



FUNDAÇÃO  
**renova**

**PLANO DE AMOSTRAGEM E ANÁLISE DE ÁGUA, SEDIMENTO E  
MATERIAL INCONSOLIDADO NA BARRAGEM NOVA SANTARÉM,  
DIQUES S3 E S4, CÓRREGO MIRANDINHA E RIO GUALAXO DO NORTE**  
Setembro/2019

**PLANO DE AMOSTRAGEM E ANÁLISE DE ÁGUA,  
SEDIMENTO E MATERIAL INCONSOLIDADO NA  
BARRAGEM NOVA SANTARÉM, DIQUES S3 E S4, CÓRREGO  
MIRANDINHA E RIO GUALAXO DO NORTE**

## SUMÁRIO EXECUTIVO

A SRK Consulting Brasil (SRK) elaborou de um Plano de Amostragem e Análise (PAA) de água, sedimento e material inconsolidado em pontos da Barragem Nova Santarém, Dique S3 e Dique S4, de propriedade da Samarco Mineração S.A. (Samarco), além de pontos de amostragem incluindo o Córrego Mirandinha e Rio Gualaxo do Norte, todos eles localizados na alta bacia do Rio Doce.

Este Plano de Amostragem e Análise vem atender a uma demanda da Câmara Técnica de Segurança Hídrica e Qualidade da Água (CT-SHQA) do Comitê Interfederativo (CIF), em conformidade com a Nota Técnica (NT) nº 47, veiculada em 02 de julho de 2019 (CIF, 2019).

Este PAA tem como objetivo avaliar a composição química na água, sedimentos e sólidos em suas diferentes frações, entender como os rejeitos podem afetar estes compartimentos ambientais e complementar estudos realizados anteriormente para dirimir dúvidas resíduas acerca da área de interesse.

Este PAA conta com uma malha contendo 10 pontos de amostragem, conforme descrito abaixo:

- Reservatório da Barragem Nova Santarém: 2 amostras
- Reservatório do Dique S3: 4 amostras
- Reservatório do dique S4: 1 amostra
- Leito do córrego Mirandinha: 1 amostra
- Leito do rio Gualaxo do Norte: 2 amostras

Este PAA fornece diretrizes gerais acerca do protocolo a ser aplicado para desenvolvimento do estudo e orientações específicas relacionadas aos procedimentos de amostragem, análise química e controle de qualidade, para cada matriz a ser avaliada.

## SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>6</b>
<b>2. MOTIVAÇÃO E HISTÓRICO DO ESTUDO .....</b>	<b>6</b>
<b>3. OBJETIVOS.....</b>	<b>8</b>
<b>4. PROGRAMA DE AMOSTRAGEM .....</b>	<b>9</b>
<b>4.1. Malha Amostral Nominal .....</b>	<b>9</b>
<b>4.2. Compartimentos e Tipos de Amostras .....</b>	<b>10</b>
<b>4.3. Orientações Gerais para a Realização das Campanhas de Amostragem</b>	<b>11</b>
<b>4.3.1. Das permissões para os trabalhos e condições de saúde &amp; segurança no campo.....</b>	<b>12</b>
<b>4.3.2. Da realização da malha amostral no campo .....</b>	<b>12</b>
<b>4.3.3. Premissas e orientações importantes para a realização da malha amostral no campo .....</b>	<b>13</b>
<b>4.3.4. Do dimensionamento da amostra nos compartimentos amostrais e tipos amostrais.....</b>	<b>14</b>
<b>4.4. Orientações Gerais para os Procedimentos da Amostragem em si .....</b>	<b>17</b>
<b>4.4.1. Premissa fundamental em relação aos procedimentos de amostragem de águas e sedimentos no campo .....</b>	<b>17</b>
<b>4.4.2. Dos recipientes para amostras unitárias (frascaria e sacos plásticos), e para armazenamento de conjuntos amostrais (<i>coolers</i> e caixas de isopor) .....</b>	<b>18</b>
<b>5. PROGRAMA ANALÍTICO LABORATORIAL .....</b>	<b>40</b>
<b>5.1 Premissa Fundamental.....</b>	<b>40</b>
<b>5.2 Parâmetros e Métodos de Análise.....</b>	<b>40</b>
<b>5.3 Procedimentos Laboratoriais Específicos .....</b>	<b>42</b>
<b>5.3.1 Distribuição granulométrica de amostras de sedimentos.....</b>	<b>43</b>
<b>5.3.2 Digestão de membranas filtrantes 0,45 µm e 0,22 µm para a análise de materiais particulados e Fração 1 (após filtração) .....</b>	<b>43</b>
<b>5.3.3 Análise mineralógica de material particulado e Fração 1.....</b>	<b>44</b>
<b>5.3.4 Geração de elutriato de sedimentos para ensaios ecotoxicológicos.....</b>	<b>44</b>

<b>6. GARANTIA DE QUALIDADE ANALÍTICA E CONTROLE DE QUALIDADE ANALÍTICA (QA/QC).....</b>	<b>45</b>
<b>6.1 Amostras de Controle.....</b>	<b>45</b>
<b>6.1.1Branco de campo.....</b>	<b>46</b>
<b>6.1.2Branco de Ambiente .....</b>	<b>46</b>
<b>6.1.3Duplicata de campo .....</b>	<b>47</b>
<b>6.1.4Replicata de laboratório.....</b>	<b>47</b>
<b>6.1.5Amostra fortificada (matrix spike).....</b>	<b>47</b>
<b>6.1.6Padrão certificado de referência.....</b>	<b>47</b>
<b>6.2 Calibração de Equipamentos de Campo .....</b>	<b>48</b>
<b>6.3 Programa de Garantia e Controle de Qualidade do Laboratório .....</b>	<b>48</b>
<b>6.3.1Programa analítico interlaboratorial .....</b>	<b>49</b>
<b>6.3.2Cadeia de Custódia.....</b>	<b>49</b>
<b>6.4 Tratamento e Validação dos Resultados .....</b>	<b>50</b>
<b>7. Relatórios e Resultados .....</b>	<b>51</b>
<b>8. Cronograma.....</b>	<b>51</b>
<b>Anexo A: Nota Técnica N° 47 (CIF, 2019).....</b>	<b>58</b>
<b>Anexo B: Sumário do Programa Analítico .....</b>	<b>59</b>
<b>Anexo C: Mapa de Localização dos Pontos de Amostragem .....</b>	<b>67</b>
<b>Anexo D: Anotação de Responsabilidade Técnica.....</b>	<b>68</b>

## 1. INTRODUÇÃO

A SRK Consultores do Brasil Ltda (SRK) foi convidada pela Fundação Renova para a elaboração de um Plano de Amostragem e Análise (PAA) de água, sedimento e material inconsolidado em pontos da Barragem Nova Santarém<sup>(1)</sup>, Dique S3<sup>(1)</sup> e Dique S4<sup>(1)</sup>, de propriedade da Samarco Mineração S.A. (Samarco), além de pontos de amostragem incluindo o Córrego Mirandinha e Rio Gualaxo do Norte, todos eles localizados na alta bacia do Rio Doce.

Este Plano de Amostragem e Análise vem atender a uma demanda da Câmara Técnica de Segurança Hídrica e Qualidade da Água (CT-SHQA) do Comitê Interfederativo (CIF), em conformidade com a Nota Técnica (NT) nº 47, veiculada em 02 de julho de 2019 (CIF, 2019).

As premissas para a elaboração deste PAA, incluindo as referências da malha amostral e dos conjuntos amostral e analítico constam, igualmente, da Nota Técnica nº 47, que é reproduzida no Anexo I do presente documento.

Nos capítulos a seguir, o plano amostral e analítico do estudo é apresentado, incluindo requisitos de controle e garantia de qualidade analítica (QA/QC), e um cronograma previsto. Esta abordagem é precedida de um breve contexto histórico sobre o estudo, além de seus objetivos.

## 2. MOTIVAÇÃO E HISTÓRICO DO ESTUDO

O texto abaixo apresenta um breve sumário sobre a motivação e o histórico do estudo correspondente ao Plano de Amostragem e Análises, objeto do presente documento.

De acordo com a NT nº 47 (CIF, 2019), o estudo correspondente ao presente PAA foi solicitado inicialmente no ano 2016, no âmbito dos seguintes documentos regulatórios:

- Processo N° 02015.002417/2015-68 do MMA/IBAMA, que trata da Notificação N° 9671/E de 11 de novembro de 2015, correspondente ao OFÍCIO N°

---

<sup>1</sup> Os termos 'Nova Santarém', 'Dique S3' e 'Dique S4', correspondem às estruturas do Complexo Germano da Samarco, em Mariana/MG. A Barragem Nova Santarém corresponde ao antigo reservatório de água Barragem Santarém, que foi assoreado após o rompimento da Barragem de Fundão, e foi submetido a obras civis de recuperação e adequação de sua estrutura. Os diques S3 e S4 foram construídos no curso do córrego Mirandinha, a jusante da barragem Nova Santarém e respectivamente a montante e jusante da área urbana do antigo povoado Bento Rodrigues, para formarem reservatórios com fins de tratamento para a qualidade da água do alto rio Doce, após o rompimento da Barragem de Fundão.

02001.004880/2016-84 DBFLO/IBAMA (IBAMA, 2016a), que trata do Relatório de Vistoria realizada pelo IBAMA nas áreas afetadas pelo rompimento da barragem da Samarco e Mariana/MG); e,

- Parecer N° 02022.000443/2016-43 CPROD/IBAMA (IBAMA, 2016b) que foi solicitado em função de observações da presença “... de um material inconsolidado, que tanto se localiza próximo ao fundo, como se apresenta em alguns locais como sobrenadante, de aspecto coloidal, nos diques S3, S4 e ao longo do rio Gualaxo do Norte, rio do Carmo e rio Doce”.

A NT n° 47 (CIF, 2019) observa que, à época da publicação dos referidos documentos, considerou-se necessário o conhecimento da composição de cada uma das frações presentes no ambiente aquático das áreas de interesse. A NT justifica que este conhecimento seria necessário, uma vez que a literatura especializada descreve que a fração coloidal tem importância para o conhecimento da mobilidade e disponibilidade de elementos-traço somente. Concluiu-se, então, que o estudo das frações particulada e dissolvida não retratariam o fracionamento geoquímico do rejeito proveniente da Barragem de Fundão.

Assim, de acordo com os itens 115 e 118 do OFÍCIO N° 02001.004880/2016-84 (IBAMA, 2016a), foi solicitado que a Samarco (então responsável por todos os estudos decorrentes do rompimento da Barragem de Fundão) desenvolvesse um plano de trabalho para coletar amostras, a fim de analisar sedimentos e fração coloidal e material particulado em água. As coletas deveriam ser realizadas nos reservatórios a montante e a jusante do Dique S3, bem como no rio do Carmo, imediatamente a montante da confluência com o rio Piranga, em áreas com a presença visível de rejeitos.

As diversas ações que se sucederam nos anos seguintes culminaram no protocolo, por parte da Fundação Renova, junto aos órgãos reguladores, do relatório técnico (em sua versão final) intitulado “Investigação de Qualidade de Água, Material Particulado, Fração Coloidal, Sedimentos e Material Inconsolidado” (Golder, 2018). Neste, foram apresentados os resultados integrados de caracterização i) de água, suas diversas frações (água bruta, água filtrada em 0,45 µm e 0,22 µm, material particulado e material coloidal) e sedimentos, conforme deliberado no OFÍCIO N° 02001.004880/2016-84 (IBAMA, 2016a), mas também ii) dos dados analíticos de um programa exploratório de caracterização concebido pelo IBAMA (2016c). Este último foi realizado para que a Fundação Renova caracterizasse a composição orgânica e inorgânica de ‘coloides e materiais sobrenadantes’ presentes nas áreas de estudo.

