DIREÇÃO - GERAL
DE AGRICULTURA
E DESENVOLVIMENTO
RURAL

Aprovo.
O Diretor-Geral
Rogério Lima Ferreira
Assinado de forma digital por Rogério Lima Ferreira
Dados: 2025.03.03 12:56:12
Rogério Lima Ferreira

ORIENTAÇÃO TÉCNICA N.º 001J/2024

Reconhecimento de Laboratórios de análises de solos

Versão: 02

Nota:

A presente Orientação Técnica foi elaborada pela Direção Geral de Agricultura e Desenvolvimento Rural e é parte integrante do sistema de gestão e controlo da produção e preparação de produtos agrícolas e géneros alimentícios provenientes da Produção Integrada.

DIREÇÃO-GERAL DE AGRICULTURA E DESENVOLVIMENTO RURAL

Índice

1 Acrónimos e definições 1

2 Objetivo 1

3 Âmbito 1

4 Referências 2

5 Responsabilidades 2

5.1 Compete à DGADR: 2

5.2 Compete aos laboratórios: 2

6 Procedimento 3

6.1 Participação em ensaios de proficiência 3

6.2 Avaliação do desempenho do laboratório 4

6.3 Lista de laboratórios reconhecidos 6

6.3.1 Inclusão na lista 6

6.3.2 Atualização da lista 6

6.4 Retirada da lista de laboratórios reconhecidos 7

1 ACRÓNIMOS E DEFINIÇÕES

DGADR - Direção-Geral de Agricultura e Desenvolvimento Rural

OT - Orientação Técnica

PRODI - Produção Integrada

2 OBJETIVO

De acordo com as "Normas técnicas necessárias ao exercício da Produção Integrada - Culturas vegetais", a análise de solo tem de ser efetuada em laboratórios inscritos em pelo menos uma rede de testes de proficiência e que façam prova da obtenção de resultados para os parâmetros analisados.

A presente orientação técnica (OT) visa definir as regras que um laboratório inscrito em pelo menos uma rede de testes de proficiência, tem de cumprir para poder executar análises de solo no âmbito da Produção Integrada.

3 ÂMBITO

A OT aplica-se a todos os laboratórios que pretendam executar as análises de solos em Produção Integrada.

A presente OT entrou em aplicação-se a partir de 1 de janeiro de 2025 em todo o território de Portugal Continental.

4 REFERÊNCIAS

Decreto–Lei n.º 37/2013, de 13 de março que procede à primeira alteração ao Decreto-Lei n.º 256/2009, de 24 de setembro, que estabelece o regime das normas técnicas aplicáveis à proteção integrada, à produção integrada e ao modo de produção biológico.

Portaria n.º 54-O/2023, de 27 de fevereiro, que aprova o regulamento relativo ao controlo da produção, preparação de produtos agrícolas e géneros alimentícios provenientes da produção integrada.

Para consulta da legislação complementar atualizada consultar:
https://www.dgadr.gov.pt/producao-integrada/legislacao

5 RESPONSABILIDADES

5.1 Compete à DGADR:

a) Elaborar e rever a presente OT sendo a sua aprovação da responsabilidade da sua Direção;
b) Analisar pedidos de reconhecimento de laboratórios de análises de solo;
c) Analisar o desempenho dos laboratórios em redes de ensaios de proficiência;
d) Divulgar na sua página da Internet a lista de laboratórios reconhecidos.

5.2 Compete aos laboratórios:

a) Efetuar o pedido de reconhecimento de acordo com o procedimento estabelecido na presente OT;
b) Estar inscrito em pelo menos uma rede de testes de proficiência que inclua o conjunto de parâmetros que constam da OT;
c) Executar as análises de solo segundo os métodos definidos na presente OT;
d) Disponibilizar à DGADR o relatório do seu desempenho no ensaio de proficiência;

e) Adotar as medidas que lhes possam ser aplicadas em caso de incumprimento e empreender as ações correspondentes para eliminar as respetivas causas;

f) Conservar os documentos relativos à participação na rede de testes de proficiência.

