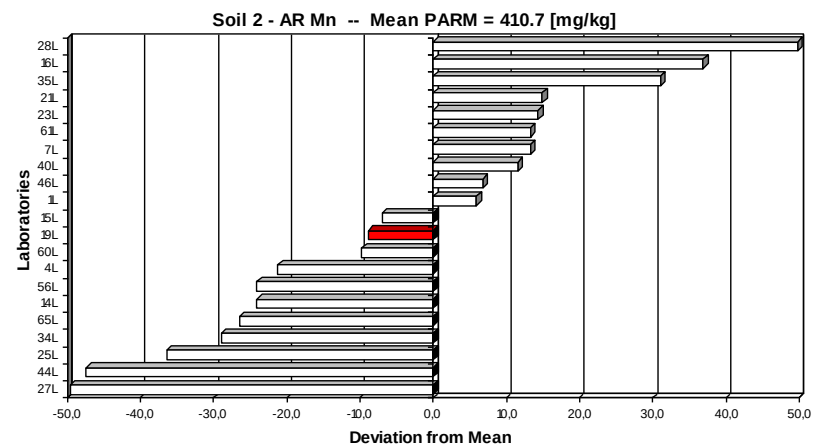
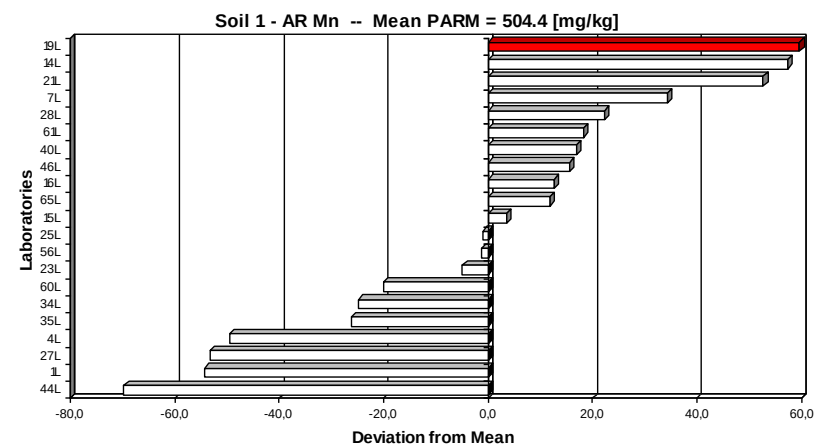
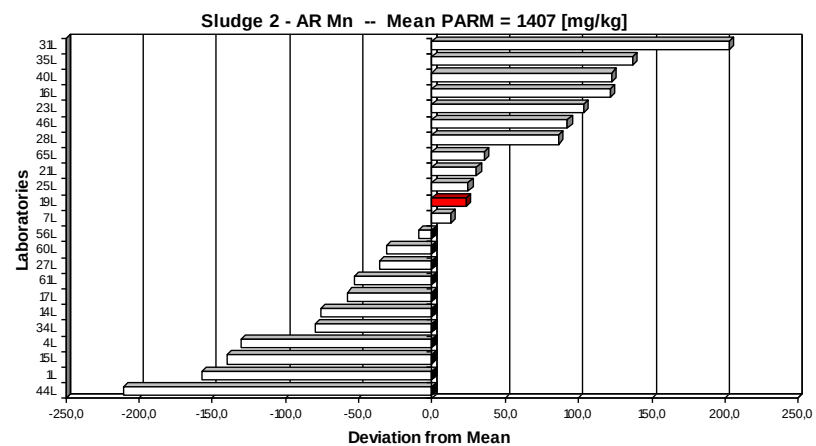




B.16 Parameter Mn (na aqua regia destructie)