De acordo com Golder (2018), a coleta das amostras correspondentes ao conjunto integrado dos resultados ocorreu em dezembro de 2016 e fevereiro de 2017. Posteriormente, em função de problemas relacionados com preservação do segundo conjunto de amostras, a coleta correspondente ao programa exploratório estabelecido pelo IBAMA (2016c) teria sido substituída por amostragens realizadas em setembro de 2017 (período seco), e janeiro de 2018 (período chuvoso).

Em dezembro de 2018, o estudo realizado por Golder (2018) foi avaliado pelos órgãos reguladores através do Relatório Técnico Conjunto Nº 5 IBAMA\_IEMA (IBAMA-IEMA, 2018). Dentre os encaminhamentos, este relatório apontou a necessidade de uma nova campanha de amostragem e análise de água e suas frações, além de sedimentos, conforme reproduzido abaixo:

**“6. ENCAMINHAMENTOS**

... Devido às concentrações de metais encontradas na água bruta, sedimento, material particulado e fração coloidal é sugerido que um Plano de Monitoramento específico seja elaborado para a região de interesse, sendo este plano aprovado pelo GT-Coloides, no âmbito da CT-SHQA, e levando em consideração as informações contidas no Plano de Manejo de Rejeitos do Trecho 1 a 4, as sub-bacias de drenagem e os parâmetros monitorados no relatório em análise. Deve constar neste plano a caracterização dos sedimentos de fundo da barragem de Nova Santarém (1), Diques S3 (1) e S4(1) ...”

Finalmente, o Comitê Interfederativo apresentou a NT nº 47 (CIF, 2019) que trata justamente do plano de amostragem e análises para o novo monitoramento de qualidade da água, sedimentos e material inconsolidado das áreas de estudo, que é o objeto do presente documento.

Ressalta-se que a NT nº 47 incluiu, em princípio, a área do estuário do Rio Doce para esse novo plano de amostragem e análises. A Fundação Renova informou à SRK, entretanto, que a área estuarina foi excluída do mesmo, após um consenso realizado entre a Fundação e os reguladores responsáveis pela concepção do plano. Portanto, o presente documento não inclui a área estuarina do Rio Doce.

### **3. OBJETIVOS**

Os objetivos deste novo PAA estão claramente definidos na NT nº 47 (CIF, 2019), e são reproduzidos abaixo:



- “Avaliar a composição química na água, sedimentos e sólidos em suas diferentes frações”
- “Conhecer como o transporte dos rejeitos provenientes da barragem de Fundão pode afetar a qualidade de água e dos sedimentos a partir dos barramentos Nova Santarém e Diques S3 e S4 além do rio Gualaxo do Norte<sup>2</sup>; investigar adicionalmente a presença de produtos de degradação dos produtos químicos do processo industrial”
- “Verificar os efeitos ecotoxicológicos na água e nos sedimentos destes locais supracitados, além de possíveis correlações com outros parâmetros de interesse”
- “Complementar análises realizadas preteritamente, conforme Ofício conjunto IBAMA e IEMA ‘Considerações sobre o documento Análise de colóides, Qualidade de Água e Sedimentos no Dique S3 e no rio do Carmo – Plano de Trabalho’ e item 1 da Deliberação N° 33 de 24 de novembro de 2016 do Comitê Interfederativo (CIF)<sup>3</sup>”.

## 4. PROGRAMA DE AMOSTRAGEM

É apresentando, a seguir, o plano de amostragem deste PAA, incluindo a malha amostral sugerida e critérios de sua definição, os compartimentos amostrais e tipos de amostra requeridos, e orientações (gerais e/ou específicas) sobre os procedimentos de amostragem.

### 4.1. Malha Amostral Nominal

Em princípio, está definida para este PAA uma malha amostral com 10 pontos de amostragem. A expectativa de localizações dos pontos é apresentada na Tabela 1 e Anexo C, respectivamente, e está em conformidade com a NT n° 47 (CIF, 2019).

Os quantitativos por estrutura, ou compartimento de amostragem, foram assim definidos (Tabela 1 e Anexo C):

- Reservatório da Barragem Nova Santarém: 2 amostras
- Reservatório do Dique S3: 4 amostras
- Reservatório do dique S4: 1 amostra
- Leito do córrego Mirandinha: 1 amostra
- Leito do rio Gualaxo do Norte: 2 amostras

---

<sup>2</sup> Inserção do ponto no Gualaxo por solicitação da FRE em reunião realizada 06/06

<sup>3</sup> Segundo RELATÓRIO TÉCNICO CONJUNTO N.º 05 IBAMA-IEMA, não se observou correlações entre os produtos utilizados pelo processo industrial e os picos (sinais) observados nas amostras ambientais para compostos orgânicos carbonílicos. Todavia, as análises nitrogênio orgânico demonstram valores moderados, mesmo na ausência de urbanização que justifique esses níveis a partir de lançamento de esgotos sanitário, assim fazendo se necessário a uma investigação adicional

De acordo com a NT nº 47 (CIF, 2019), a definição dos locais de amostragem planejados pelo Grupo de Trabalho Colóides (GT-Colóides) considerou i) possíveis locais de deposição de finos, ii) a localização de pontos já amostrados no estudo anterior (Golder, 2018) e iii) dados de batimetria realizados no Dique S3.

Ainda, de acordo com aquela NT, a localização do ponto no córrego Mirandinha foi fornecida pela Fundação Renova, e o primeiro ponto a jusante do Dique S4, no rio Gualaxo do Norte, foi relocado do Dique S3 para este local, após consenso entre Fundação Renova e o Instituto Lactec, seguida da aprovação do Grupo de Trabalho Colóides (GT-Colóides) do CT-CSHQA.

Conforme descrito acima, as localizações, ou mesmo quantidades, da amostragem são expectativas (i.e., localizações nominais) e poderão se alterar, quando das campanhas de amostragem. Orientações neste contexto são apresentadas na Seção 4.3.1.

**Tabela 1 - Pontos (nominais) de amostragem estabelecidos na NT nº 47 (CIF, 2019)**

PONTO	LOCALIZAÇÃO	REFERÊNCIA	COORDENADAS GEOGRÁFICAS ESTIMADAS (UTM/23S)	
			X	Y
1	Nova Santarém	Ponto a Montante	661648	7763273
2	Nova Santarém	Ponto a Jusante	662406	7762495
3	Dique S3	Próximo ao ponto 3	664254	7761829
4	Dique S3	Próximo aos pontos 4 e 6	664582	7761628
5	Dique S3	Próximo ao ponto 5	664509	7761472
6	Dique S3	Braço sul do Dique S3	664236	7760803
7	Dique S4	Próximo aos pontos 7 e 9	665964	7761128
8	Córrego Mirandinha	Próximo a nascente	663205	7760482
9	Rio Gualaxo do Norte	A jusante do Dique S4	659969	7761250
10	Rio Gualaxo do Norte	RGN01 do PMQQS	663779	7757143

## 4.2. Compartimentos e Tipos de Amostras

Em conformidade com a NT nº 47 (CIF, 2019), em cada ponto de coleta localizado nominalmente na Tabela 1, serão amostrados os compartimentos e tipos de amostras

discriminados abaixo. Estes correspondem essencialmente àqueles submetidos à amostragem e análise apresentados por Golder (2018).

Compartimentos e tipos de amostras:

- Amostras retiradas do compartimento água:
  - Águas:
    - Água bruta (i.e., não filtrada)
    - Água filtrada em membrana filtrante com diâmetro de poro de 0,45  $\mu\text{m}$  (filtro 0,45  $\mu\text{m}$ )
    - Água filtrada em membrana filtrante com diâmetro de poro de 0,22  $\mu\text{m}$  (filtro 0,22  $\mu\text{m}$ ), após filtração no filtro 0,45  $\mu\text{m}$
  - Sólidos:
    - Material particulado:
      - Sólidos retidos no filtro 0,45  $\mu\text{m}$ , após filtração da água nesta membrana
    - Fração 01:
      - Sólidos retidos no filtro 0,22  $\mu\text{m}$ , após filtração da água na membrana 0,45  $\mu\text{m}$  e neste filtro 0,22  $\mu\text{m}$ . A Fração 01, neste caso, corresponde à Fração Coloidal do estudo anterior (Golder, 2018)
- Amostras de sedimentos:
  - Sedimento superficial:
    - Amostra de sedimento superficial coletada na interface água/sedimento
  - Sedimentos profundos:
    - Amostras de sedimento coletadas no substrato abaixo da interface água/sedimento (através do uso de equipamento *vibracore*) – coleta apenas em Nova Santarém, Dique S3 e Dique S4

### **4.3. Orientações Gerais para a Realização das Campanhas de Amostragem**

Conforme diretrizes da NT nº 47 (CIF, 2019), para os procedimentos de amostragem deverão ser seguidas as metodologias de coleta e preservação de amostras definidas no estudo

anterior (Golder, 2018) que, por sua vez, foram referenciados em guias reconhecidos como APHA/AWWA/WEF (2017) e CETESB & ANA (2011).

Como as campanhas de amostragem envolvem outras variáveis, incluindo o contexto da amostragem (Seção 4.2), que precisam ser ponderadas, são apresentadas nesta seção orientações gerais para os serviços de campo previstos no PAA. A partir da experiência da SRK, as orientações abaixo tem o objetivo global de alcançar melhores práticas de coleta e preservação das amostras previstas neste PAA.

Diretrizes gerais para os procedimentos da amostragem em si são apresentados na Seção seguinte (Seção 4.4).

#### **4.3.1. Das permissões para os trabalhos e condições de saúde & segurança no campo**

As premissas fundamentais em termos de permissão para o trabalho e condições de Saúde & Segurança para a execução do presente PAA são:

- Os colaboradores de campo (i.e., equipes de amostragem) deverão estar devidamente habilitados pela Fundação Renova (ou Samarco, se for o caso), e deverão seguir suas normas de Saúde & Segurança (ou da Samarco, se for o caso) para a plena execução dos serviços de amostragem
- A coleta de amostras somente poderá ser realizada em áreas que não apresentem riscos, ou que apresentem riscos controláveis, para a saúde e segurança humanas. O uso de equipamentos de proteção individual (EPIs) será obrigatório por parte das equipes de amostragem durante os trabalhos de campo.
- Será indispensável a presença de colaboradores da Fundação Renova durante todos os procedimentos de campo das campanhas de amostragem
- Conforme informação obtida junto à Fundação Renova, pelo menos um componente da equipe GT-Colóides estará presente durante as campanhas de amostragem. Portanto, a equipe de campo responsável pela amostragem deverá observar as diretrizes daquele grupo, conforme enfatizado ao longo das seções seguintes.

#### **4.3.2. Da realização da malha amostral no campo**

As localizações (ou mesmo quantidades) da amostragem deste PAA são nominais, conforme descrito anteriormente na Seção 4.1. Isto porque, durante as campanhas de coleta, uma ou mais locações de amostras poderão ser alteradas em função de diferentes condições,

eventualmente encontradas no campo (i.e., condições de acesso, de características do ponto nominal de amostragem frente aos objetivos do estudo, de segurança pessoal e/ou de equipamentos, dentre outras).

