

Programa de Monitoramento Quali-Quantitativo Sistemático de Água e Sedimentos

Programa de Garantia e
Controle de Qualidade - QA/QC -
Relatório Trimestral

Fevereiro 2019

Programa de Monitoramento Quali-Quantitativo Sistemático de Água e Sedimentos

Programa de Garantia e
Controle de Qualidade - QA/QC -
Relatório Trimestral

Fevereiro 2019

Apoio:

SUMÁRIO

1 - APRESENTAÇÃO.....	1
2 - INTRODUÇÃO	2
3 - OBJETIVOS.....	3
4 - METODOLOGIA	4
4.1 - Garantia de qualidade (QA).....	4
4.2 - Controle de qualidade (QC) – campo e analítica.....	4
5 - RESULTADOS.....	9
5.1 - Conformidade e consistência dos dados	9
5.2 - Procedimentos de amostragem e análise	12
5.3 - Controle de qualidade laboratorial.....	14
5.4 - Equipamentos de medição automáticos	16
5.5 - Garantia da qualidade (QA).....	17
5.5.1 - Acreditação dos laboratórios contratados e subcontratados pela NBR-ISO-17025.....	17
5.5.2 - Capacitação técnica da equipe responsável.....	19
6 - CONSIDERAÇÕES FINAIS E SUGESTÕES	20
7 - EQUIPE TÉCNICA	22

ANEXOS

Anexo 5-1	Banco de dados
Anexo 5-2	Validadores e qualificadores
Anexo 5-3	Bancos e duplicatas
Anexo 5-4	Ofícios de ausência de dados
Anexo 5-5	Relatórios de amostragem
Anexo 5-6	Observações-operação e manutenção das estações automáticas
Anexo 5-7	Certificados de acreditação
Anexo 5-8	Relatórios de vistoria no laboratório analítico

Legendas

Quadro 4-1 – Validadores aplicados ao Banco de Dados, conforme NT n° 16 – GTA-PMQQS.	7
Quadro 5-1 – Avaliação resumida das inconformidades encontradas no banco de dados para amostras de água (rios, lagoas, estuários e zona costeira), para o período de agosto/2018 a outubro/2018.	10
Quadro 5-2 – Ausência de resultados no banco de dados, por problemas ocorridos nas coletas.	12
Quadro 5-3 – Inconsistência dos dados descritos nas fichas de campo	14
Quadro 5-4 – Laboratórios contratados ou subcontratados para as análises das amostras coletadas, com os respectivos certificados de acreditação.	18

1 - APRESENTAÇÃO

Este relatório foi elaborado em atendimento a Nota Técnica nº 12 do GTA-PMQQS, de 17 de agosto de 2018, que determina a apresentação trimestral, em planilhas abertas, dos dados resultantes do monitoramento do rio Doce, tributários, lagoas, zona costeira e estuarina, juntamente com o relatório do Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC).

2 - INTRODUÇÃO

O Programa de Garantia e Controle da Qualidade (QA/QC) está descrito no Anexo A do Programa de Monitoramento Quali-Quantitativo Sistemático de Água e Sedimento (PMQQS). A seguir, estão analisadas a consistência dos dados e as respectivas referências, tais como os laudos de análise, cadeias de custódia, fichas de campo, relatórios fotográficos, certificados de acreditação, ensaios interlaboratoriais e dentre outros. Todos estes documentos estão apresentados em anexo conforme descrições em cada tópico. Este relatório considera somente o período de agosto de 2018 a outubro de 2018, sendo complementar ao relatório QA/QC anterior (agosto de 2017 a julho de 2018).

3 - OBJETIVOS

O Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC) tem como objetivo fornecer informações que permitam assegurar e garantir a precisão e acurácia dos resultados obtidos no âmbito do PMQQS. Para isso esse relatório fornece os dados validados e qualificados a partir dos resultados do monitoramento trimestral ocorrido de agosto/2018 a outubro/2018, além das observações dos procedimentos de amostragem, preparação de amostras, medições de campo e análises químicas.