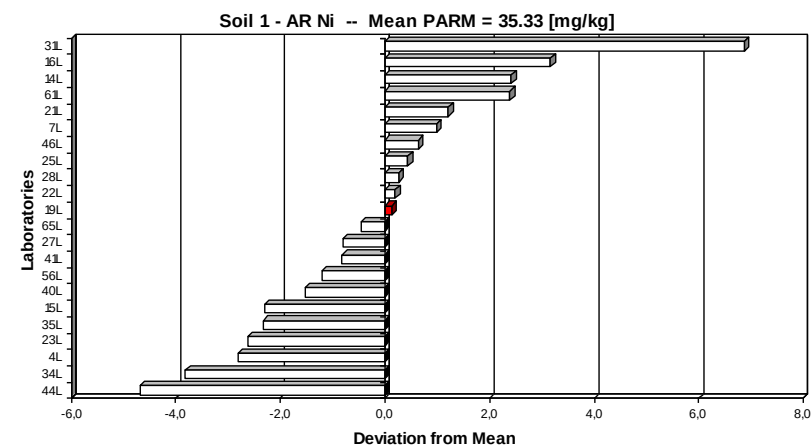
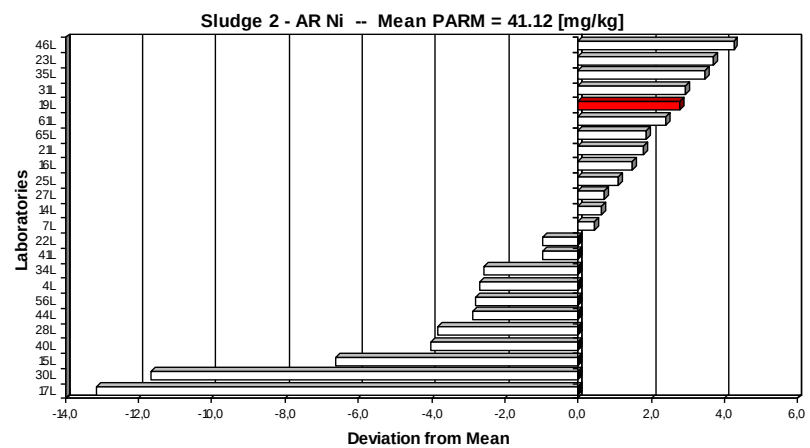
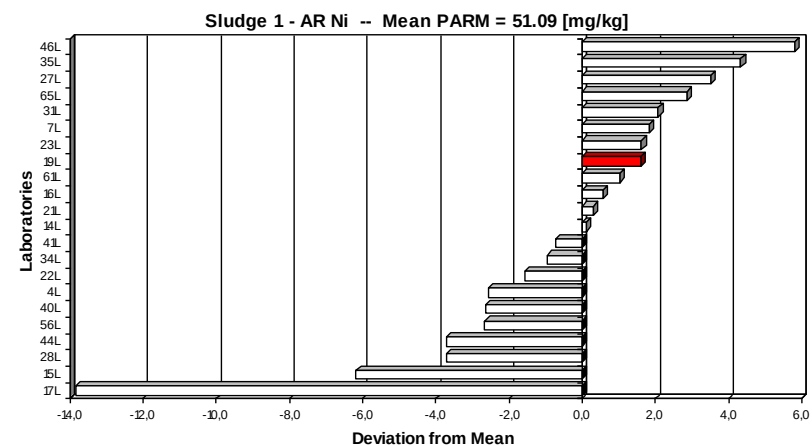
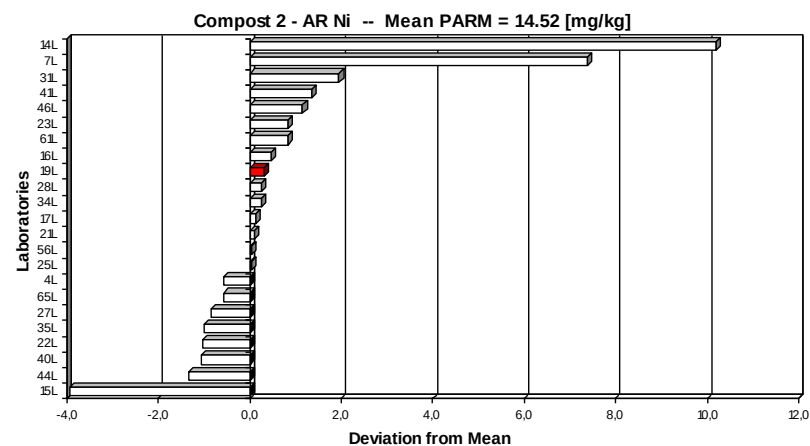
Opmerking: Bij de grafische weergave zijn een aantal (extreme) uitschieters niet opgenomen in de figuur.

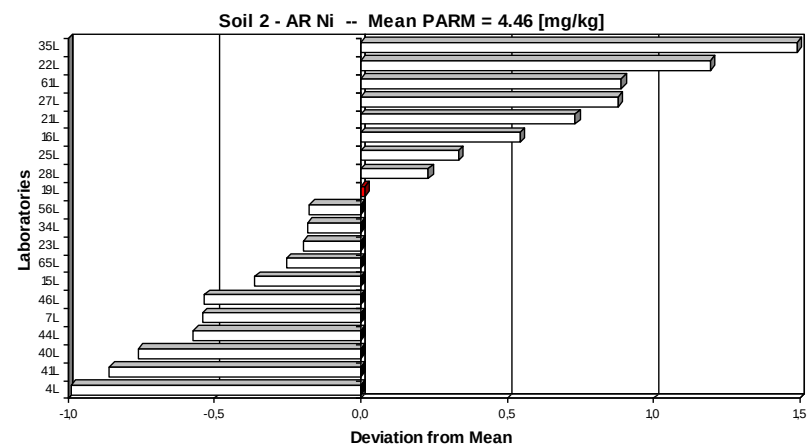




B.17 Parameter Ni (na aqua regia destructie)

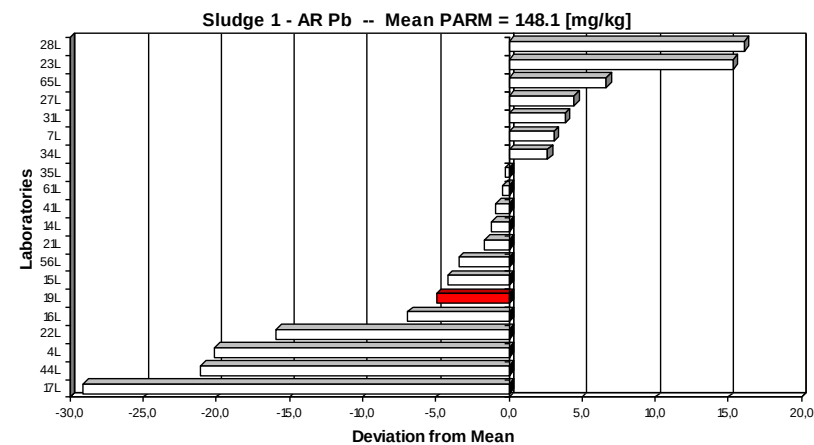
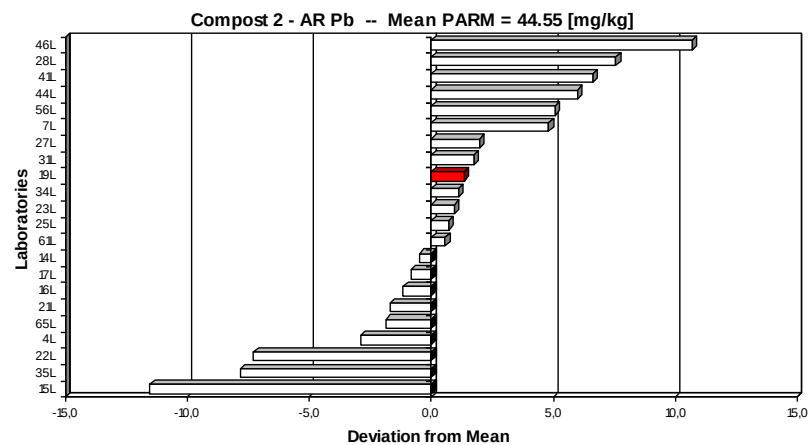
Opmerking: Bij de grafische weergave zijn een aantal (extreme) uitschieters niet opgenomen in de figuur.