A ocasional alteração, durante a prática de campo, das locações dos pontos de amostragem está prevista na própria NT n° 47, como se segue (CIF, 2019):

“Deve ser observado que pode haver alterações em campo, de acordo com recomendações do GT Coloides, sendo que integrantes do mesmo estarão presentes durante a coleta do material”.

Ainda que, ao final das campanhas de amostragem, as locações realizadas não sofram variações significativas em relação ao planejado, é recomendável que a equipe de amostragem tenha conhecimentos prévios relevantes sobre as condições de campo, e das áreas de amostragem, sobretudo condições do clima e de saúde e segurança humanas.

#### **4.3.3. Premissas e orientações importantes para a realização da malha amostral no campo**

Diante do contexto exposto na seção anterior, são premissas julgadas importantes para a realização, no campo, da malha amostral prevista neste PAA:

- Premissa Fundamental em relação à eventual alteração da malha amostragem nominal (Tabela 1):
  - Quaisquer alterações locacionais significativas, ou mesmo quantitativas, da malha amostral (Tabela 1), poderão ser realizadas mediante discussão com a equipe GT-colóides, seguida de suaaprovação, caso esta encontre-se presentes nos eventos de amostragem:
    - Se a equipe GT-colóides não estiver presente, as alterações citadas deverão ser realizadas e devidamente registradas sob o julgamento técnico dos especialistas de amostragem, considerando o contexto das áreas de estudo, e os objetivos da amostragem (vide abaixo).
- Obter e utilizar, o quanto possível, informações prévias sobre as áreas de amostragem, tais como dados atualizados de batimetria (no caso dos reservatórios), pluviosidade, regimes de vazões, eventos de descargas de efluentes, condições de acesso e segurança, além de uso e ocupação do solo, dentre outras

- Se o eventual deslocamento, ou mesmo a eventual substituição (ou supressão) de pontos de amostragem se fizerem necessários, deverá ser mantido o foco nos objetivos do estudo e, portanto, da representatividade da amostragem. Assim, principalmente em relação aos reservatórios (i.e., Barragem Nova Santarém e Diques S3 e S4), a coleta de amostras em locais substituídos deverá focar áreas preferencialmente com turbidez relativa elevada na coluna d'água:
  - A verificação da turbidez deverá ser confirmada em etapa preliminar, e integrará regularmente os ensaios de campo para amostras de água (4.4.4). Valores de turbidez estão diretamente relacionados com materiais finos em suspensão, mesmo sedimentáveis. A importância de finos para a qualidade de sedimentos foi destacada na própria NT nº 47 (CIF, 2019). Dados atualizados de batimetria dos reservatórios também serão úteis nestes casos.

#### **4.3.4. Do dimensionamento da amostra nos compartimentos amostrais e tipos amostrais**

Conforme estabelece a NT nº 47 (CIF, 2019), o dimensionamento das amostras, em cada ponto de coleta, nos compartimentos e tipos amostrais (Seção 4.2), deverá ser realizado conforme descrito abaixo. Os mesmos critérios foram utilizados no estudo anterior (Golder, 2018).

##### Dimensionamento das Amostras

##### Amostras de água:

- Coluna d'água < 1,5 m de profundidade (coleta em uma profundidade):
  - Coleta de uma amostra superficial (i.e., até cerca de 30 cm abaixo da superfície da água)
- Coluna d'água > 1,5 m e < 2,1 m de profundidade (coleta em 2 profundidades):
  - Coleta da amostra superficial
  - Coleta de uma amostra profunda (i.e., acima da interface sedimento-água)
- Coluna d'água > 2,1 m (coleta em três profundidades)
  - Coleta da amostra superficial
  - Coleta de uma amostra intermediária (i.e., a cerca da metade da espessura da coluna d'água)
  - Coleta da amostra profunda

Cada volume global de amostra retirado em cada uma das profundidades acima será submetido à procedimentos de filtração, conforme detalhado na Seção 4.2, após separação da amostra de água bruta. Desta forma, para cada profundidade será produzida i) uma amostra de água bruta, ii) uma amostra filtrada na membrana filtrante 0,45  $\mu\text{m}$  e iii) outra filtrada em 0,22  $\mu\text{m}$ , após passar por 0,45  $\mu\text{m}$ . Além disto, serão geradas as 2 amostras correspondentes aos sólidos retidos nestas membranas (vide Figura 1).

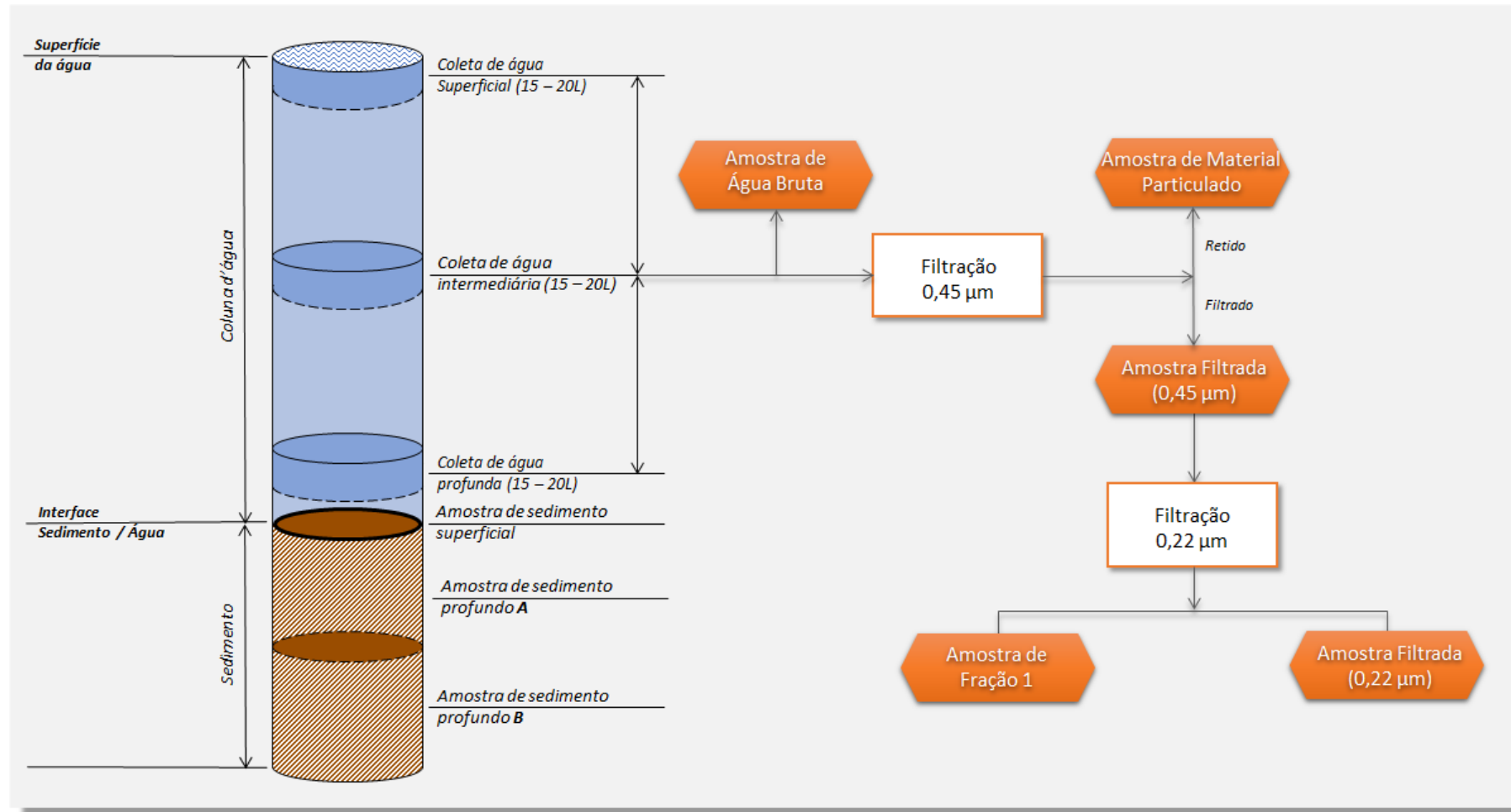
Amostras de sedimento:

- Coleta de uma amostra superficial através do uso de equipamento draga (e.g., dragas Ekman ou Van-Veen)
  - Nos pontos amostrais que terão coleta de sedimento por Vibracore não haverá necessidade de coleta superficial, conforme orientação da NT nº 47 (CIF, 2019).
- Amostras de sedimento profundo coletadas através de um equipamento de Vibracore:
  - Em princípio, serão coletadas duas amostras em profundidade (vide exceções na Seção 4.4.5):
    - Em cada ponto de amostragem, o testemunho de sedimentos terá espessura de, até, 100 cm, e será seccionado em duas amostras, com cerca de 50 cm de espessura cada uma
    - A amostragem de sedimentos poderá ser realizada, eventualmente, em profundidades maiores que 100 cm, que deverá ser discutido e definido em campo junto à equipe GT-Colóides.

De acordo com a NT nº 47 (CIF, 2019), o uso de Vibracore deverá ocorrer apenas nos pontos em que haverá amostragem de sedimentos profundos (Nova Santarém, Dique S3 e Dique S4). Para estes que terão coleta de sedimento por Vibracore não há necessidade de coleta superficial. Todos os demais pontos deverão ser coletadas apenas amostras superficiais de sedimento.

A Figura 1 ilustra o dimensionamento amostral descrito acima para águas e para sedimentos coletados em determinado ponto de amostragem. A figura considera o cenário mais amplo para água (i.e., coleta em 3 profundidades), e 2 profundidades de sedimentos.

Figura 1. Dimensionamento amostral do Plano de Amostragem e Análises





## **4.4. Orientações Gerais para os Procedimentos da Amostragem em si**

### **4.4.1. Premissa fundamental em relação aos procedimentos de amostragem de águas e sedimentos no campo**

- Todos os procedimentos de amostragem em si deverão ser realizados mediante discussão e orientação com membros do GT-Colóides, caso estes se encontrem presentes nos eventos da amostragem. Apesar da presença desta equipe, todos os registros de campo deverão ser devidamente realizados e arquivados, como é de praxe em campanhas de amostragem ambiental, para eventual consulta de stakeholders, incluindo membros do GT-Colóides
- Os procedimentos de coleta e preservação de amostras para a execução deste PAA deverão ser realizados por equipe(s) técnica(s) especializada(s), devidamente capacitada(s) para tal
- Os afazeres de campo deverão ser executados em conformidade com guias normativos estabelecidos e reconhecidos sobre o tema (e.g.; APHA/AWWA/WEF, 2017; CETESB & ANA 2011), de forma a garantir a representatividade e integridade da amostra, até sua entrada no laboratório.

Equipes especializadas em amostragem têm, como princípio, seguir rotineiramente procedimentos operacionais de coleta de amostras. Estas equipes geralmente integram um sistema de qualidade que, por sua vez, está inserido em uma política de qualidade institucional.

O mesmo se aplica no caso dos métodos analíticos laboratoriais, sendo que, na maioria das vezes, laboratórios comerciais de análise também se responsabilizam por todo o ciclo analítico das amostras.