4 - METODOLOGIA

4.1 - Garantia de qualidade (QA)

A garantia da qualidade (QA) no processo de amostragens e análises laboratoriais foi assegurada considerando-se: 1) contratação de laboratório acreditado pela NBR ISO 17025 para os parâmetros que serão analisados no PMQQS; 2) verificação ou ajuste de instrumento de medição para desempenho compatível ao seu uso; 3) descontaminação dos equipamentos, instrumentos e materiais de coleta (não descartáveis) e calibração de equipamentos; 4) verificação e manutenção das Estações Telemétricas: TIPO I com turbidímetro (semanal) e sem turbidímetro (bimestral) e TIPO II (semanal).

4.2 - Controle de qualidade (QC) – campo e analítica

Para garantir a qualidade da amostragem de água superficial e sedimento foram utilizados brancos de equipamentos por matriz a cada dia, sendo este limitado a 20 amostras (ABNT NBR 16435/2015); brancos de equipamento e duplicatas de campo por matriz, com frequência mínima de 5% por dia, sendo este limitado a 20 amostras. As amostras QC foram tratadas da mesma forma que as demais amostras e enviadas ao laboratório para serem submetidas às mesmas análises. Além disso, para o controle analítico foram realizados brancos de métodos, duplicatas de laboratório, materiais de referência certificado (MRC) e análises interlaboratoriais.

Os procedimentos de amostragem foram registrados de maneira sistemática em formulários específicos (fichas de campo), que foram preenchidos no momento da amostragem. As fichas foram elaboradas por matriz e continham, no mínimo: registros das observações sobre as condições de amostragem, equipamentos utilizados, as não conformidades ou anomalias verificadas durante o processo de amostragem, frascos e preservantes utilizados e resultados dos parâmetros físicos e

químicos. Posterior a esse procedimento, as fichas de campo foram digitalizadas e um relatório de campo foi gerado para cada trecho.

Os frascos devidamente identificados e os preservantes utilizados foram fornecidos pelos laboratórios responsáveis pelas análises químicas, conforme as recomendações analíticas do Anexo C do PMQQS. O material foi entregue aos laboratórios de análise com as respectivas fichas de campo ou cadeias de custódia, contendo a identificação do projeto, os responsáveis pela amostragem, a identificação do técnico responsável pela entrega e pelo recebimento das amostras no laboratório, a identificação da amostra, data e hora de coleta e entrada no laboratório, analitos de interesse e temperatura de chegada ao laboratório.

Para a geração dos laudos analíticos foram obedecidos todos os requisitos estabelecidos pela norma ABNT NBR ISO/IEC 17025, como por exemplo, identificação do projeto, nome, endereço, identificação da amostra, matriz e unidade de medida coerente com a matriz. Resultados de matriz sólida foram expressos em base seca, incluindo a porcentagem de sólidos e limite de quantificação compatível com o método. As informações sobre os controles de qualidade laboratoriais foram apresentadas nos respectivos laudos.

O processo de gestão de dados implementado como parte dos procedimentos de QA/QC, se deu através do sistema Monitor Pro 5 (MP5) contratado pela Fundação Renova. Os dados das coletas manuais reportados pelos laboratórios no arquivo PDF foram digitalizados sem interferência humana para arquivos no formato CSV. Um processo de revisão manual fez parte do fluxo de trabalho de dados atual. Após todas as etapas, os resultados ficam disponibilizados aos órgãos ambientais e demais entidades cujo *login* e senha foram disponibilizados pela Fundação Renova.

Para as estações automáticas, foi disponibilizado aos órgãos e autoridades um supervisório WEB onde foi possível visualizar, em tempo real, as medições das estações, alarmes de integridade dos equipamentos, gráficos, além de permitir exportar dados. Considerando o montante dos dados gerados e como ainda não existe uma rotina de validação definida para as estações automáticas, os

dados são mantidos no MP5, sendo retirados apenas aqueles considerados errados, tais como: valores negativos dos parâmetros e valores de pH fora da faixa de 0 a 14.

O MP5 foi previamente configurado para executar um pequeno conjunto de verificações básicas de dados, impedindo que dados inválidos sejam carregados, como, por exemplo, dados fora das faixas usualmente esperadas para cada parâmetro. Além disso, procedeu-se uma análise crítica manual sobre os dados entregues pelos laboratórios. Nesta análise manual, foram realizadas marcações nos dados com um qualificador que indicou eventos pertinentes de serem reportados como, por exemplo, contaminação da amostra no laboratório. Essas verificações manuais de dados foram realizadas antes que este fosse importado para o MP5, de modo que no sistema consistam apenas resultados aprovados ou marcados com as suas devidas observações no software.