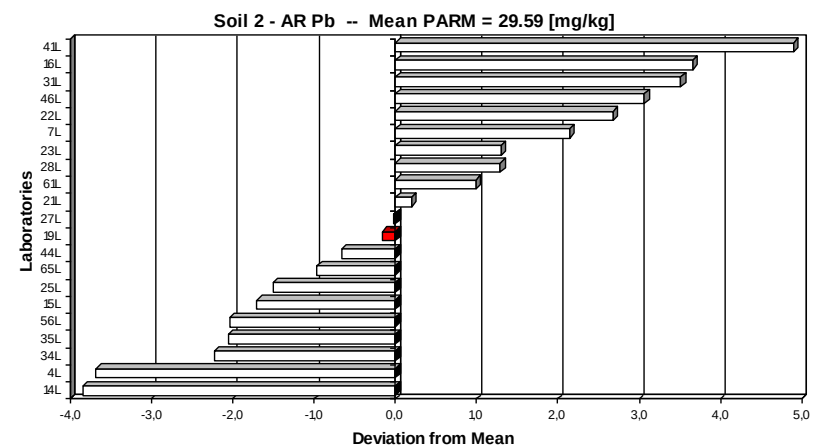
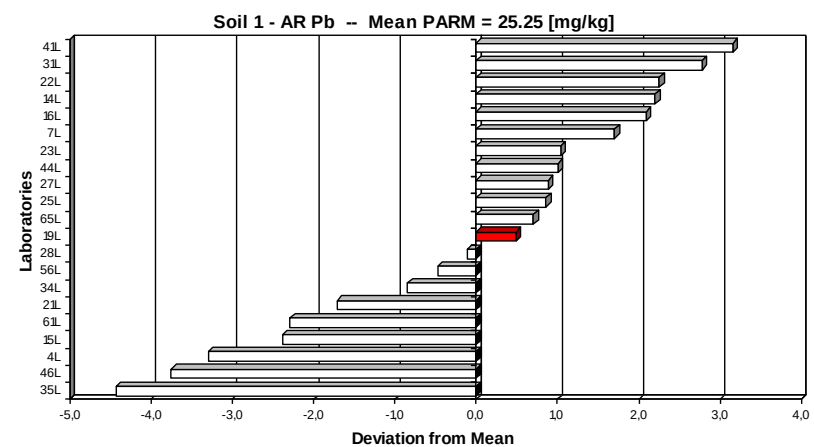
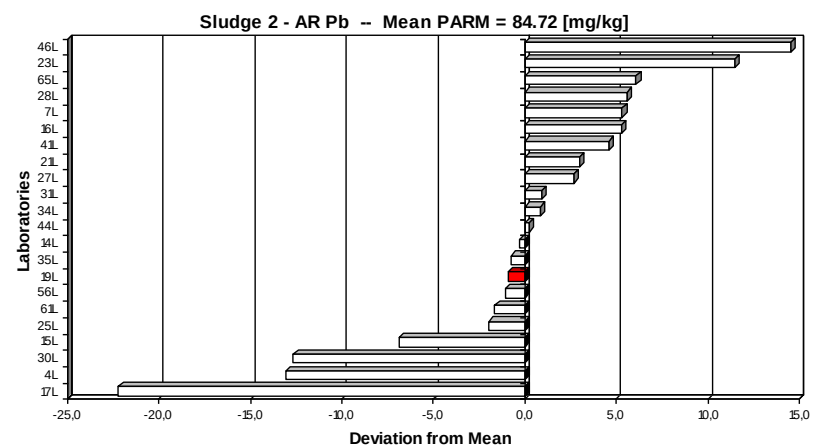




B.18 Parameter Pb (na aqua regia destructie)

Opmerking: Bij de grafische weergave zijn een aantal (extreme) uitschieters niet opgenomen in de figuur.