Parte-se do princípio, portanto, que as boas práticas de amostragem têm base normativa e sejam parte da filosofia das equipes especializadas que levarão a cabo a execução do presente PAA.

Nesse contexto, os itens abaixo constituem orientações em linhas gerais, para colaborar com as equipes de campo visando a execução de boas práticas da amostragem previstas no PAA. As orientações são realizadas com base nos próprios guias e normas da literatura, e na experiência da SRK.

#### 4.4.2. Dos recipientes para amostras unitárias (frascaria e sacos plásticos), e para armazenamento de conjuntos amostrais (*coolers* e caixas de isopor)

- Todos os frascos e sacos plásticos destinados ao recebimento de amostras deverão ser, obrigatoriamente, fornecidos pelo(s) laboratório(s) de análise.
- Os frascos e plásticos deverão estar devidamente esterilizados internamente, e limpos externamente. Frascos para análise de parâmetros que exigirem agentes preservantes já deverão ser fornecidos com estes agentes. Neste caso, evitar exposição dos recipientes à luz solar, até o momento da coleta.
- Os frascos e sacos plásticos deverão ser abertos somente no momento de sua utilização, e deverão ser lacrados assim que receberem as amostras.
- Todos os frascos e sacos plásticos deverão ser rotulados antes da amostragem e, obrigatoriamente, receber rotulagem ainda no(s) laboratório(s) de origem. Os rótulos de análise deverão incluir, necessariamente:
  - Identificação da amostra
  - Parâmetro de análise
  - Compartimento/tipo de amostra
  - Data, hora e local de coleta
- Os frascos rotulados deverão ser fornecidos levando-se em conta a coerência entre a natureza do parâmetro de análise (identificado no rótulo), e o tipo de frasco.

Um material qualquer em contato com uma amostra de campo tem o potencial de contaminá-la, ou mesmo sequestrar componentes da amostra (USEPA 2001). Por exemplo, amostras podem ser contaminadas com zinco a partir de recipientes de vidro, e com compostos orgânicos a partir de frasco constituídos de borracha ou plástico.

Genericamente, frascos de vidro (borossilicato) são indicados para amostras destinadas a análises de compostos orgânicos em geral. Frascos de plástico (polímero inerte), por sua vez, são indicados para a maioria dos parâmetros inorgânicos, biológicos e microbiológicos (CETESB & ANA, 2011)

Estes aspectos devem ser do conhecimento básico e da prática rotineira de laboratórios de análise, e de suas equipes de campo

- Os *coolers* e/ou caixas de isopor deverão ser obrigatoriamente fornecidos pelo laboratório de análise, em boas condições de limpeza e integridade física, incluindo condições para lacre. Ocasionalmente, estes recipientes poderão ser obtidos no campo, desde que estejam em estado virgem.

### **4.4.3. Dos equipamentos serem utilizados durante a amostragem no campo**

#### **4.4.3.1. Equipamentos de amostragem propriamente ditos**

- Os equipamentos da amostragem, em si, deverão ser apropriados à sua utilização, com base nas características do material e do local de amostragem. Para este PAA deverão ser utilizados equipamentos dos tipos apresentados nas Tabelas 2 e 3 a seguir, para a coleta de águas e sedimentos, respectivamente
- Assim como as frascarias para alocação das amostras, os equipamentos de coleta deverão ser compostos de materiais aceitáveis, (e.g., aço inoxidável, ou plástico inerte), a fim de prevenir a contaminação da amostral
- Equipamentos (não dedicados) de amostragem reutilizados nos diferentes pontos de amostragem deverão ser adequadamente limpos e descontaminados antes da primeira coleta, e entre todos os pontos de amostragem:
- No caso de corpos d'água, os equipamentos de coleta deverão ser ambientados com água do próprio local de amostragem, após sua descontaminação e imediatamente antes da coleta da amostra (ANA e CETESB, 2011).

#### **4.4.3.2. Instrumento de medição no campo (sonda multiparamétrica)**

- Para a medição de parâmetros analíticos de campo nas águas e sedimentos, deverá obrigatoriamente ser utilizada uma sonda multiparamétrica (Figura 2):
  - A sonda deverá estar devidamente calibrada para o início de cada campanha de amostragem. A verificação da calibração no campo deverá ser realizada e registrada diariamente, ou eventualmente, quando necessário (e.g. troca de baterias do equipamento)
  - Os padrões de calibração deverão ser devidamente selecionados, de acordo com as características do meio amostrado, e deverão estar, obrigatoriamente, dentro do prazo de suas validades
  - Sondas distintas, mas de mesmo modelo, deverão ser utilizadas para medição dos parâmetros de campo para água e sedimentos

**Figura 2. Exemplo de sonda multiparâmetros para água e sedimentos.**



Fonte: <https://www.clean.com.br/Produto/Detalle/18/>

**Tabela 2. Equipamentos para amostragem de água (superficial e profunda)**

EQUIPAMENTO	APLICAÇÃO (FUNÇÃO DA AMOSTRA OU AMBIENTE DE AMOSTRAGEM)	IMAGEM DE EXEMPLARES
<p>Balde confeccionado em aço inox AISI 316L polido (CETESB &amp; ANA, 2011)</p> <p>[Nota: Recomenda-se balde com capacidade volumétrica <math>\geq 10L</math>]</p>	<p>Porção superficial de corpos d'água superficiais (e.g., <math>\leq 30</math> cm de profundidade)</p>	<p><b>Balde inox</b></p>  <p><i>Fonte: CETESB &amp; ANA (2011)</i></p>
<p>Garrafa de Van Dorn</p> <p>Confeccionadas em tubo cilíndrico de:</p> <p>PVC rígido, Acrílico, ou Aço inox AISI 316L polido (CETESB &amp; ANA, 2011)</p> <p>[Nota: Recomenda-se capacidade volumétrica <math>\geq 10L</math> para este PAA]</p>	<p>Coluna d'água de corpos d'água superficiais (profundidades diversas)</p>	<p><b>Garrafa de Van Dorn</b></p>  <p>[Fonte: Imagem obtida a partir do website <a href="http://www.floptech.com.br">www.floptech.com.br</a>]</p>

**Tabela 3 . Equipamentos para amostragem de sedimentos (superficial e profunda)**

EQUIPAMENTO	APLICAÇÃO (FUNÇÃO DA AMOSTRA OU AMBIENTE DE AMOSTRAGEM)	IMAGEM DE EXEMPLARES
<p>Draga de Ekman-Birge</p> <p>Confeccionada preferencialmente em aço inox AISI 316L polido (CETESB &amp; ANA, 2011)</p>	<p>Sedimentos macios e finos (silte, areia fina)</p> <p>[Nota: equipamento relativamente leve, não indicada para locais com correnteza moderada e elevada, e para substratos duros]</p> <p>(ANA &amp; CETESB, 2011)</p> <p><a href="http://www.hydrobios.de">www.hydrobios.de</a></p>	<p>[Fonte: Imagem obtida a partir do website <a href="http://www.hydrobios.de">www.hydrobios.de</a>]</p> <p><b>Draga Ekman-Birge</b></p> 
<p>Draga de Petersen ou Draga de Van Veen</p> <p>Equipamentos manuais</p>	<p>Sedimentos arenosos, cascalhentos ou constituídos de argila firme</p> <p>[Nota: equipamento relativamente pesado. Peso ajustável conforme necessidade em função da correnteza no ambiente de amostragem]</p> <p>(ANA &amp; CETESB, 2011)</p>	<p><b>Draga de Petersen</b></p>  <p><b>Draga de Van Veen</b></p>  <p>[Fonte: Imagem obtida a partir do website <a href="https://aratu.net/">https://aratu.net/</a>]</p>

EQUIPAMENTO	APLICAÇÃO (FUNÇÃO DA AMOSTRA OU AMBIENTE DE AMOSTRAGEM)	IMAGEM DE EXEMPLARES
-------------	---	----------------------

Vibracore

Equipamento mecanizado

Perfilagem profunda na maioria de tipos de sedimentos (USEPA, 2001)



[Nota: A operação geralmente exige estrutura de suporte montada sobre embarcações (e.g., barcos e balsas)]



**Vibracore:** Motor de vibração (E) e Vibracore em operação (abaixo)



[Fonte: <http://www.alpineocean.com/vessels-equipment/equipment/>]

<p>Bandejas confeccionadas em aço inox ou plástico</p> <p>[Nota: Recomenda-se bandeja com capacidade volumétrica <math>\geq 6L</math>]</p>	<p>Manuseio das amostras de sedimentos (e.g., perfis com necessidade de secção de diferentes profundidades)</p>	<p><b>Bandeja Inox</b></p> 
		<p><b>Bandeja Plástica</b></p> 

EQUIPAMENTO	APLICAÇÃO (FUNÇÃO DA AMOSTRA OU AMBIENTE DE AMOSTRAGEM)	IMAGEM DE EXEMPLARES
Espátulas confeccionadas em aço inox ou plástico	Manuseio das amostras de sedimentos (e.g., perfis com necessidade de secção de diferentes profundidades)	<p data-bbox="1061 510 1222 535"><b>Espátula Inox</b></p>  <p data-bbox="1043 969 1240 994"><b>Espátula Plástica</b></p> 

#### 4.4.4. Dos equipamentos serem utilizados durante a amostragem no campo

Seguem, abaixo, as orientações gerais para a coleta de águas no corpo de amostragem, considerando o contexto previsto neste PAA (Seções 4.2 e 3.3):

- Medição da espessura da coluna d'água:
  - Ao chegar no ponto de coleta, a equipe de amostragem deverá inicialmente medir a espessura da coluna d'água, para conhecer quantas profundidades serão coletadas no ponto (4.3.4)
- Medição dos parâmetros analíticos de campo:
  - Após o procedimento acima, deverão ser registrados, com suporte de uma sonda multiparamétrica, os seguintes analitos de campo:



- Potencial hidrogeniônico (pH)
  - Potencial redox (Eh)
  - Condutância específica (CE) e/ou sólidos dissolvidos totais (TDS)
  - Temperatura da amostra e ambiente
  - Oxigênio dissolvido
- A medição desses parâmetros de campo deverá ser realizada, na medida do possível, no local da amostragem, incluindo diferentes profundidades da coluna d'água. Caso contrário, deverão ser retiradas alíquotas da amostra para este fim, e as medidas de campo deverão ser realizadas nestas alíquotas o mais rapidamente possível. A medida de Eh deverá ser prioritária, neste caso, sendo que a amostra de água deverá preencher completamente o frasco de coleta. Sempre que possível, utilizar recipientes descartáveis para as alíquotas.
- Coleta de água:
    - A amostragem de água em diferentes profundidades deverá ser realizada em sequência, da menor para a maior profundidade
    - Para a amostragem superficial (até 30 cm de profundidade) deverá ser utilizada garrafa Van Dorn e balde polido de aço inox (Tabela 2), com capacidade volumétrica adequada aos fins da amostragem, para homogeneização dos volume coletados.
      - Durante a coleta, inclinar o balde no corpo d'água com sua abertura situada a favor da eventual correnteza. Evitar a entrada de materiais flutuantes na água
      - Amostras individuais de água superficial também poderão ser coletadas diretamente no frasco de amostra (desde que o mesmo não contenha preservante), inclinando-os no corpo d'água como descrito acima
    - Para as amostragens profundas, deverão ser utilizados equipamentos apropriados, como garrafas Van Dorn (Tabela 2)