6 PROCEDIMENTO

6.1 Participação em ensaios de proficiência

A participação dos laboratórios em redes de ensaios de proficiência são um garante da rastreabilidade, exatidão e comparabilidade dos seus resultados com os de outros laboratórios.

Cabe ao laboratório selecionar a(s) rede(s) de ensaios de proficiência, tendo em consideração que os parâmetros por ele executados terão de estar incluídos no(s) ensaio(s).

O laboratório tem de assegurar que, a cada ciclo de quatro anos, os parâmetros seguintes fizeram parte de ensaios de proficiência:

Análises a efetuar	Metodologia
Análise granulométrica	ISO 11277 (crivagem/sedimentação) ou ISO 13320 (difração por laser) Densimetria (Silva *et al*., 1975)
Textura de campo (expedita)	Soil texture. Method 1: Feel method (FAO, 2020. Soil testing methods manual)
Carbono Orgânico	GLOSOLAN-SOP-03 (via seca/combustão método de Dumas) ou GLOSOLAN-SOP-02 (via húmida/método Walkley-Black)
pH(H_2O)	GLOSOLAN-SOP-06 (1:2,5 m/v) ISO 10390
Carbonatos totais (Carbono inorgânico)	GLOSOLAN-SOP-04 (volumetria-calcímetro) ou GLOSOLAN-SOP-05 (volumetria-titulação) ou EN 17505 (fracionamento térmico)
Calcário ativo	NF X31-106 (método de Drouineau- Galet)
Fósforo extraível	Egner et al, 1960 (lactato/acetato de amónio) ou GLOSOLAN-SOP-10 (Olsen/bicarbonato de sódio)
Potássio extraível	Egner et al, 1960 (lactato/acetato de amónio) ou Thomas,1996 (acetato de amónio pH 7,0) ou outro método de determinação de potássio de troca

Análises a efetuar	Metodologia
Azoto Total	GLOSOLAN-SOP-13 (via seca/combustão método de Dumas) ou GLOSOLAN-SOP-14 (Kjeldahl)
Azoto Mineral	ISO 14255 (extração com cloreto de cálcio, recomendado para amostras secas) ou ISO/TS 14256 (extração com cloreto de potássio, recomendado para amostras refrigeradas ou congeladas) Quantificação por espetrofotometria de absorção molecular e/ou destilação/titulação
Cálcio e magnésio extraíveis (expressos em mg kg^{-1}) **CTC efetiva e catiões de troca (Ca, Mg, K, Na e Acidez/Al)**	No caso da CTCefetiva, somatório de: • bases de troca: GLOSOLAN-SOP-17 (acetato de amónio pH 7,0) • acidez de troca: Thomas,1996 (cloreto de potássio) ou ISO 14254 (cloreto de bário) ou ISO 23470 (cloreto de hexamina-cobalto III)
Boro extraível	Keren, 1996 (água/cloreto de cálcio fervente)
Fe, Zn, Cu, Mn extraíveis	NF X 31-120 (EDTA-acetato de amónio) ISO 14870 ou GLOSOLAN-SOP-21 (DPTA-trietanolamina)
Condutividade elétrica	GLOSOLAN-SOP-07, ou ISO 11265 (1:5 ou 1:2 / solo: água)
Iões metálicos/"metais pesados"(Cu, Zn, Ni, Cr, Cd, Pb, Hg)	ISO 11466 (água régia) ou no caso específico do Hg: método US EPA 7473 (analisador elementar)
N-NH_4^+, N-NO_3^-, Ca, K, P, Mg, Na extraíveis	van den Ende, 1968 (água, relação 1:5, 2h)

As referências GLOSOLAN-SOP referem-se aos "procedimentos operacionais normalizados", preparados pela Rede Mundial de Laboratórios de Solos/Parceria Global para o Solo/FAO, de acesso livre e gratuito no respetivo site.

6.2 Avaliação do desempenho do laboratório

A avaliação do desempenho do laboratório em Ensaios de Proficiência é feita com base no z score, sendo este apresentado em documento emitido pela entidade promotora do ensaio.