Após importação com êxito dos dados para o MP5, mas antes da utilização dos dados neste relatório, da liberação da planilha para futuros gráficos e da discussão dos resultados, foram aplicados validadores e qualificadores aos dados, conforme determinado pela NT n° 16 do GTA-PMQQS, de 22 de outubro de 2018.

Os validadores são utilizados para identificar eventuais dados inválidos, de forma a garantir a integridade do banco de dados. Assim, quando um validador é aplicado e o dado considerado inválido, os laudos devem ser confrontados a fim de verificar se a digitação foi correta. Em caso afirmativo de dado inválido é procedida sua remoção do banco de dados. Havendo tempo hábil, a repetição da análise deverá ser solicitada ao laboratório contratado e o processo de validação reiniciado.

O **Quadro 4-1** apresenta os validadores aplicados aos dados resultantes do monitoramento no âmbito do PMQQS e a ação a ser tomada caso o dado não obedeça ao critério pré-estabelecido.

Quadro 4-1 – Validadores aplicados ao Banco de Dados, conforme NT n° 16 – GTA-PMQQS.

Validador/Equação	Ambiente e/ou compartimento aplicado	Ação em caso de dado inválido
V1) Limite de quantificação \leq [Parâmetro dissolvido] $\leq 1,2 \times$ [Parâmetro total]	Todos os ambientes (águas interiores, estuários, zona costeira) e compartimentos (água, sedimentos)	Descartar os dados inválidos de concentração do parâmetro dissolvido e do parâmetro total
V2) $ \text{pH}_{\text{campo}} - \text{pH}_{\text{lab}} \leq 1$	Todos os ambientes e compartimentos	Descartar o dado inválido de pH_{lab}
V3) $0,85 \leq (\text{CE}_{\text{campo}}/\text{CE}_{\text{lab}}) \leq 1,15$	Todos os ambientes e compartimentos	Descartar o dado inválido de CE_{lab}
V4) $0,92 \leq (\text{Sólidos totais}/\text{SST} + \text{SDT}) \leq 1,12$	Todos os ambientes e compartimentos	Descartar dados de Sólidos dissolvidos totais
V5) $0 \leq \text{pH} \leq 14$	Todos os ambientes e compartimentos	Descartar o dado inválido de pH
V6) [Oxigênio Dissolvido] ≤ 15 mg.L^{-1}	Todos os ambientes aquáticos	Descartar o dado inválido de oxigênio dissolvido
V7) Temperatura da água $\leq 35^{\circ}\text{C}$	Todos os ambientes aquáticos	Descartar o dado inválido de temperatura da água
V8) Ensaios ecotoxicológicos (um validador específico para cada ensaio utilizado)	Ensaios de toxicidade aguda e crônica	Descartar o dado inválido

Posteriormente, após a exclusão dos dados no banco de dados e da conferência dos laudos, a informação foi retirada manualmente do sistema MP5.

Posteriormente a essa etapa, qualificadores foram definidos pela mesma nota técnica, considerando o balanço iônico, a série histórica e as características do ambiente. Para esses qualificadores, os critérios não invalidam os dados, mas identificam valores anômalos e, para tanto, são identificados em cores diferenciadas no banco de dados.

Ao todo foram aplicados 4 qualificadores, que incluem a comparação do valor mensurado com as concentrações máxima e mínima da série histórica, a conferência do total mensurado de determinado parâmetro (se é maior ou igual a soma do valor mensurado em suas frações), o balanço iônico, além da observação se o valor de pH mensurado se encontra dentro da escala usualmente avaliada em referências bibliográficas. Após essa etapa, mais uma vez procede-se a conferência dos laudos e, quando possível, solicita-se a repetição das análises laboratoriais.

5 - RESULTADOS

Os resultados obtidos para as amostragens de água, sedimentos, biota aquática e ensaios ecotoxicológicos do período compreendido entre agosto de 2018 a outubro de 2018 em pontos amostrais localizados no rio Doce, tributários, lagoas, zona costeira e estuários estão disponíveis em planilha Excel no **Anexo 5-1**.