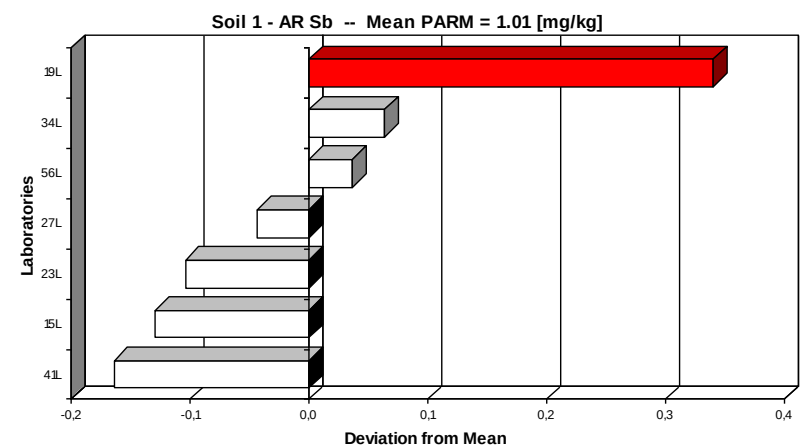
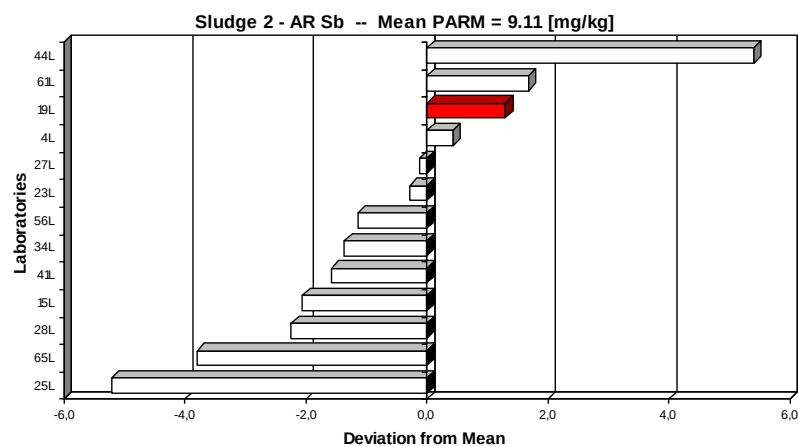
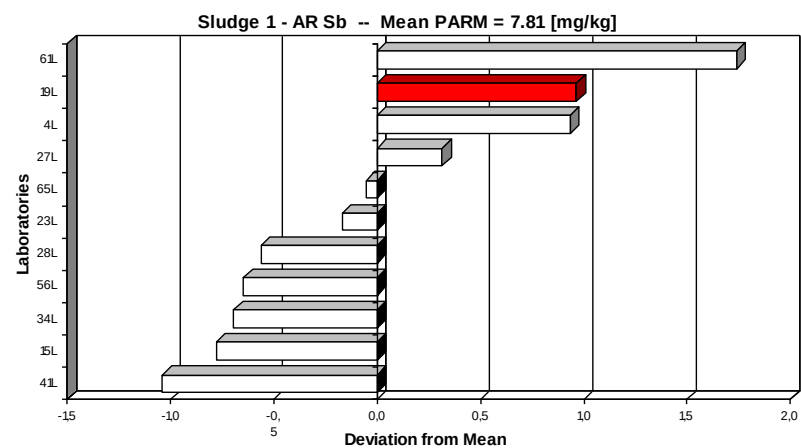
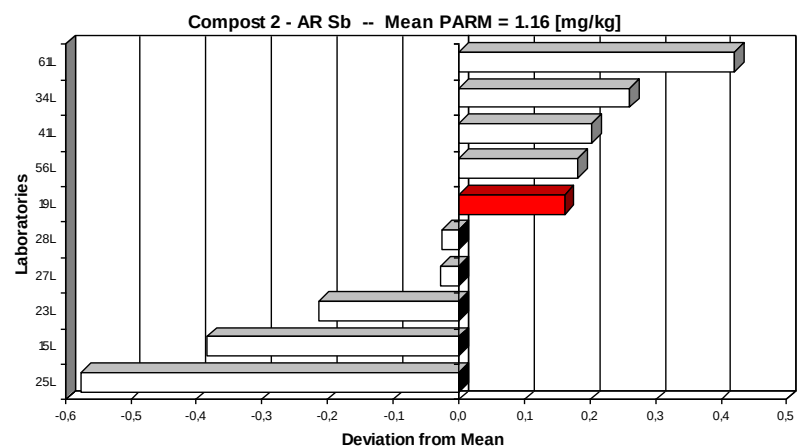


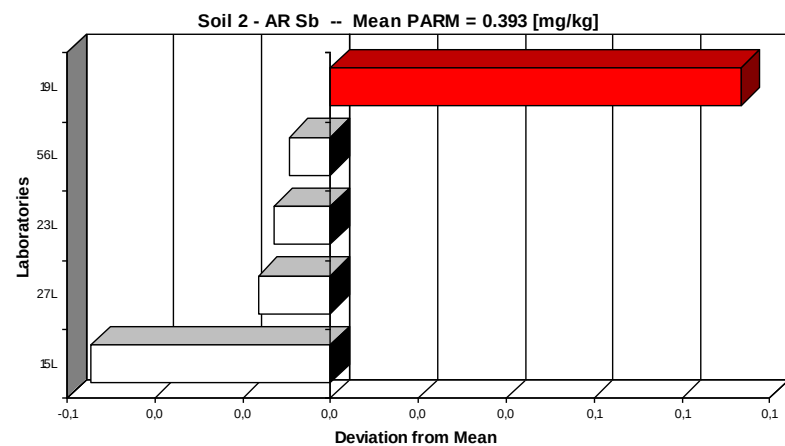


B.19 Parameter Sb (na aqua regia destructie)

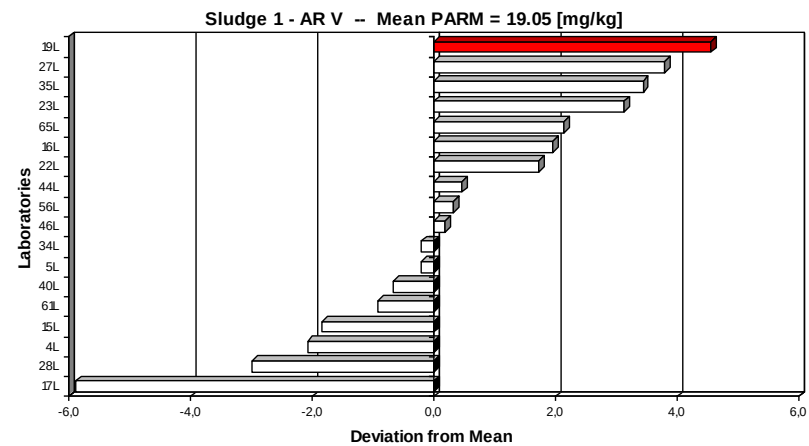
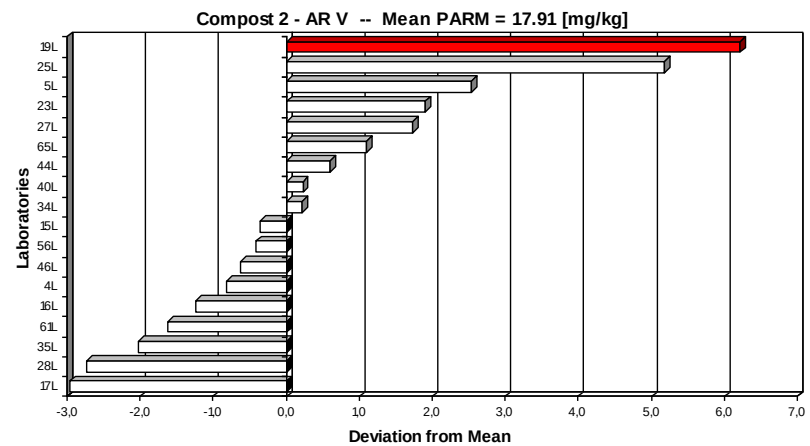
Opmerking 1: Bij de grafische weergave zijn een aantal (extreme) uitschieters niet opgenomen in de figuur.