- Durante a coleta, o corpo cilíndrico da garrafa deverá estar no sentido do fluxo d'água, conforme orientação do fabricante do equipamento
- As águas coletadas (seja no balde inox seja nas garrafas) deverão preencher os frascos de amostras obedecendo a seguinte ordem em função dos parâmetros de análise:
  - Série Sólida
  - Alcalinidade
  - Nutrientes
  - Espécies de Carbono
  - Metais e Íons

#### **4.4.5. Da amostragem de sedimentos em si**

Seguem, abaixo, as orientações gerais para a coleta de sedimentos, considerando o contexto da amostragem de água prevista neste PAA (Seções 4.2 e 4.3.3):

- Em conformidade com o estudo anterior (Golder, 2018) os procedimentos de amostragem de sedimentos (superficiais e profundos) deverão ser realizados, em cada ponto, após os procedimentos e na mesma ocasião de coleta de água no ponto de coleta
- Os sedimentos superficiais (interface sedimento/água) deverão ser coletados com o auxílio de uma draga manual tipo Ekman ou Van-Veen (Tabela 3)
- Os sedimentos profundos serão amostrados através de um vibracore (Tabela 3), conforme descrita na Seção 4.3.4.
- Segregação do testemunho de sondagem:

**Premissa:** a realização das ações abaixo estará sujeita à discussão e orientação de membros da GT-colóides eventualmente presentes nas campanhas de amostragem (vide premissa fundamental no primeiro parágrafo da Seção 4.4)

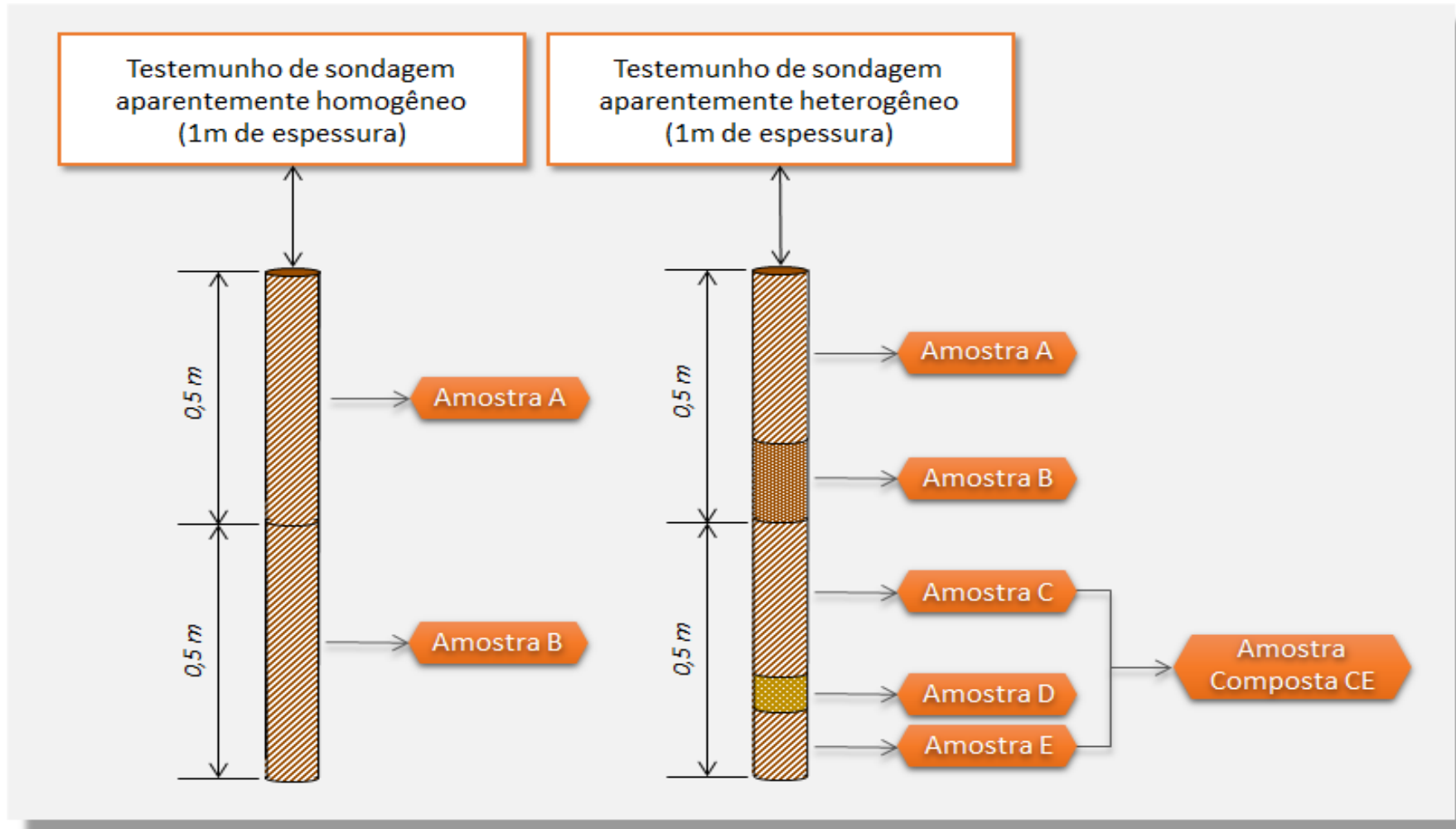
- Conforme a Seção 4.3.4, será obtido um testemunho nominal de 100 cm, que será seccionado em duas amostras (cerca de 50 cm de espessura cada uma), exceções à esta subdivisão são apresentadas abaixo:

- Se o pacote de sedimentos for superior a 50 cm e inferior a 100 cm, no ponto de amostragem, o perfil deverá ser dividido ao meio, obtendo-se duas amostras (conforme acima)
- Se o pacote de sedimentos for inferior a 50 cm de espessura, coletá-lo integralmente como amostra única:
  - Caso esta amostra não apresente massa suficiente (i.e.,  $\leq 1$  kg), uma a duas sondagens adicionais deverão ser realizadas nas redondezas do ponto amostrado, a fim de encontrar material equivalente. Os materiais eventualmente obtidos deverão ser homogeneizados para compor a amostra final com a massa suficiente requerida, a ser obtida após procedimento de quarteamento
  - Caso o material equivalente não seja encontrado nas demais sondagens, a amostra original (com massa inferior a 1 kg) deverá ser normalmente destinada ao laboratório, incluindo, entretanto, definição de prioridade de ensaios analíticos (eg. Metais  $\geq$  fenóis totais  $>$  pH, etc.)
- Se o testemunho de sondagem apresentar intervalos com características granulométricas e/ou composicionais visivelmente heterogêneas (i.e., camadas distintas) em relação ao material restante perfilado, o mesmo deverá ser seccionado para segregar as heterogeneidades observadas, na forma de amostras distintas (exemplo ilustrativo na Figura 3):
  - Se houver uma camada heterogênea dentro de um intervalo aparentemente homogêneo, com espessura em torno de 50 cm:
    - Os subintervalos semelhantes entre si deverão ser homogeneizados para comporem amostra única
    - A camada heterogênea segregada deverá ser coletada como outra amostra. Caso esta amostra não apresente massa suficiente (i.e.,  $\leq 1$  kg),

deverá ser procedido como descrito acima (i.e., material homogêneo com pequena massa)

- Caso os testemunhos de sondagem estejam naturalmente homogêneos, ou sejam observadas lentes finas de materiais discretos, ou mesmo “ritmitos” a amostragem não tentará segregar o material, voltando-se à divisão de amostras pelo comprimento do pacote, como descritos anteriormente

Figura 3. Modelo de amostragem de sedimentos a partir de testemunhos de sondagem coletados.



- Medição de Eh, pH, e CE:
  - Após a coleta de sedimento, deverão ser medidos Eh, pH e condutividade elétrica da amostra saturada. Os valores poderão ser obtidos assim que possível, inserindo os eletrodos devidamente limpos no seio da amostra. (deverão ser registradas, também, a temperatura da amostra e ambiente)
    - No caso específico de pH e CE, caso o sedimento saturado apresente resistência à penetração do eletrodo, a medida no campo deverá ser obtida imediatamente a partir de uma suspensão com razão sedimento/água deionizada de 1:1, (MEND, 2009). A suspensão poderá ser elaborada a partir de uma alíquota de 50 g de amostra, e deverá ser suficientemente homogeneizada antes das medições.

#### **4.4.6. Do manuseio, preservação, armazenamento e transporte das amostras de águas e sedimentos**

A integridade de amostras ambientais é função de diferentes variáveis que, em grande parte, dependem da ação direta do(s) operador(es) que irá(ão) manuseá-las no campo. Assim, é fundamental manusear, preservar, armazenar e transportar amostras em condições adequadas. Deve-se realizar estas ações em função de requisitos específicos de laboratório (ou análises), e requisitos específicos do estudo em andamento, se for o caso.

Para análises químicas e biológicas, padrões de preservação e armazenamento de amostras constituem importantes requisitos de laboratório, para o campo. Neste contexto, são descritas, abaixo, responsabilidades visando a integridade de amostras previstas neste PAA.

#### **4.4.7. Responsabilidades básicas do laboratório de análise**

Constituem responsabilidades básicas diretas do laboratório de análise, ou da instituição (empresa) independente de amostragem, através de ações ‘pré campo’ visando a integridade das amostras:

- Fornecer frascos e sacos de amostragem apropriados, devidamente rotulados e com eventual agente preservante (conforme previsto na Seção 4.4.2)
- Fornecer as Cadeias de Custódia e Fichas de campo do programa analítico

- Fornecer *coolers*, ou caixas de isopor para o devido armazenamento sob refrigeração e transporte das remessas de amostras
- No caso específico deste PAA, fornecer equipamentos e materiais para os procedimentos de filtração, conforme descrito na seção abaixo
- Garantir atendimento aos padrões de coleta e análise, bem como os prazos de análise de cada parâmetro para todas as matrizes coletadas

#### **4.4.8. Procedimentos básicos da equipe de campo após a retirada da amostra do ambiente de amostragem**

- Uma vez coletadas nos compartimentos de amostragem, as amostras de água e sedimentos deverão ser adequadamente transferidas aos recipientes de amostras e, em sequência, armazenadas para transporte ao laboratório
- Em conformidade com a NT n° 47 (CIF, 2019), no caso das amostras de sedimentos, antes de sua homogeneização e transferência para o recipiente de amostra, deverão ser removidos, manualmente, materiais como cascalhos, galhos, pedras e pedregulhos, dentre outros. As frações de menor granulometria (“finos”), não consolidadas, não deverão ser desprezadas em nenhuma das amostras de sedimento coletadas. Ainda, de acordo com a NT, a amostra obtida deverá ser totalmente homogeneizada
- Amostras de sedimentos deverão ser alocadas, de preferência, de forma a preencher completamente cada recipiente unitário de amostra (i.e., com um mínimo possível de espaços vazios nos sacos de amostragem)
- Em função do analito investigado, amostras de água não destinadas à filtração, e cujos frascos não contenham preservante, também deverão preferencialmente preencher completamente o frasco de amostragem. Este é o caso, por exemplo, da água destinada ao ensaio de alcalinidade. A presença de ar atmosférico e, portanto, de dióxido de carbono gasoso [CO<sub>2</sub>(g)] no frasco de amostragem poderá interferir na concentração final da alcalinidade
- A filtração da amostra, quando necessária, deverá ser realizada conforme a seção 4.4.9 a seguir.
- Armazenamento das amostras de água e sedimentos:

- Todas as amostras obtidas neste PAA deverão ser necessariamente armazenadas e transportadas ao abrigo da luz solar e de intempéries
- A grande maioria dos parâmetros químicos e biológicos de análise de água, ou de sedimentos, tem como exigência comum o armazenamento da amostra sob refrigeração, geralmente  $\leq 4$  °C. O resfriamento pode ocasionalmente ser realizado em temperaturas menores e/ou sob congelamento, de forma a incrementar o prazo de validade (*holding time*) da amostra para ensaios específicos (e.g., ensaios ecotoxicológicos).
- Uma vez obtidas, portanto, as amostras de águas e sedimentos deste PAA deverão ser armazenadas sob refrigeração, ou condição específica, conforme indicado pelos laboratórios de análise.
- O operador deverá conferir a selagem dos recipientes de amostra, a fim de evitar contaminação cruzada entre amostras, ou por gelo.
- Selos com números de identificação deverão ser afixados em todos os despachos de amostras, que deverão seguir viagem juntamente com Cadeias de Custódia devidamente preenchidas
- Transporte de amostras em tempo hábil para análises no(s) laboratório(s) de análises
  - É fundamental que as remessas de todos os conjuntos de amostras ao laboratório de análise sejam realizadas em tempo hábil, de forma a obedecer aos prazos de validade (*holding time*) dos parâmetros de análise em questão
  - Atenção especial deverá ser dispensada aos parâmetros com validade entre 12h e 48h, especialmente no caso de ensaios ecotoxicológicos.

#### **4.4.9. Filtração de água e manuseio dos produtos da filtração**

Em estudos ambientais, a filtração de água, quando requerida, é realizada idealmente em campo, tão logo quanto possível a amostra seja coletada, ou em até 24 horas contadas a partir do momento da coleta, estando a amostra devidamente armazenada e refrigerada.

Como requisito específico deste PAA, a filtração de amostras de água, prevista na Seção 4.2, deverá ser realizada pela instituição responsável pela amostragem e/ou análises laboratoriais, que deverá providenciar um laboratório móvel, com plena capacidade para realizar os procedimentos de



filtração e manuseio dos produtos da filtração em campo. Também neste caso deverá haver alinhamento com todas as partes interessadas.

É importante lembrar que em cada profundidade de determinado ponto de amostragem, será obtida uma amostra de água filtrada em membrana de 0,45  $\mu\text{m}$ , e outra amostra filtrada em membrana de 0,22  $\mu\text{m}$  (após passar pela primeira), além da amostra de água bruta não filtrada. Os sólidos retidos nestas membranas, respectivamente designados Material Particulado e Fração 1, também serão amostrados (Figura 2).

Um obstáculo neste cenário é a pequena taxa esperada de retenção da Fração 1, na membrana 0,22 mm, conforme registrado no estudo análogo anterior (Golder, 2018). Naquele estudo, foi necessário a coleta e filtração de um volume muito grande (i.e.,  $\geq 10$  L) de água bruta destinada à filtração, a fim de se obter uma massa (8 a 16g) adequada para os ensaios da Fração 1.

Diante deste cenário, apresenta-se abaixo os procedimentos de filtração recomendados para este PAA.

#### Procedimentos de Filtração específicos deste PAA:

##### Procedimentos da filtração em si

- Para cada profundidade (quando for o caso) de cada ponto de amostragem, coletar ao mínimo 20 L<sup>4</sup> de água bruta destinada exclusivamente à filtração. Assim que possível, levar as amostras para a estrutura preparada para execução dos procedimentos de filtração com posterior armazenamento sob refrigeração
  - As amostras destinadas a análise da própria água bruta (coletada no mesmo evento de amostragem da amostra filtrável) não precisarão ser destinadas ao procedimento de filtração. Ela deverá ser preservada e armazenada (Seção 4.4.8), e remessas das mesmas deverão ser enviadas ao(s) laboratório(s), respeitando os prazos de validade dos parâmetros de análise
- Separar membranas filtrantes de 0,45  $\mu\text{m}$  e 0,22  $\mu\text{m}$ . Selecionar membranas com composição (e.g., nitrato de celulose, e sílica) coerente com o parâmetro de análise requerido no PAA (vide Seção 5.3.1)

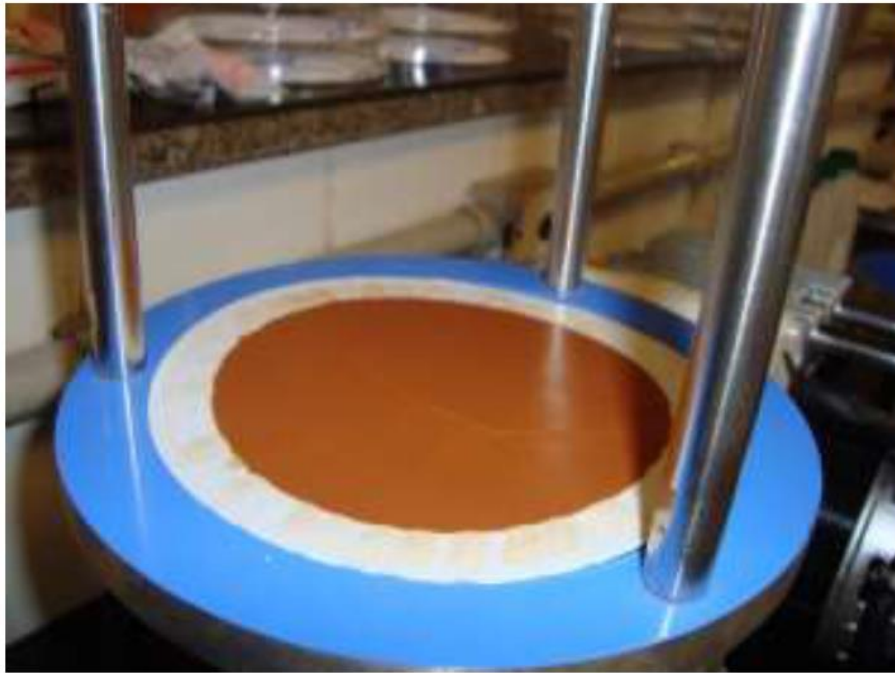
---

<sup>4</sup> A depender da turbidez das águas no momento da coleta o volume necessário será significativamente superior. A determinação do volume a ser filtrado deverá ser de responsabilidade do profissional de campo. Os volumes filtrados deverão ser registrados para todos os pontos de coleta.

- Pesar e registrar o peso das membranas filtrantes de 0,45  $\mu\text{m}$  e 0,22  $\mu\text{m}$ , previamente secas em estufa (a 105 °C, durante uma hora)
- Homogeneizar efetivamente o volume total de água bruta a ser filtrada, imediatamente antes de cada evento de filtração
- Através de um sistema de filtração à vácuo (e.g., Millipore®) previamente limpo, filtrar o volume (mínimo de 15 L) de água bruta na membrana de 0,45  $\mu\text{m}$ :
  - Caso o filtro sature-se de sólidos colmatando-se (Figura 4), e a filtração se torne impraticável, interrompê-la e substituir o filtro por outro equivalente.
  - Agir sucessivamente da mesma forma, até que todo o volume inicial esteja totalmente filtrado. A unidade de filtragem não precisará ser substituída neste caso (somente cada membrana filtrante 0,45  $\mu\text{m}$ ).
  - Ao final da filtração, transferir a amostra filtrada para a frascaria correspondente, devidamente rotulada
  - Transferir cada filtro (0,45  $\mu\text{m}$ ) com seu Material Particulado do para uma Placa de Petri (previamente limpa e seca) – Figura 5.
  - Secar cada membrana (dentro da Placa de Petri) em estufa, a 40°C, até que não se observe eventual escorrimento líquido a partir da membrana.
    - Esta secagem deverá ter duração em torno de 1h, e não corresponde à secagem total do material para ensaios, o que deverá ocorrer no laboratório de análises
- Separada a amostra líquida filtrada em 0,45  $\mu\text{m}$ , medir e registrar o volume remanescente, e continuar com a filtração à vácuo do mesmo, utilizando, agora, a membrana de 0,22  $\mu\text{m}$  (Figura 6). Se houver colmatção do filtro, substituí-la e continuar com o procedimento de filtração, conforme descrito acima.
- Repetir para os filtros 0,22  $\mu\text{m}$  os procedimentos de secagem e armazenamento descritos acima
- Preservar e armazenar os produtos (amostras) da filtração:
  - Amostras líquidas:

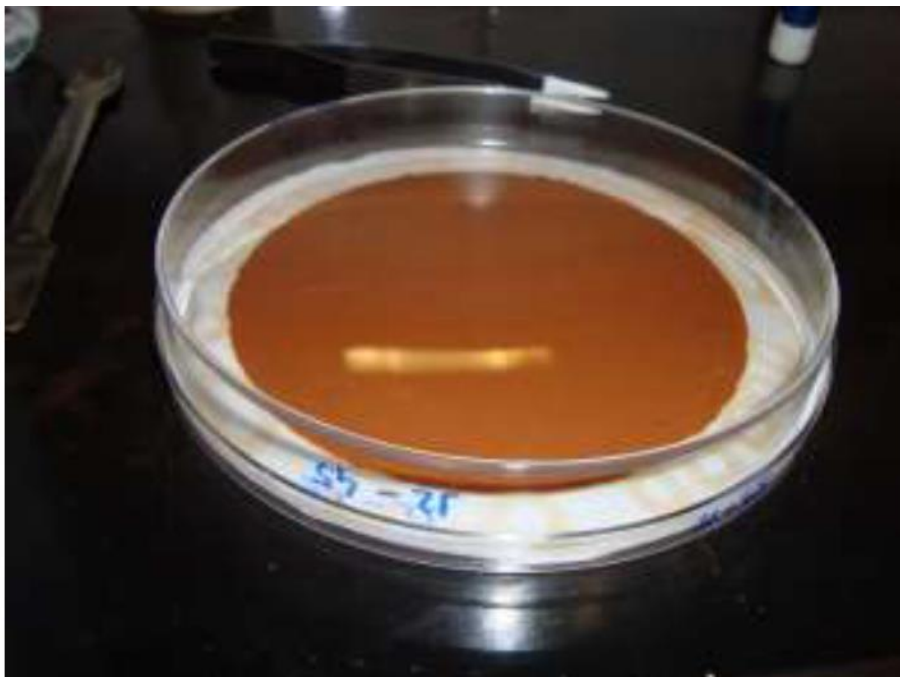
- Todas as amostras líquidas obtidas após as filtrações deverão ser rotuladas, preservadas e armazenadas para remessa ao laboratório de análise conforme descrito na Seção 4.4.3.
- Material Particulado (i.e., material retido na membrana filtrante 0,45  $\mu\text{m}$ ):
  - Após a secagem parcial das membranas de 0,45  $\mu\text{m}$ , cada grupo de Placas de Petri contendo membranas de uma mesma amostra deverá ser envolvido com um filme tipo PVC, formando um conjunto único. O conjunto deverá ser rotulado e armazenado para remessa, sem refrigeração, em uma caixa limpa e seca. O mesmo deverá ser disposto no interior da caixa de forma que se desloque e tenha risco de perda de amostra.
- Fração 01 (i.e., material retido na membrana filtrante 0,22  $\mu\text{m}$ ):
  - Repetir o procedimento acima, descrito para o manuseio das membranas de 0,45  $\mu\text{m}$  (Figura 7)
- Repetir os procedimentos acima para uma nova amostra de água bruta. Para isto, lavar adequadamente o sistema de filtração (conforme orientações do laboratório), a fim de evitar contaminação cruzada entre amostras.