5.1 - Conformidade e consistência dos dados

De acordo com a NT n° 16 do GTA-PMQQS, validadores pré-definidos devem ser aplicados aos dados analisados e quando detectada a inconsistência, o dado deverá ser retirado da planilha. Assim, dos 8 (oito) validadores aplicados, foram retirados 588 dados em um total de 24.951 análises realizadas no período, o que significa 2,36% dos dados estavam inconsistentes (**Quadro 5-1**). As planilhas contendo todos os validadores estão no **Anexo 5-2**.

Quadro 5-1 – Avaliação resumida das inconformidades encontradas no banco de dados para amostras de água (rios, lagoas, estuários e zona costeira), para o período de agosto/2018 a outubro/2018.

VALIDADOR	QUANTIDADE DE AMOSTRAS	DADOS NÃO VALIDADOS	% DADOS NÃO VALIDADOS
V1) Limite de quantificação \leq [Parâmetro dissolvido] $\leq 1,2 \times$ [Parâmetro total]	432 de cada parâmetro	1	0
V2) $ \text{pH}_{\text{campo}} - \text{pH}_{\text{lab}} \leq 1$	804 (água) 333 (sedimento)	186 21	23,13 6,30
V3) $0,85 \leq (\text{CE}_{\text{campo}}/\text{CE}_{\text{lab}}) \leq 1,15$	871	369	42,37
V4) $0,92 \leq (\text{Sólidos totais}/\text{SST} + \text{SDT}) \leq 1,12$	1.080	11	1,02
V5) $0 \leq \text{pH} \leq 14$	876	0	0
V6) $[\text{OD}] \leq 15 \text{ mg.L}^{-1}$	444	0	0
V7) Temperatura da água $\leq 35^{\circ}\text{C}$	443	0	0
V8) Ensaio ecotoxicológico:			
<i>Ceriodaphnia dubia</i>	111 70 água e 41 sedimentos)	0	0
<i>Pseudokirchneriella subcapitata</i>	66	0	0
<i>Daphnia similis</i>	33	0	0
<i>Danio rerio</i>	33	0	0

Para todos os resultados não validados foi realizada uma busca em cada laudo analítico, de modo a confirmar se os valores indicados nos laudos conferem com os do banco de dados (BD). Nessa busca, alguns laudos estavam ausentes ou apresentaram problemas, conforme demonstrado no **item 5.3 - Controle de qualidade laboratorial**.

Os resultados dos brancos analíticos também estão no **Anexo 5-3**, na planilha “brancos e duplicatas”. A maior parte dos resultados gerados ficou abaixo dos limites de quantificação dos

métodos, indicando assim uma boa higienização dos equipamentos e garantindo a qualidade dos resultados dos brancos. Algumas exceções ocorreram para a análise de alcalinidade, fluoreto, cloreto e sulfato, sendo necessário maior cuidado por parte da equipe de campo e do laboratório de análise.

Os resultados de duplicatas das amostras, no geral, conferem com os resultados correspondentes, variando abaixo dos 20% aceitáveis como comparação (**Anexo 5-3**). Algumas inconsistências foram observadas para os dados mensurados em campo, seguido da avaliação em laboratório, como é o caso de *E. coli* e nitrito, no caso de águas de rios, lagoas, zona costeira e estuários. Para a matriz sedimentos, no geral as maiores diferenças entre amostras e as duplicatas ocorreram nas frações granulométricas e no potencial redox.

Alguns resultados não foram apresentados por problemas ocorridos nas coletas. Os pontos e as causas da ausência de material estão indicados no **Quadro 5-2** e os ofícios justificando as ausências estão no **Anexo 5-3**. Apesar dessas ausências de dados estarem justificadas em ofício, alguns resultados estão ausentes do banco de dados e a justificativa encontra-se no laudo analítico, de modo que os resultados *in situ* de condutividade não foram registrados. São eles: RSA 01, RDO 06, RPG 01, RDO 01, RDO 03, RDO 05, RDO 04 e RPC 03, todos em outubro/2018. Nos respectivos laudos consta a observação que a condutividade *in situ* foi excluída por problema analítico de medição. Complementarmente, algumas análises não ocorreram, não apenas por ocasionalidades nas coletas, como também por problemas analíticos. O registro destas falhas é regularmente acompanhado pelo programa, para o cálculo do indicador de aderência ao plano de coleta e análises laboratoriais.

Quadro 5-2 – Ausência de resultados no banco de dados, por problemas ocorridos nas coletas.