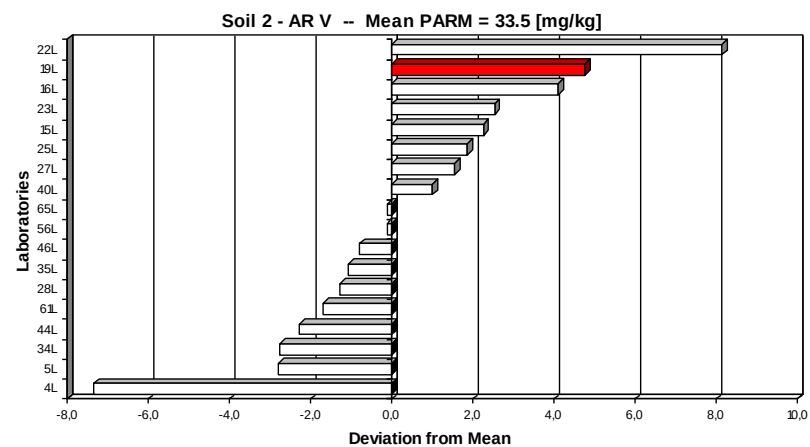
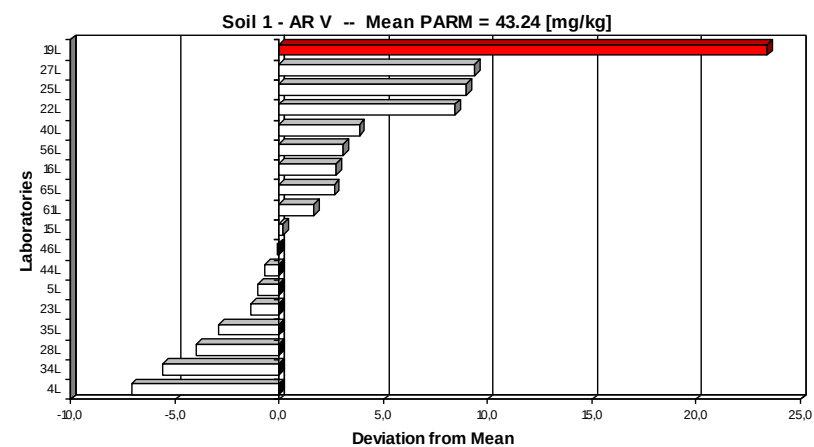
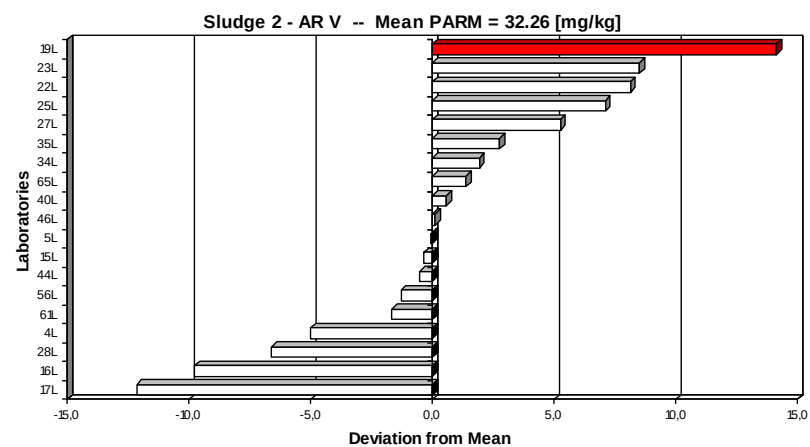
Opmerking 2: VITO resultaten werden bekomen met de HR-ICP-MS.



