

Nota Técnica N° 51 do Grupo Técnico de Acompanhamento do Programa de Monitoramento Quali-Quantitativo Sistemático de Água e Sedimentos do rio Doce, Zona Costeira e Estuários, instituído pelo Comitê Interfederativo – Termo de Transação e Ajustamento de Conduta.

Brasília, 11 de outubro de 2019.

ASSUNTO: Análise do Programa de Garantia de Controle de Qualidade – QA/QC – OFI.NII.072019.7175 e OFI.NII.072019.7175-02.

1. INTRODUÇÃO

Em atendimento a Nota Técnica GTA-PMQQS n.º 12, de 17 de agosto de 2018, que determina a apresentação trimestral dos resultados do monitoramento do PMQQS juntamente com o Programa de Garantia e Controle de Qualidade – QA/QC, foi protocolado o ofício OFI.NII.072019.7175, em 08 de julho de 2019, relativo ao monitoramento realizado durante o período de novembro de 2018 a janeiro de 2019, e em 03 de setembro de 2019, o OFI.NII.072019.7175-02, referente ao período de fevereiro a abril de 2019.

Deve ser observado que na Nota Técnica GTA-PMQQS n.º 30, de 22 de março de 2019, o GTA-PMQQS já havia feito recomendações a respeito da entrega do relatório de QA/QC e dos cuidados necessários tanto para as campanhas amostrais quanto para as análises laboratoriais feitas no âmbito do PMQQS. O cumprimento destas também foi observado na análise dos relatórios protocolados.

2. ANÁLISE TÉCNICA

Uma vez que a análise dos ofícios foi realizada em sequência, assim também serão apresentadas, observando-se os relatórios e o já solicitado na NT n.º 30 GTA-PMQQS.

2.1. Relatório de QA/QC – novembro/2018 e janeiro/2019 - OFI.NII.072019.7175

Neste relatório, observou-se que num total de 37.335 dados, 635 não passaram pelos critérios de validação. Entretanto, alguns itens devem ser observados. São eles:

- a) Não é descrito se esse total é de dados coletados ou de dados submetidos a validação. Esclarecer;
- b) Os validadores V1, V5, V6 e V7 não tiveram nenhum dos dados invalidados;
- c) O percentual de não atendimento ao validador V4 permaneceu baixo, com 0,20%;
- d) No tocante aos validadores V2 e V3, o quantitativo de dados invalidados continua alto, sendo para água 22,36% e 35,79% para V2 e V3, respectivamente;
- e) No tocante ao validador V8, destaca-se que os dados dos ensaios de ecotoxicidade analisados foram: 1) planilha com os validadores nas abas V8-a C. Dubia; V8-a conferido; V8-b Pseudokirchneriella; V8-b conferido; V8-c Daphnia; Plan3 e V8-d Danio rerio do documento validadores ecotox- janeiro.2019.xls; 2) “Relatório Trimestral –

nov/2018 a

jan/2019 – Programa de Garantia e Controle de Qualidade QA/QC”; 3) Laudos laboratoriais. Algumas inconsistências foram verificadas e pontuadas abaixo:

- A planilha encaminhada com os dados e validadores aplicados encontra-se imprecisa, com células destacadas em amarelo e rosa sem legenda sobre o que se trata; também apresenta informações indefinidas, como “*falta de laudo*”; “*laudo não abre*”; “*falta anexo do laudo*”, situações essas que devem ser sanadas antes da planilha ser apresentada oficialmente ao grupo técnico.

Desta forma, recusa-se o recebimento da planilha apresentada e solicita-se nova planilha com dados definidos, precisos e sem alteração na cor das células caso não haja legenda.

- A planilha encaminhada com os dados planilhados e validadores aplicados apresenta uma aba identificada como “*Plan3*”, e não há clareza dos dados descritos nela. Bem como na aba “*V8-c Daphnia*” há duas colunas com dados com valor zero, sendo uma delas identificada com o efeito – imobilidade – e a segunda sem identificação.

Desta forma, solicita-se maiores esclarecimentos sobre as informações que constam nessas abas, bem como que seja realizada uma adequação para tornar clara e precisa as informações descritas.