Ponto	Mês	Matriz	Causa
RPC 03	agosto/2018 setembro/2018 outubro/2018	Zoobentos	Falta de acesso para o barco
RGN 03	setembro/2018	Descarga líquida	Dados invalidados por problemas no programa de medição de dados (arquivo corrompido)
RPC 03 RCA 02	outubro/2018	Sedimentos (físico-químicos) e toxicológico	Falta de acesso para o barco
ERD 01 ERI 02	Agosto/2018	CTD	Sem profundidade suficiente para o uso completo do equipamento (relatado pela ficha de campo)
ERC 02 (P50) e RGN 07	Setembro/2018	Turbidez	Não houve registro de medição <i>in situ</i>
ZCN 07 (P15)	Setembro/2018	ORP	Não houve registro de medição <i>in situ</i>
RPG 01	Setembro/2018	Temperatura da água	Não houve registro de medição <i>in situ</i>
ERI 01 (P50)	Outubro/2018	ORP	Não houve registro de medição <i>in situ</i>
EPA 02 e ERI 01	Outubro/2018	Sedimento	Não houve registro de espessura do rejeito depositado

5.2 - Procedimentos de amostragem e análise

Os procedimentos de amostragem e análise adotados ocorreram em conformidade com as normas técnicas de referência para coleta de amostras de água sedimento e biota aquática, bem como os métodos de análise utilizados para cada parâmetro. Os frascos e preservantes utilizados para as amostragens foram condizentes com o método analítico proposto.

A temperatura de transporte foi adequada, chegando ao laboratório com registros de $4\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Algumas fichas de coleta de organismos bentônicos indicaram a temperatura de recebimento no laboratório em 16 °C , o que não afeta a amostra em função da fixação dos organismos com formol. No entanto, nesses pontos o registro de temperatura das amostras de sedimentos também foi elevado, o que prejudicaria a análise dos parâmetros químicos.

As fichas de campo e as cadeias de custódia estão disponibilizadas no *sharepoint* da Fundação Renova. Para a maioria dos pontos amostrais, apresentou-se apenas a ficha de campo, visto que a cadeia de custódia se faz necessária quando o laboratório contratado para a análise é diferente da equipe que faz as coletas. Porém, a empresa ALS Corplab, que faz a maioria das análises é a mesma que faz as coletas e, portanto, as informações contidas nas fichas de campo bastam para orientar e rastrear o material de interesse para análise. Quando o laboratório analítico subcontrata outro parceiro para a análise, a ficha de custódia faz-se necessária.

Complementar às fichas de coleta, os relatórios de amostragem estão registrados no **Anexo 5-5**. Os relatórios apresentam todas as informações contidas nas fichas de coleta digitalizadas, incluindo registros fotográficos, pelos quais é possível verificar a utilização dos equipamentos de proteção individual pelos responsáveis pela coleta, bem como o acondicionamento das amostras e os equipamentos, tudo dentro do padrão solicitado no PMQQS. Além disso, contém os registros de calibração e verificação de equipamentos de campo, cuidado fundamental para obtenção de bons resultados de análise.

O tempo em trânsito foi adequado para a maioria das amostras, porém algumas ultrapassaram o período de 24h entre a data de coleta e o recebimento pelo laboratório. Essas fichas estão apresentadas no **Quadro 5-3**, as quais descrevem as situações em que outras inconformidades foram relatadas, com os respectivos pontos amostrais.

Quadro 5-3 – Inconsistência dos dados descritos nas fichas de campo

Mês da campanha	Ponto	Situação
Setembro/2018	ECR 01, ECR 02, EIT 01, EIT 02, ZCN 06 e ZCN 07	Data de recebimento da amostra pelo laboratório superior a 24h da coleta
Outubro/2018	ECR 01, ECR 02, EIT 01 e EIT 02, ECR 02, ERU 01, ZCN 06, ZCN 07 e ZCN 08	Data de recebimento da amostra pelo laboratório superior a 24h da coleta

As fichas de informação de segurança dos produtos químicos (FISPQ) utilizados como preservantes foram disponibilizadas em relatórios anteriores juntamente com o plano de segurança para produtos controlados. À época, também foram disponibilizados os procedimentos gerais praticados pelo laboratório responsável pelas amostragens, considerando o controle dos processos, os procedimentos de amostragem, o controle da conformidade dos resultados e dos materiais e padrões, além dos prazos de validade para cada amostra desde sua coleta.