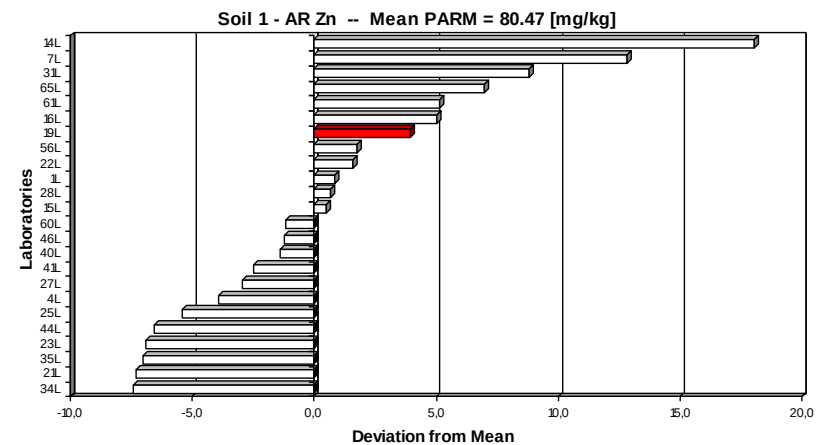
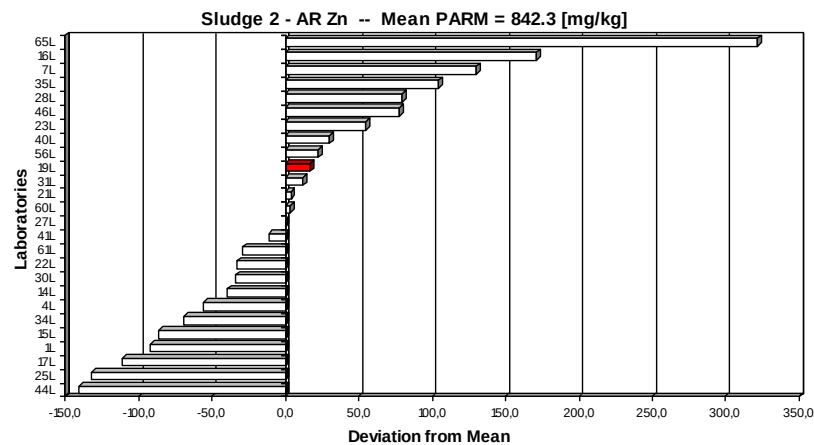
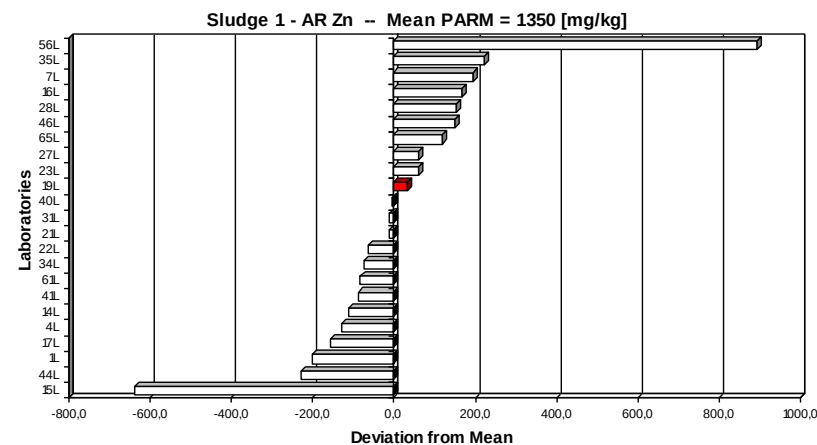
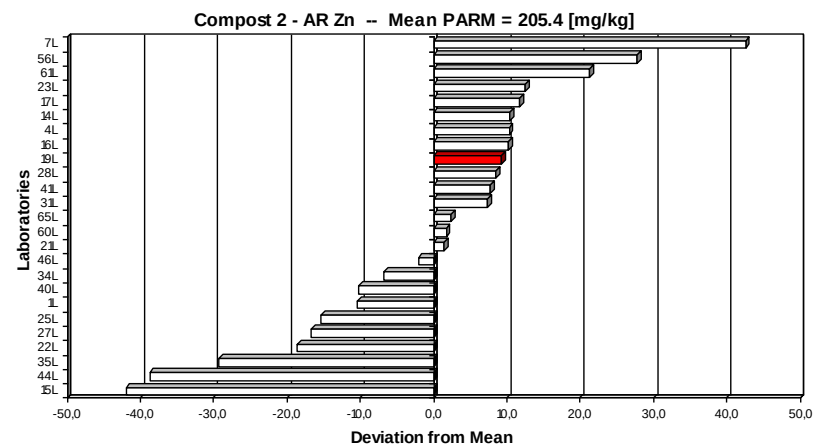


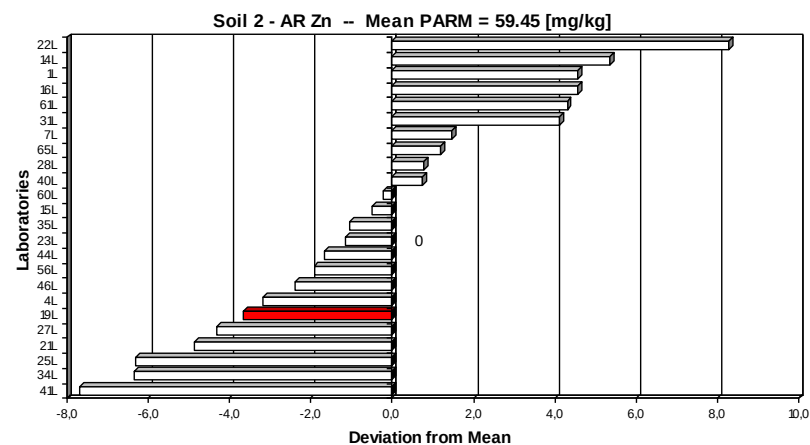
B.20 Parameter V (na aqua regia destructie)





B.21 Parameter Zn (na aqua regia destructie)