- Verificou-se ausência de resultados nas estações descritas abaixo. Além disso, o esclarecimento de algumas inconsistências dentro do Relatório Trimestral foi precariamente descrito, pois não foram informadas quais as estações amostrais foram impactadas pela falta de resultado, informou-se apenas que: “*...existe também um ofício com a justificativa de não realização de ensaios ecotoxicológicos crônicos no mês de janeiro/2019 para alguns pontos amostrais, porque alguns resultados de controle foram inconclusivos, sendo necessária a reanálise, porém não havia alíquota suficiente para novos ensaios.*”
- É importante ressaltar que uma coleta de amostras para um processo de monitoramento que esteja sendo implantado com um programa de QA/QC pressupõe a necessidade de, minimamente, serem feitas duplicatas para dirimir quaisquer erros analíticos ou dúvidas de resultados que possam surgir. Sendo assim, não é aceitável a explicação de não haver amostra suficiente para reanálise.
 - LAO02: ensaios na profundidade III; e em elutriato de sedimento;
 - LJP01: ensaios na profundidade III;
 - LJP02: ensaio em elutriato de sedimento;
 - LLM01: ensaios na profundidade III;
 - LLM02: ensaios na profundidade II;
 - LMN01: ensaio em elutriato de sedimento;
 - LMN02: ensaios na profundidade III;
 - LNV01: ensaios na profundidade II;
 - LNV02: ensaios na profundidade III;
 - LNV03: ensaios na profundidade II; e em elutriato de sedimento;
 - RGN02: faltou ensaio crônico com *Ceriodaphnia dubia* na matriz água;
 - RGN03: faltou ensaio crônico com *Ceriodaphnia dubia* na matriz água;
 - RGN04: faltou ensaio crônico com *Ceriodaphnia dubia* na matriz água;
 - RGN05: faltou ensaio crônico com *Ceriodaphnia dubia* na matriz água;

- RMH01: o laudo dos ensaios na matriz água não abriu;

Solicita-se informação sobre: 1) qual o padrão de volume coletado para cada matriz, segundo exigências de norma que tratam deste escopo e orientações do laboratório de análise; 2) qual o volume que chegou no laboratório, com dado preciso e constante na cadeia de custódia; 3) qual o volume utilizado no ensaio; 4) qual o volume sobressalente coletado para garantir eventuais situações em que haja necessidade de se repetir ensaios; 5) como foi a estratégia para tratar a não conformidade.

Destaca-se que a justificativa de dados inconclusivos e ausência de amostras para reanálise **NÃO FOI ACEITA** pela equipe do GTA-PMQQS, uma vez que os ensaios devem obedecer normativas que garantam a coleta e adequado armazenamento de amostras com volume sobressalente para eventuais reanálises. Desta forma esse GTA-PMQQS sugere que a CTSHQA aplique a penalidade de **ADVERTÊNCIA**, e solicita que seja apresentado um plano para correção dessas incoerências. A não observância de uma estratégia corretiva impactará na adequada continuidade do monitoramento.

Diante das inconsistências dos documentos apresentados, que apresentam dados dos ensaios ecotoxicológicos de Janeiro/2019, esse GTA-PMQQS considerou inviável a análise da planilha com a aplicação do validador V8. Informa-se que tão logo a mesma seja adequada e reapresentada, se dará prosseguimento na análise e conferência dos dados.

2.2. Relatório de QA/QC – fevereiro/2019 a abril/2019 - OFI.NII.072019.7175-02

Para o período em análise foi observado:

- a) Os validadores V4, V5, V6 e V8 não apresentaram percentual de dados invalidados, de acordo com o Quadro 5.1;
- b) O validador V1 obteve 0,10% de dados invalidados. Entretanto, não é descrito quais parâmetros que tiveram dados invalidados;
- c) O percentual de dados invalidados pela aplicação do V2 diminuiu em relação ao período anterior, demonstrando uma melhora na coleta ou transporte das amostras. Entretanto, o percentual de dados invalidados por alteração de pH (2,68% para água e 7,14% para sedimento) ainda é motivo de atenção, observado a importância do pH para a manutenção da integridade das amostras;
- d) O V3 permanece com altos percentuais de dados invalidados (24,83%). Observa-se ainda que, no período amostral em análise, muitas coletas em estuários não foram realizadas por questões de acesso, o que pode fazer este percentual aumentar se comparado com a quantidade de amostras que deveria ser coletada e não teve sucesso;
- e) Destaca-se aqui que algumas amostras foram perdidas, mostrando a falta de zelo pelas mesmas e comprometimento com os resultados esperados. Tal acontecimento não deve ser reportado apenas como um evento, e sim investigado e tomado providências para que tal fato não se torne rotina no âmbito do PMQQS. Este fato indica inconsistências também na cadeia de custódia.
- f) No tocante ao Validador V8, destaca-se que os dados dos ensaios de ecotoxicidade, analisados foram 1) dados planilhados nas abas V8-a; V8-b; V8-c e V8-d do documento em V1aV8-fev19aabr19.xls; 2) “Relatório de Consistência dos Dados”; e 3) Laudos laboratoriais. Algumas inconsistências foram verificadas e pontuadas abaixo:

- Ausência de resultados de *Ceriodaphnia dubia* e *Raphidocelis subcapitata* em amostras de água na estação amostral RCA04. Segundo o relatório de consistência de dados e a planilha de aderência não foi possível coletar

amostras

devido à falta de acesso ao ponto RCA 04 porque o proprietário do terreno não autorizou a entrada da equipe de coleta, não ocorrendo, portanto, resultados para análises físico-químicas, fitoplâncton, zoobentos, descarga líquida e ecotoxicidade.

- Ausência de resultados de *Ceriodaphnia dubia* em amostras de elutriato de sedimento nas estações amostrais RCA01; RCA02, RDO03 e RPC03. Segundo o relatório de consistência de dados e a planilha de aderência não foi possível coletar amostras de sedimento por razão da dificuldade de acesso.
- Ausência de resultados de *Danio rerio*, *Daphnia similis*, *Raphidocelis subcaptata* e *Ceriodaphnia dubia* em amostras de água e sedimento na estação amostral LLM03 – Profundidade II. Segundo o relatório de consistência de dados, planilha de aderência e documento denominado “Carta Controlada – nº 044/2019” emitida pelo Laboratório ALS a justificativa foi extravio de amostra:

“Vimos através desta esclarecer que a amostra do código 5505701 – coletada em 16/04/2019 as 11h54min, identificada como: LLM 03 – Colatina – Lagoa do Limão 03, referente aos ensaios de Toxicidade Aguda com *Daphnia similis*, Toxicidade Aguda com *Danio rerio*, e com Toxicidade Crônica com *Raphidocelis subcaptata* pertencente ao processo comercial 6520/2018, não poderá ser analisada devido ao extravio das amostras durante o transporte entre unidades da ALS.”

Solicitam-se esclarecimentos das ações corretivas e da razão da amostra não ter sido coletada novamente assim que foi detectado o extravio.

- Ausência de resultados de *Ceriodaphnia dubia* e *Raphidocelis subcaptata* em amostras de água e sedimento na estação amostral RDO10. Segundo o relatório de consistência de dados e a planilha de aderência não foi possível coletar amostras no mês de abril nesse ponto devido à falta de autorização da Prefeitura de Resplendor (que emitiu um ofício desautorizando coletas no município no mês de abril/2019) e, por isso, o ponto RDO 10 não teve coleta neste mês. Todavia, ao analisar os laudos laboratoriais, verificou-se que amostra de sedimento foi coletada no mês de maio (25/05/2019) para análise ecotoxicológica com *Ceriodaphnia dubia* em elutriato.

Desta forma, solicitam-se maiores esclarecimentos sobre a readequação do cronograma de análises ecotoxicológicas, sem informar oficialmente o GTA-PMQQS/CT-SHQA, e já que o cronograma foi alterado, solicita-se justificativa do porquê as amostras de água não foram amostradas.