5.3 - Controle de qualidade laboratorial

Os limites de quantificação (LQ) dos métodos trabalhados atenderam aos requisitos previstos no PMQQS (tabela 4-Anexo C do PMQQS), sendo todos eles iguais ou menores que os limites preconizados pela legislação vigente. Algumas exceções ocorreram, quando era necessário diluir a amostra, especialmente nas matrizes salinas ou salobras. Neste caso, os LQs também foram multiplicados pelo fator de diluição da amostra, uma vez que o LQ do método é utilizado para uma determinada massa ou volume inicial de amostra.

Os brancos dos métodos estão ao final de cada laudo analítico, que estão disponibilizados no *sharepoint* da Fundação Renova. Por esses resultados é possível avaliar o controle de qualidade dos laboratórios e o de LCS (amostras de controle), que tiveram recuperação dentro do aceitável quando fortificados por “*spike*”, sendo, portanto, satisfatórios para os limites de quantificação de cada

método. Os brancos “cegos” foram coletados e enviados aos laboratórios identificados como amostra usual, sendo possível de ser reconhecida apenas através do número 100 no registro da amostra. Os resultados desses brancos estão registrados em planilha no **Anexo 5-3**.

Os certificados dos materiais de referência (MRC) foram apresentados em relatórios anteriores, da mesma forma que os resultados das análises de proficiência (ensaios interlaboratoriais). Destaca-se que o próprio laboratório contratado possui procedimentos de controle de qualidade e que os interlaboratoriais fazem parte desse procedimento, sendo necessárias participações constantes para controle e gestão do próprio desempenho frente a seus processos analíticos.

Todos os laudos analíticos referentes às análises bióticas e abióticas estão disponibilizados no *sharepoint* da Fundação Renova. Problemas de laudos ausentes ou em localização errada foram informados previamente à Fundação Renova e prontamente corrigidos.

Os laudos referentes as amostras de meiofauna e macrofauna bentônica marinha e estuarina das campanhas de julho/2018 a setembro/2018 foram invalidados por falhas nos procedimentos de análise. O ofício justificando o problema e os pontos cujas análises foram descartadas encontram-se no **Anexo 5-4**. A partir de julho/2018 as amostras desses organismos foram analisadas por dois laboratórios (ALS Corplab e Econsult). No entanto, foi verificado que o procedimento adotado pela ALS Corplab para o processamento das amostras de meiofauna estavam incorretos. Desta forma os laudos emitidos pelo laboratório foram invalidados e os dados de invertebrados bentônicos da meiofauna dos pontos EIT 01, EIT 02, EPA 01, EPA 02, ERC 01, ERC 02, ERD 01, ERI 01, ERI 02, ERM 01, ERM 02, ERU 01, ZCN 06, ZCN 07, ZCN 08, ZCN 09 e ZCN 10 das campanhas de julho, agosto e setembro/2018 foram excluídos do MP5.

5.4 - Equipamentos de medição automáticos

As estações automáticas tiveram sua verificação ininterrupta, salvo quando por impossibilidade de acesso ou problemas reportados com a sonda. Alguns problemas relativos ao período compreendido neste relatório estão indicados no relatório de falhas nas estações automáticas (**Anexo 5-6**). Grande parte das falhas foi referente a picos isolados ou valores iguais a zero, por problemas ocorridos no momento da manutenção pela equipe de campo ou ainda problemas relacionados ao período chuvoso, como acúmulo de material, por exemplo. Alguns eventos serão brevemente relatados a seguir:

- Aumento do nível do rio devido às chuvas provocou acúmulo de material na estrutura de acondicionamento da sonda, gerando picos de turbidez em RDO 05, em agosto/2018. Os dados foram invalidados;
- De acordo com relatos da equipe de campo em 25/09/2018, existe atividade de garimpo a montante da estação RGN 01, o que pode alterar a condição de turbidez, com possibilidade de ocorrer picos de turbidez nesse ponto;
- Picos de turbidez ocorridos entre os dias 5 e 8 de outubro/2018, em RCA 02, devido ao acúmulo de material na estrutura da sonda. A manutenção não ocorreu anteriormente por impossibilidade de acesso ao local. Ainda na mesma estação, ocorreu elevação dos valores de pH entre os dias 12 a 16 do mesmo mês, o que após a manutenção a sonda retornou ao funcionamento normal.