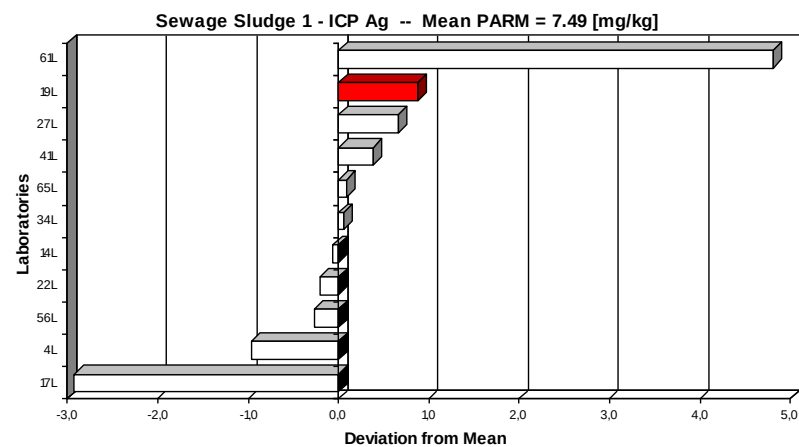
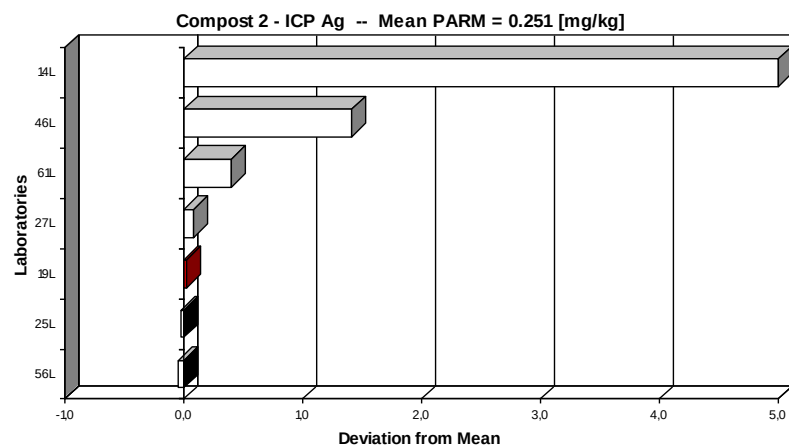


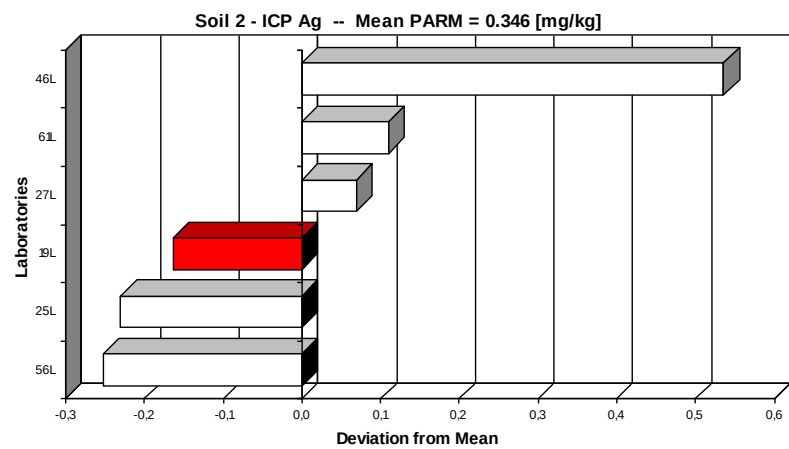
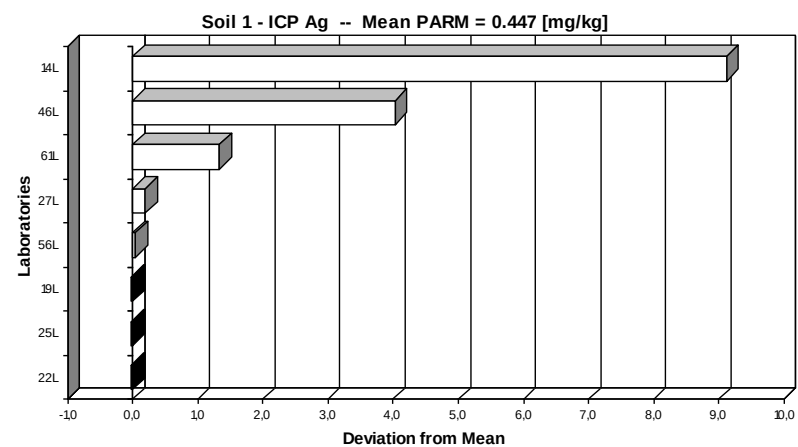
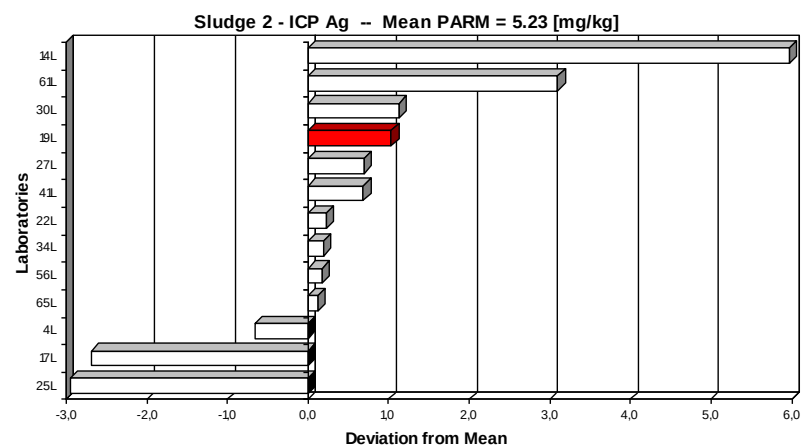


B.22 Parameter Ag (na aqua regia destructie)

Opmerking 1: Bij de grafische weergave zijn een aantal (extreme) uitschieters niet opgenomen in de figuur.

Opmerking 2: VITO resultaten werden bekomen met de HR-ICP-MS.