**Figura 4. Exemplo de filtro com diâmetro de poro 0,45  $\mu\text{m}$  (filtro 0,45  $\mu\text{m}$ ) colmatada com material particulado após procedimento de filtração**



Fonte: Golder, (2018)

**Figura 5. Filtro 0,45  $\mu\text{m}$  (com material particulado) acondicionado em uma Placa de Petri**



Fonte: Golder, (2018)

**Figura 6. Exemplo de filtro 0,22  $\mu\text{m}$  com material retido após filtração (a amostra filtrada nesta membrana já teria atravessado uma membrana 0,45  $\mu\text{m}$ ).**



Fonte: Golder (2018)

**Figura 7. Exemplo de 2 conjuntos de placas de Petri com filtros 0,22  $\mu\text{m}$  contendo materiais de uma mesma amostra. Conjunto superior: membranas de fibra de vidro. Conjunto inferior: membranas de nitrato de celulose**



Fonte: Golder (2018)

### **Orientações e observações relevantes**

Premissa Fundamental: A realização do procedimento de filtração em campo exige que medidas sejam tomadas para minimizar, o quanto possível, o potencial de contaminação das amostras que serão ali filtradas e preparadas.

Sobre esses aspectos, recomenda-se (dentre outros que os *stakeholders* envolvidos julgarem necessários):

- A despeito de uma rotina de organização e limpeza, as áreas nas quais serão realizados os procedimentos deste PAA deverão ser obrigatoriamente e criteriosamente limpas, livres de condições que possam provocar alteração da qualidade do ar (e.g., veículos automotores ligados, tráfego de máquinas e veículos, etc). Isto deverá ser premissa básica para cada diária de filtração das amostras ambientais:
- Todos os materiais equipamentos e reagentes necessários para os procedimentos de filtração deste PAA deverão ser fornecidos pelo laboratório responsável pelas amostras filtradas, e seus sólidos correspondentes. Esta condição inclui o fornecimento de (dentre outros):
  - Água reagente, detergentes e reagentes de frascaria para laboratório
  - Frascarias e preservantes de amostra (quando for o caso), conforme previsto na Seção 4.4.7.
  - Todo o sistema de filtração em si, e acessórios (i.e., bombas de vácuo, recipiente de filtração, membranas filtrantes e suporte de membranas, mangueiras, pinças, kitsatos, béqueres)
  - Placas de Petri e filmes PVC para agrupá-las
  - Coolers e/ou caixas de isopor

#### **4.4.10. Da documentação e registros das campanhas de amostragem**

É fundamental que campanhas de amostragem ambientais sejam respaldadas pela documentação e registros de campo, e o mesmo deverá ser realizado na execução deste PAA.

##### ***Cadeia de Custódia***

Destaca-se, no contexto dos registros de campo, o formulário Cadeia de Custódia, que é um requisito normativo de laboratórios, e é descrito em guias analíticos universais como o *Standard*

*Methods* (APHA/WWA/WEF, 2017). Este formulário é indispensável para garantir a correspondência entre o programa analítico planejado, e o programa de amostragem executado no campo. Ele também é indispensável para garantir a rastreabilidade das remessas de amostras do campo ao laboratório. Laboratórios comerciais estabelecem conteúdo e formato próprios para o documento Cadeia de Custódia.

Toda e qualquer remessa de amostras obtidas na execução deste PAA deverá ser acompanhada por sua Cadeia de Custódia, devidamente preenchida e assinada por seus responsáveis.

#### ***Fichas ou Cadernetas de Campo***

Fichas ou cadernetas de campo são documentos essenciais para registrar a localização do ponto amostral, e a descrição de condições ambientais que interferem com a coleta e com a própria amostra, incluindo a eventual não realização de uma amostragem.

As descrições realizadas nas Fichas de Campo são fundamentais para a produção do Relatório de Campo, em si, bem como subsidiar o entendimento de determinado resultado analítico.

Assim como no caso da cadeia de Custódia, laboratórios comerciais estabelecem conteúdo e formato próprios para fichas ou cadernetas de campo. Todos os eventos de amostragem (ou não amostragem) e amostras obtidas na execução deste PAA deverão ser acompanhados de registros através destes documentos.

#### ***Registro fotográfico***

Durante a execução deste PAA, é fundamental que as notas de campo a serem descritas nas fichas ou cadernetas de campo sejam complementados com relatórios fotográficos que identifiquem (sem se restringirem):

- Condições ambientais
- Condições de amostragem,
- Condições da amostra, do seu manuseio, preservação e armazenamento.

Recomenda-se que cada ficha de Cadeia de Custódia preenchida seja fotografada antes da remessa da mesma ao laboratório, juntamente com cada conjunto amostral.

Deverá ser realizado um registro fotográfico dos testemunhos de sondagem de sedimentos, após a retirada dos mesmos do equipamento coletor, e antes das amostras serem fatiadas e segregadas.

## 5. PROGRAMA ANALÍTICO LABORATORIAL

Conforme estabelecido na NT nº 47 (CIF, 2019), o programa analítico deste PAA inclui os mesmos parâmetros de análise e metodologias analíticas realizadas por Golder (2018), acrescidos da análise de fenóis totais, e análises ecotoxicológicas, para águas e sedimentos.

### 5.1 Premissa Fundamental

Os limites de quantificação (L.Q) das metodologias analíticas a serem empregadas neste programa deverão, quando for o caso, atender aos padrões regulatórios das normas ambientais listadas abaixo. No caso de parâmetros em comum entre normas de referência para água, o L.Q deverá atender ao padrão mais restritivo (i.e., o padrão de menor valor):

- Normas de referência para água:
  - Resolução CONAMA nº 357/2005 (CONAMA, 2005) para águas Classe 2
  - Deliberação Normativa Conjunta (DN) CERH/MG nº 01/2008 (COPAM/CERH, 2008) para águas Classe 2
- Normas de referência para sedimentos:
  - Resolução CONAMA nº 454/2012 (CONAMA, 2012) para o nível N1

### 5.2 Parâmetros e Métodos de Análise

O Anexo B apresenta o programa analítico em forma de tabela, previsto para este PAA. O programa é sumarizado abaixo, juntamente com as suas referências. Neste mesmo anexo estão também listados, para cada parâmetro e matriz (água, sedimentos de fundo e material particulado em suspensão) a serem analisados, respectivos métodos analíticos e limites de quantificação.

Parâmetros analisados realizados por Golder (2018) em sua ‘Investigação Primária’ (exceto Micotoxicologia), que são alvos deste PAA:

- Amostras de água:
  - (Parâmetros de campo) – [Vide Seção 4.4.4]
  - Série sólida (i.e., sólidos em suspensão, sólidos sedimentáveis, sólidos dissolvidos totais e sólidos totais)
  - Espécies de carbono
  - Íons majoritários



- Metais
- Nutrientes
- Amostras de sedimentos:

As amostras de sedimentos deverão ser devidamente preparadas através de secagem em estufa a 40 °C, homogeneização e quarteamento, para a realização dos seguintes ensaios:

- Distribuição granulométrica
- pH de pasta
- Condutância específica de pasta
- Análise mineralógica:
  - Difração de raios-X (XRD) com refinamento Rietveld em uma alíquota de amostra não peneirada
  - Difração de raios-X (XRD) sem refinamento Rietveld em cada uma das frações de amostra: areia, silte e argila
  - Microscopia eletrônica de varredura (SEM) acoplada com espectroscopia dispersiva em energia (EDS) em cada uma das frações de amostra: areia, silte e argila
- Análise composicional:
  - Análise de rocha total
  - Metais
    - Digestão USEPA 3050B (exceto mercúrio - Hg)
      - **Obs:** Para esta digestão é mandatorio que o sedimento passe por maceração e peneiramento em malha 200 mesh Tyler (0,074 mm). A maceração pode ser realizada em almofariz e pistilo de ágata ou moinhos com laminas de aço inox, sendo proibido a utilização de almofariz e pistilo de cerâmica.
    - Digestão USEPA 7471B para Hg
      - Carbono orgânico total (COT) e carbono inorgânico total (CIT)
      - Amônia, amônio e nitrogênio total Kjedal (NKT)
      - Fósforo total e enxofre total

- Membranas filtrantes de 0,45  $\mu\text{m}$  e 0,22  $\mu\text{m}$  (membranas em branco, e membranas com sólidos retidos após filtração):
  - Membranas de éster de celulose:
    - Análise de metais
      - Digestão USEPA 3050B (exceto mercúrio - Hg)
      - Digestão USEPA 7471B para Hg
  - Membranas de fibra de vidro:
    - COT e CIT
    - Amônia, amônio e NKT
  - Análise mineralógica:
    - XRD com refinamento Rietveld
    - Microscopia (SEM/EDS)

Parâmetros estabelecidos na NT n° 47 (CIF, 2019) que também serão realizados neste PAA:

- Amostras de água bruta, água filtrada (nas membranas 0,45  $\mu\text{m}$  e 0,22  $\mu\text{m}$ ) e sedimentos:
  - Fenóis totais (deverá ser empregada a mesma metodologia utilizada no estudo de LACTEC, 2019):
    - Extração líquido-líquido
    - Método espectrofotométrico (USEPA, 1986) – reação com 4-aminoantipirina na presença de ferrocianeto de potássio
- Amostras de água bruta e elutriato de sedimento:
  - Análises ecotoxicológicas:
    - Nível 1: algas verdes (ABNT NBR 12648:2018)
    - Nível 2: Ceriodaphnia spp (ABNT NBR 13373:2017)
- Amostras de sedimento bruto:
  - *Hyalella* spp (ABNT NBR 15470:2013) – ensaios agudo e crônico.

### 5.3 Procedimentos Laboratoriais Específicos

São apresentados procedimentos laboratoriais específicos, que deverão ser realizados no escopo deste PAA.

### 5.3.1 Distribuição granulométrica de amostras de sedimentos

Assim como realizado no estudo anterior (Golder, 2018), as amostras de sedimentos deverão ser submetidas a análise granulométrica descrita no método ASTM D422 (ASTM, 2007a), em conformidade com Teixeira et al. (2017) e indicado na Resolução CONAMA 454/2012 (CONAMA, 2012). Os seguintes tamanhos de peneira deverão ser utilizados (Golder, 2018):

- 2 mm
- 1 mm
- 0,500 mm (#35)
- 0,250 mm (#60)
- 0,125 mm (#120)
- 0,063 mm (#250)
- 0,025 mm (#500)
- < 0,025 mm (pan)
- < 0,002 mm (argila por higrometria)

### 5.3.2 Digestão de membranas filtrantes 0,45 µm e 0,22 µm para a análise de materiais particulados e Fração 1 (após filtração)

De acordo com Golder (2018), o material particulado e a fração coloidal de seu estudo retidos, respectivamente, nos filtros 0,45 µm e 0,22 µm, após os procedimentos de filtração, foram digeridos como recebidos no laboratório. Assim, os sólidos retidos não foram separados das membranas (tanto as de éster de celulose, como as de fibra de vidro) para a abertura das amostras.