A avaliação do desempenho do laboratório para cada resultado submetido no ensaio de proficiência é medida pelo respetivo z-score, da seguinte forma:

- $|z\text{-score}| \leq 2$ – resultado aceitável;
- $2 < |z\text{-score}| \leq 3$ – resultado questionável;
- $|z\text{-score}| > 3$ – resultado não aceitável;

Para que o laboratório possa ser reconhecido pela DGADR, 75 % dos resultados obtidos nos ensaios de proficiência têm de apresentar um |z-score|≤ 2.

A DGADR avalia o desempenho de cada um dos laboratórios nos ensaios de proficiência.

Sempre que o laboratório obtiver um resultado diferente de aceitável (|z-score|> 2) terá de proceder à análise das causas desencadeando a implementação de correções e, ou ações corretivas consideradas necessárias.

Poderão existir situações em que não é calculado um *z-score* por parte do organizador do ensaio, nomeadamente:

a) O conjunto dos resultados reportados não permite calcular um valor atribuído (*assigned value*):
    1. a incerteza relativa para o parâmetro naquela amostra (calculada com os resultados dos vários laboratórios) é superior à incerteza máxima permitida, tendo em conta o n.º de laboratórios participantes neste ensaio e/ou;
    2. não se atingiu o n.º mínimo de z-scores aceitáveis, função também do n.º de laboratórios participantes nesse ensaio;
b) O laboratório reporta que o resultado do ensaio na amostra analisada é inferior ao Limite de quantificação.

Sempre que o conjunto dos resultados reportados não permita determinar um valor atribuído, uma vez que a não avaliação é independente do laboratório, a participação é registada, mas não é contabilizada para efeitos de avaliação.

Quando o laboratório reporta que o resultado do ensaio é inferior ao limite de quantificação (<LQ), o seu resultado será considerado aceitável se a mediana dos valores reportados pelos outros laboratórios for inferior a esse limite de quantificação.

6.3 Lista de laboratórios reconhecidos

6.3.1 Inclusão na lista

Uma vez que a exigência de participação em ensaios de proficiência se iniciará com a entrada em vigor da presente orientação técnica, da primeira lista de laboratórios reconhecidos constarão todos os laboratórios que, a 1 de janeiro de 2025, tenham manifestado junto da DGADR interesse em participar nos referidos ensaios.

Caso um laboratório pretenda vir a ser incluído na lista de laboratórios reconhecidos deverá enviar à DGADR por correio eletrónico para dqrg@dgadr.pt as seguintes informações:

a) Nome, número de identificação fiscal e domicílio fiscal;

b) Morada, o contacto telefónico e a caixa postal eletrónica a utilizar para efeitos de contacto com a DGADR;

c) Resumo de informação relativa a atividade, organização, recursos humanos e equipamentos analíticos;

d) Lista de ensaios de proficiência em que já participa

d) Lista de parâmetros disponíveis para determinação

Adicionalmente deverão ser indicadas potenciais subcontratações. Estas, a existir, terão de ser realizadas por laboratórios também eles registados na lista da DGADR.

6.3.2 Atualização da lista

Sempre que o laboratório participe em ensaios de proficiência, deverá comunicar à DGADR o desempenho obtido (6.2).

A DGADR, sempre que necessário, solicita esclarecimentos ao laboratório, incluindo apresentação de evidências de implementação de planos de ações corretivas e respetivas evidências de fecho de não-conformidades.

Anualmente, a DGADR procede à atualização da lista de laboratórios reconhecidos. A referida lista entra em vigor no dia 1 de janeiro de cada ano e com validade até final do respetivo ano.

6.4 Retirada da lista de laboratórios reconhecidos

Quando se verifica a ausência de cumprimentos dos requisitos, nomeadamente a obtenção de |z-score|≤ 2 em menos de 75 % dos resultados obtidos no ensaio de proficiência, o laboratório é retirado da lista de laboratórios reconhecidos.

A retirada da lista é mantida até à regularização do incumprimento.