- Ausência de resultados de *Ceriodaphnia dubia* e *Raphidocelis subcaptata* em amostras de água e sedimento na estação amostral RDO10. Segundo o relatório de consistência de dados e a planilha de aderência não foi possível coletar amostras no mês de abril nesse ponto devido à falta de autorização da Prefeitura de Resplendor (que emitiu um ofício desautorizando coletas no município no mês de abril/2019) e, por isso, o ponto

RDO 10 não teve coleta neste mês. Todavia, ao analisar os laudos laboratoriais, verificou-se que amostra de sedimento foi coletada no mês de maio (25/05/2019) para análise ecotoxicológica com *Ceriodaphnia dubia* em elutriato.

Solicita-se esclarecimento.

- Verificou-se que o CENO (maior concentração da amostra que não causa efeito deletério estatisticamente significativo em relação ao controle, nas condições do ensaio) em diversas amostras foi registrado como menor que 6,25% (<6,25%).

Todavia, considerando que as normas estabelecem um intervalo de soluções-teste entre 3,10% a 100%, orienta-se que seja analisada a menor concentração proposta, de 3,10%, a fim de verificar se nessa menor concentração não se observa efeito deletério ou mesmo assim a amostra permanece evidenciando efeito.

2.3. Respostas aos Questionamentos da NT n.º 30 GTA-PMQQS.

Os encaminhamentos e solicitações da NT n.º 30 GTA-PMQQS estão descritos na Tabela 1, assim como se foram ou não atendidos.

Tabela 1. Encaminhamentos da NT n.º30 e Atendimento

Encaminhamento	Atendimento
1. O elevado número de amostras invalidadas para os parâmetros pH (23,13 %) e condutividade (42,37 %) demonstra problemas nos procedimentos que estão sendo utilizados para mensurar estes parâmetros. Assim, solicita-se que se informe em qual etapa está ocorrendo falha no procedimento e as ações corretivas necessárias;	Não atendido. Não foi informado/investigado o motivo para o elevado número de amostras invalidadas para pH e condutividade e destacado nos relatórios.
2. No item 5.2 – Procedimentos de amostragem e análise é informado que para a maioria dos pontos amostrais, apresentou-se apenas a ficha de campo, visto que a cadeia de custódia se faz necessária apenas quando o laboratório contratado para a análise é diferente da equipe que faz as coletas. Este GTA solicita que seja comprovado que os dados da ficha de campo são equivalentes à cadeia de custódia, e que esteja de acordo como o Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras da ANA/CETESB;	Não atendido. Não foi mencionado ou comprovado que os dados da ficha de campo são equivalentes à cadeia de custódia, e que esteja de acordo como o Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras da ANA/CETESB;
3. No Quadro 5.2 é informado que nos meses de agosto, setembro e outubro/2018 não foi realizada a coleta de macroinvertebrados bentônicos. A justificativa apresentada foi a impossibilidade de acesso devido à falta de embarcação. Entretanto, este problema somente foi informado para a Fundação Renova, via ofício, em 04/10/2018, de acordo com o anexo ANX5-4. Este GTA entende que qualquer problema que inviabilize qualquer etapa dos procedimentos de coleta e determinações de campo, deve ser relatado tempestivamente de forma a não comprometer as coletas posteriores e, principalmente, a obtenção dos dados;	Não Atendido. Os problemas operacionais não são relatados tempestivamente, e geralmente as coletas comprometidas, ficando assim períodos em que as coletas simplesmente não são realizadas.