O banco de dados referente às estações automáticas está no **Anexo 5-1**, alguns picos foram observados. Essas possíveis inadequações foram marcadas no BD para que a Fundação Renova faça uma averiguação. São eles:

- O ponto RDO 16 apresentou elevados picos de condutividade, o que condiz com a condição de maré a qual este ponto está submetido;
- O nível de água aumentou além do habitual para o ponto RDO 04, em outubro de 2018, precisamente entre os dias 23 a 27, porém com picos ocorrendo também nos dias 11 e 14. Foi detectado problema eletrônico no medidor de nível da estação, sendo o mesmo substituído na primeira semana de novembro/2018;
- Também foi marcado no BD: concentrações de oxigênio dissolvido abaixo de $3,5 \text{ mg.L}^{-1}$ e saturado 0%, de clorofila-*a* acima de $200 \text{ } \mu\text{g.L}^{-1}$, de pH acima de 10, de turbidez acima de 1.050 NTU e condutividade elétrica acima de $150 \text{ } \mu\text{S.cm}^{-1}$. Várias dessas alterações estão descritas no **Anexo 5-6**.

5.5 - Garantia da qualidade (QA)

5.5.1 - Acreditação dos laboratórios contratados e subcontratados pela NBR-ISO-17025

Os certificados de acreditação na ABNT NBR ISO 17025/2015 junto ao INMETRO dos laboratórios contratados e subcontratados estão disponíveis para visualização no **Anexo 5-7**. As razões sociais de cada laboratório e sua referida acreditação estão resumidas no e todas estão ativas no INMETRO.

Quadro 5-4 – Laboratórios contratados ou subcontratados para as análises das amostras coletadas, com os respectivos certificados de acreditação.

Razão Social	Nome do Laboratório	Número Acreditação INMETRO	Data da acreditação	Última revisão do escopo	Parâmetros acreditados
Corplab Serv. Análises Ambientais	ALS Corplab	CRL-0241	18/01/2007	01/10/2018	Químicos e coliformes (água). Amostragens (água e sedimento), fitoplâncton e macroinvertebrados bentônicos
Tecam Tecnologia Ambiental Ltda.	Tecam Tecnologia Ambiental Ltda.	CRL-0395	12/02/2010	26/12/2018	Ecotoxicológicos (água e sedimento)
Corplab Serviços Analíticos e Ambientais Ltda.	Corplab Serviços Analíticos e Ambientais Ltda.	CRL-0222	01/09/2006	06/04/2018	Varredura de íons, metais, dureza, alcalinidade, fenóis, série de fósforo, série de sólidos, clorofila e feofitina, outros (água e sedimento)
Econsult Estudos Ambientais Ltda.	Econsult Estudos Ambientais Ltda.	CRL-0760	08/12/2014	26/06/2017	Invertebrados bentônicos

As análises de granulometria e de vazão (descarga líquida) realizadas pela Labmar Meio Ambiente e Geologia Marinha Ltda. não possui acreditação pelo INMETRO. Estas análises não são rotineiras e por isso existe dificuldade em serem contratadas com a respectiva acreditação pelo INMETRO. Este laboratório é certificado pela Fundação Vanzonili, sob o registro SQ-17015 e foi subcontratado pela ALS para estas análises. As análises de chumbo 210 foram realizadas em laboratório da Universidade Federal Fluminense (UFF), por professor pesquisador com experiência e referências publicadas na área, visto que não existem laboratórios acreditados pelo INMETRO no Brasil para esses parâmetros.

5.5.2 - Capacitação técnica da equipe responsável

O quadro de funcionários envolvidos nos trabalhos de escritório e de campo nas campanhas amostrais se manteve o mesmo desde o período anterior. Na planilha enviada naquela ocasião consta a função de cada contratado e a respectiva localidade de atuação, que pode ser confirmada nas fichas de campo e cadeias de custódia.

6 - CONSIDERAÇÕES FINAIS E SUGESTÕES

As amostragens de campo e as análises laboratoriais foram cumpridas exatamente conforme consta na metodologia, o que garantiu a qualidade dos dados apresentados. Considerando os validadores aplicados para os dados do período de agosto/2018 a outubro/2018, pouco mais de 2% foram excluídos do banco de dados por inconsistência. Poucos problemas ocorreram nas coletas, provocando exclusão de dados por causa de erros de medição, conforme relatado.