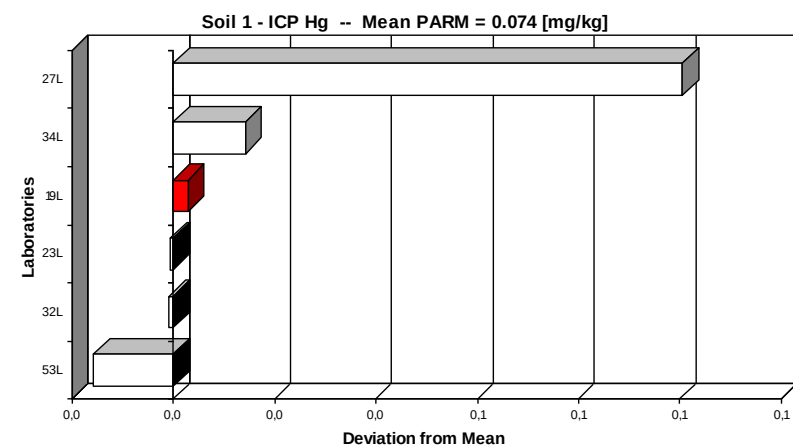
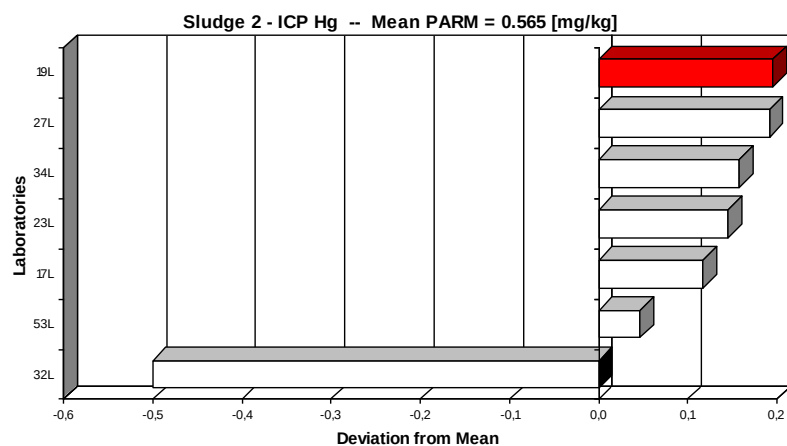
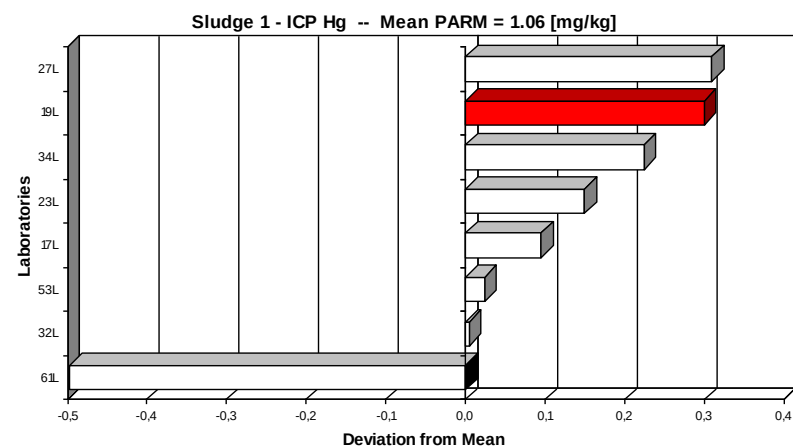
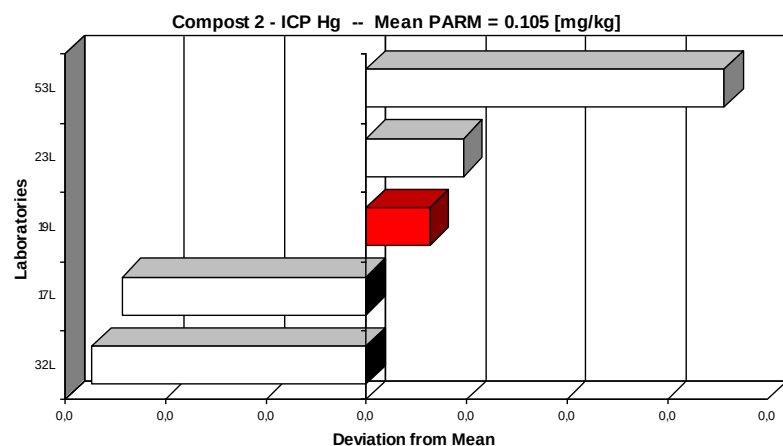


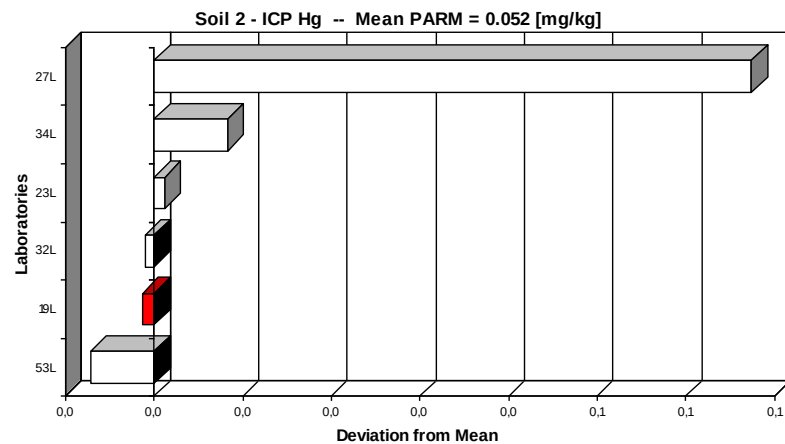


B.23 Parameter Hg (na aqua regia destructie)

Opmerking 1: Bij de grafische weergave zijn een aantal (extreme) uitschieters niet opgenomen in de figuur.

Opmerking 2: VITO resultaten werden bekomen met AFS.





B.24 Parameter Se (na aqua regia destructie)

Opmerking 1: Bij de grafische weergave zijn een aantal (extreme) uitschieters niet opgenomen in de figuur.

Opmerking 2: VITO resultaten werden bekomen met de HR-ICP-MS.