Encaminhamento	Atendimento
4. No Quadro 5.2 são indicadas ausência de dados devido a diversas causas. Solicitamos que seja incluída nova coluna com indicação das ações tomadas para que não se repitam os problemas verificados na coluna de causa;	Atendido
5. Solicita-se que seja alterado o Limite de Quantificação (LQ) do parâmetro Arsênio Total de modo que este seja inferior a 0,14 µg/L que é o padrão da Resolução CONAMA 357/2005 para corpos d'água onde haja pesca ou cultivo de organismos para fins de consumo humano;	Não Atendido e nem justificado o não atendimento. A solicitação do uso de métodos analíticos compatíveis com o limite da legislação permanece desde o início das análises.
6. Solicita-se que sejam reportados os resultados das reanálises de fitoplâncton e perifíton, uma vez que este GTA entende que houve tempo hábil para que essas amostras fossem reanalisadas e incluídas neste Relatório;	Não Atendido. Destaca-se que foi reportado problemas com laboratório contratado e novo fornecedor está sendo considerado para as análises biológicas do PMQQS.
7. Solicita-se uma reformulação na logística das coletas em estuário e zona costeira para que essas amostras não fiquem mais de 24 horas em campo e cheguem ao laboratório com uma temperatura adequada;	Não Atendido. É descrito que medidas serão tomadas, mas as mesmas não são apresentadas e novamente é observado amostras chegando no laboratório fora do período de 24hs.
8. Solicita-se que as sugestões elencadas pela Ecology Brasil no Anexo ANX. 5-8 – Relatórios de vistoria no laboratório analítico sejam implementadas. Recomenda-se também a atualização das referências para quesitos taxonômicos utilizados, bem como que todas as questões técnico-científicas sejam atendidas conforme recomendações existentes no Anexo. Para comprovação das adequações deverá ser apresentado um relatório de conformidades no prazo de 30 (trinta) dias.	Não Atendido. Não é descrito se as recomendações foram implementadas.
9. Solicita-se esclarecimento do motivo dos dados de comunidades biológicas terem sido considerados válidos, uma vez que o Relatório de QA/QC relata uma série de problemas na identificação das espécies. Enquanto esse esclarecimento não for feito, os dados não poderão ser divulgados.	Não Atendido. Não há justificativas nos relatórios apresentados para considerar válidos os dados com problemas.
10. Solicita-se revisão dos dados de nível, profundidade máxima e vazão de todos os pontos da aba “Descarga Líquida” do BD PMQQS. Enquanto esse esclarecimento não for feito, os dados não poderão ser divulgados;	Não Atendido. Não há justificativas ou relato nos relatórios da solicitação;
11. Solicita-se rever os dados apresentados para Descarga Sólida, com relação a concentração relativa de pelos métodos de Colby e Eisten e caso necessário recalculá-los. Enquanto essa revisão não for realizada, os dados não poderão ser divulgados;	Não atendido. A especialista da Fundação Renova entrou em contato com membros do GTA-PMQQS informalmente e explicou os dados. Mas não foi enviado ofício com a solicitação.
12. Solicita-se a apresentação dos dados do parâmetro Cianeto, visto que os mesmos não foram localizados na planilha enviada.	Não atendido. Os dados não foram apresentados e destacados nos relatórios apresentados.

3. ENCAMINHAMENTOS

Observado os problemas em reportar ao GTA-PMQQS, à CT-SHQA e ao CIF as solicitações elencadas, mesmo observando a melhoria nas campanhas amostrais reportadas pela redução de dados invalidados, este GTA-PMQQS recomenda que a Fundação Renova seja notificada a cumprir os itens acima elencados, e num prazo de 30 dias reportar as providências e/ou justificativas técnicas ao GTA-PMQQS.

No tocante a publicização dos dados já validados, a recomendação do GTA-PMQQS ao CIF é que os dados referentes ao período de novembro de 2018 a abril de 2019 referentes aos parâmetros físico-químicos de água e sedimentos sejam tempestivamente publicados.

Equipe Técnica responsável pela elaboração da Nota Técnica:

- Ana Paula Montenegro Generino (Especialista em Recursos Hídricos da Agência Nacional de Águas – ANA)
- Emilia Brito (Agente de Desenvolvimento Ambiental e Recursos Hídricos - IEMA)
- Gilberto Arpini Sipioni (Tecnólogo em Saneamento Ambiental – IEMA)
- Thatiana Cappi (Agente de Desenvolvimento Ambiental e Recursos Hídricos – IEMA)
- Maria Dulce Chicayban Monteiro de Castro (Analista Ambiental - IBAMA)

Nota Técnica aprovada em 11/10/2019

Maurrem Ramon Vieira
Coordenação do GTA PMQQS