No entanto, problemas nos laudos de descargas sólidas e a subsequente inclusão desses dados no BD provocaram erros gráficos e na discussão dos resultados. Essa constatação foi reportada por trocas de e-mail e contatos telefônicos, o que foi prontamente corrigido pelo laboratório Labmar, que recalculou e corrigiu dos laudos, e após isso, a Fundação Renova corrigiu os valores no MP5.

O mesmo ocorreu com os dados de fitoplâncton, cujos laudos estavam incompletos e com cálculos realizados de forma indevida. Ressalta-se que o laboratório analítico foi trocado em julho/2018 para as análises de biota aquática. A fim de garantir a manutenção da qualidade destas análises, ocorreram vistorias técnicas ao laboratório, realizadas por consultores especializados da Ecology, cujos relatórios de avaliação encontram-se no **Anexo 5-8**. Nestas vistorias, foram detectadas algumas inconsistências e necessidades de melhoria, principalmente nas análises relativas à meiofauna bentônica e a contagem referente à variável densidade de cianobactérias. As amostras da meiofauna bentônica marinha de agosto/2018 e setembro/2018 foram perdidas, face aos problemas relatados. Por isso, a partir de outubro/2018 essas análises voltaram a ser subcontratadas e realizadas novamente pelo laboratório Econsult.

Em relação às análises de densidade de cianobactérias, face aos problemas verificados nas vistorias, a Fundação Renova iniciou um processo de triagem mais especializada nos laudos, para detectar inconsistências ou desvios que possam ter ocorrido na análise da comunidade

fitoplanctônica, sendo que 35% dos laudos foram submetidos à revisão e as amostras serão reanalisadas, uma vez que ainda estão preservadas e armazenadas no laboratório.

Na qualificação dos dados, muitos valores ficaram acima ou abaixo dos limites máximos e mínimos da série histórica, não obedecendo ao qualificador 1 (Q1). Porém, é importante mencionar que grande parte desses valores não foram quantificados por estarem dentro dos limites de quantificação dos métodos, gerando maior quantidade de dados considerados inadequados, quando na verdade os valores não foram quantificados.

7 - EQUIPE TÉCNICA

PROFISSIONAL DA ECOLOGY BRASIL E E&E	FORMAÇÃO	FUNÇÃO	REGISTRO GERAL/CTF IBAMA
Gina Luísa Carvalho Boemer	Bióloga (UFSCar), mestre e doutora em Engenharia Ambiental (USP)	Coordenação Geral	CRBio 35253/04 CTF 590812
Maria Isabel de Almeida Rocha	Bióloga (UNIRIO), mestre e doutora em Biofísica (UFRJ)	Coordenação técnica	CRBio 29943/02 CTF 7176839
Carolina Davila Domingues	Bióloga (UNISINOS/RS), mestre em Botânica (UFRGS) e doutora em Botânica (UFRJ)	Análise dos dados e elaboração do Relatório	CRBio 53691/03 CTF 3312907
Déborah Regina de Oliveira e Silva	Bióloga, mestre e doutora em Ecologia, Conservação e Manejo de Vida Silvestre (UFMG)	Análise dos dados e elaboração do Relatório	CRBio 87804/04 CTF 5810376
Petrus Magnus Amaral Galvão	Biólogo, mestre em Ecologia e doutor em Biofísica (UFRJ)	Análise dos dados e elaboração do Relatório	CRBio 115214/02 CTF 499671
Rafael Azevedo	Biólogo (UNIGRANRIO), mestre em Ecologia (UFJF) e doutor em Ecologia e Evolução (UERJ)	Análise dos dados e elaboração do Relatório	CRBio 65746/02 CTF 29785961
Vinicius Neres de Lima	Biólogo (UERJ), mestre e doutor em Ecologia e Evolução (UERJ)	Análise dos dados e elaboração do Relatório	CRBio 71212/02 CTF 2468873
Jefferson Rocha da Silva	Oceanógrafo (UERJ)	Análise dos dados e elaboração do Relatório	CTF 7157608
Vanessa Souza Romão	Analista de sistemas	Editoração	IFP 104.169.94-1