Esse teria sido um encaminhamento dos reguladores ambientais (IBAMA e IEMA-ES). Os filtros foram digeridos e submetidos a análises como se segue, sendo que filtros correspondentes em branco foram adicionalmente digeridos, para efeitos de QA/QC (Golder, 2018):

- **Filtros de membrana de éster de celulose (0,45 µm e 0,22 µm):** digestão através do método EPA 3050B (USEPA 1996) e determinação de: Al, Sb, As, Ba, Be, B, Cd, Ca, Cr, Co, Cu, Fe, Pb, Li, Mg, Mn, Mo, Ni, P, K, Se, Ag, Na, S, Tl, Ti, U, V e Zn. Análise de mercúrio (Hg) através do método EPA 7471B (USEPA 1998)
- **Filtros de membrana de fibra de vidro (0,45 µm e 0,22 µm):** Análise dos parâmetros COT, CIT e nitrogênio segundo os métodos ASTM 1915-07a (ASTM 2007b), SM

4500-N C/4500-NO3- F (APHA/AWWA/WEF 2017) e, SM 4500-NORG/4500-NH3G (APHA/AWWA/WEF 2017).

O mesmo procedimento deverá ser feito para aplicação deste PAA.

### **5.3.3 Análise mineralógica de material particulado e Fração 1**

Conforme descrito anteriormente, as amostras de material particulado e Fração 1, previstos neste PAA, serão submetidas a ensaios mineralógicas (i.e., DRX e SEM/EDS). Para isto, a preparação das alíquotas retidas nos filtros 0,45 µm e 0,22 µm deverá seguir o procedimento realizado por Golder (2018):

- um pequeno pedaço de membrana filtrante representativa de cada amostra deverá ser cortado para as análises mineralógicas
- Cada um dos filtros de membrana deverá ser analisado utilizando um microscópio óptico, a fim de avaliar características visuais
- Após confirmar se o conjunto de filtros correspondente a uma amostra é visualmente homogêneo, usando o microscópio óptico, um pedaço aleatório de filtro deverá ser selecionado de cada conjunto (isto é, dentre todos os filtros usados para filtrar amostras em um único local de amostragem) e destinado aos ensaios mineralógicos (XRD e SEM/EDS). De acordo com Golder (2018) estes ensaios não são destrutivos, de forma que o pedaço de filtro analisado poderia ser retornado para ser submetido a análises químicas, no entanto, a SRK recomenda que este pedaço de filtro seja descartado a fim de remover uma variável que poderá gerar incerteza acerca do controle de qualidade que envolve este PAA .

Este procedimento foi adotado por Golder (2018) em função da “*pequena massa recuperada de amostras de material particulado e de fração coloidal*”. Espera-se que o mesmo ocorra no âmbito da execução deste PAA e, portanto, o procedimento descrito deverá ser replicado.

### **5.3.4 Geração de elutriato de sedimentos para ensaios ecotoxicológicos**

O elutriato de sedimentos para as análises ecotoxicológicas estabelecidas pela NT n° 47 (CIF, 2019), deverá ser obtido com base no método USEPA (1998). Deverá ser realizado procedimento análogo ao apresentado por Golder (2017), como se segue:

- O elutriato deverá ser gerado a partir de água coletada dos mesmos locais em que os sedimentos serão coletados.
- O sedimento e a água não filtrada serão combinados sob uma razão sedimento/água de 1:4 (em massa). A mistura será agitada por 30 minutos, deixando-se decantar por uma hora
- O sobrenadante será, então, extraído por meio de sifão, sem perturbar o material decantado, e filtrado (0,45  $\mu\text{m}$ ) para remover os particulados. Uma porção da amostra filtrada será destinada ao ensaio ecotoxicológico
- Outra porção da amostra será filtrada em membrana 0,22  $\mu\text{m}$ , e a água filtrada também será destinada ao ensaio ecotoxicológico

O volume de água coletada para os ensaios ecotoxicológicos deverá ser tal, que seja suficiente tanto para a análise da água bruta, como para as duas soluções filtradas descritas acima. Observa-se, ainda, que para o caso dos ensaios ecotoxicológicos os métodos previstos pela ABNT demandam a realização dos testes considerando diluições distintas. Dessa forma, o volume total de água a ser coletado deve também ser suficiente neste sentido.

## **6. GARANTIA DE QUALIDADE ANALÍTICA E CONTROLE DE QUALIDADE ANALÍTICA (QA/QC)**

Para a execução deste PAA, deverão ser utilizados os procedimentos e técnicas de Garantia de Qualidade analítica e Controle de Qualidade (QA/QC), apresentadas a seguir, a fim de permitir a verificação da qualidade dos dados analíticos. As orientações são baseadas em normas, procedimentos e orientações nacionais e internacionais, que visam a adoção das melhores práticas e devem ser adotadas para todas as matrizes analisadas. As ferramentas de QA/QC estabelecidas abaixo foram referenciadas naquelas propostas por Golder (2018) e também no conhecimento dos especialistas da SRK.

### **6.1 Amostras de Controle**

Uma amostra controle é uma amostra que é inserida em um lote de amostras durante o processo de amostragem ou análise com o objetivo de monitorar erros, precisão e exatidão. Recomenda-se a inserção de pelo menos 1 amostra de controle de cada tipo a cada 10 amostras (10%)

coletadas. É indispensável que amostras de controle sejam tomadas, mesmo que o número total de amostras seja inferior a 10. Para matrizes sólidas e líquidas devem ser coletadas Amostras de Controle dos tipos descritos a seguir.

### 6.1.1 Brancos de campo

São amostras usadas para avaliar a existência da contaminação durante o processo de coleta, manuseio, armazenamento, transporte e análise.

- **Branco de Material Sólido (para sedimento e frações sólidas deste PAA):** refere-se a um material poroso, e.g. quartzo, de composição conhecida, elevado grau de pureza, certificado, que não inclua nenhum dos analitos de interesse (vide Seção 6.1.6). O material padrão deverá ser transportado para o campo e para o laboratório, no mesmo tipo de recipiente usado para coletar as amostras sólidas.
- **Branco de Água:** refere-se a uma amostra de água com elevado grau de pureza. Padrões técnicos sobre a qualidade da água foram estabelecidas por uma série de organizações, incluindo a American Society for Testing and Materials (ASTM), por meio da Norma ASTM para Água Reagente Laboratorial (ASTM D1193-91). Para branco de água, recomenda-se a utilização de Água Reagente do Tipo I. O branco de água deverá ser transportado para o campo e para o laboratório, no mesmo tipo de recipiente usado para coletar as amostras líquidas.
- **Branco de Filtro:** Além de Brancos de Amostras líquidas e sólidas, Brancos de Filtros (0,22  $\mu\text{m}$ ) também deverão ser tomados, haja visto que estes serão digeridos para a análise química do material retido (Fração 1). Amostras de Brancos de Filtros devem ser coletadas no(s) local(is) onde será(ão) executada(s) a(s) filtração(ões). As orientações sugeridas na Seção 4.4.9 e 6.1.6 devem ser seguidas de forma sistemática.

### 6.1.2 Branco de Ambiente

Tal como apresentado no item 4.4.9, este PAA considera um contexto de amostragem específico e que apresenta potencial para contaminação das amostras manuseadas.

Neste sentido, A SRK recomenda que seja implementado um sistema de rastreio, ao longo das etapas de campo que envolvem filtração de amostras de água, das condições do ambiente em que as filtrações e manuseio das amostras estejam ocorrendo.

Deverão ser gerados, a cada dia operacional, 3 brancos de ambiente. Estes brancos deverão ser compostos pelos filtros utilizados para a filtração de amostras. O primeiro filtro deverá ser exposto ao ambiente no local das amostragens e armazenado após encerramento das atividades no local para posterior análise composicional. O segundo filtro deverá ser exposto no local em que serão realizadas as filtrações e armazenado após encerramento das atividades no local para posterior análise composicional. O terceiro filtro deverá ser exposto no local em que serão realizadas as análises químicas, ou seja, o laboratório, e armazenado após encerramento das atividades no local para posterior análise composicional.

### **6.1.3 Duplicata de campo**

A amostra duplicata é coletada com o objetivo de se verificar a variabilidade nos resultados que podem ser atribuídas ao processo de amostragem, recolhendo duas amostras da mesma localização, mesma data e horário, a poucos metros de distância, ou seja, são duas alíquotas distintas. As Amostras Duplicatas devem ser cegas ao analista. Devem ser coletadas amostras duplicadas de matrizes sólidas, líquidas e filtros.

### **6.1.4 Replicata de laboratório**

Esta é uma amostra de controle criada no laboratório dividindo uma amostra em duas alíquotas idênticas. O objetivo das Amostras Replicatas é verificar os procedimentos executados no laboratório, incluindo a preparação de amostras (pulverização, homogeneização e quarteamento) e a rota analítica. As amostras replicadas devem ser cegas ao analista. Devem ser coletadas e analisadas amostras replicadas de matrizes sólidas e líquida.

### **6.1.5 Amostra fortificada (matrix spike)**

Este tipo de amostra consiste na adição de uma quantidade conhecida de um analito em uma amostra cuja concentração do mesmo analito também é conhecida. Ela indica a tendência do método analítico devido a interferência de substâncias ou da própria matriz da amostra. Amostras sólidas e líquidas devem ser fortificadas em laboratório.

### **6.1.6 Padrão certificado de referência**

Esta é uma amostra que foi preparada e analisada por meio de métodos, procedimentos e protocolos validados onde repetidas análises foram realizadas e os resultados foram considerados

aceitáveis. Esse tipo de amostra deve ser utilizado para indicar a precisão e acuracidade dos resultados. Os materiais de referência devem ser de composição semelhante às amostras analisadas. Essas amostras podem ser cedidas pela *Natural Resources Canada* (NRC) e pelo *National Institute of Standards and Technology* (NIST).

Recomenda-se, para sedimento, usar o padrão certificado produzido pelo *National Institute of Standards and Technology* (NIST) Buffalo River NIST® RM 8704.

Para análise de metais em água recomenda-se utilizar padrão de referência certificado SRM 1643f (NIST - Trace Elements in Water).

## **6.2 Calibração de Equipamentos de Campo**

A empresa responsável pela coleta de dados no campo, seja para matriz líquida seja para matriz sólida, deverá apresentar registros das calibrações, e realizar verificações diárias de todos os equipamentos utilizados no campo. Para isto, deverão ser utilizadas soluções padronizadas, também na presença de registros de padronização, e dentro dos prazos de validades. Todos os registros citados deverão ser apresentados no campo, e cópias dos mesmos deverão contar dos relatórios de campo.

É mandatório que a equipe de campo seja composta por profissional capacitado para identificar e corrigir, em tempo hábil, eventuais falhas de equipamentos que possam ocorrer ao longo dos procedimentos de amostragem. Para evitar atrasos no cronograma de amostragem, é desejável que a equipe de campo conte com um conjunto reserva de equipamentos, em caso de falhas do conjunto original. Os equipamentos-reserva deverão estar devidamente calibrados e suas calibrações também deverão ser verificadas anteriormente ao uso.

## **6.3 Programa de Garantia e Controle de Qualidade do Laboratório**

Para a realização do programa analítico previsto neste PAA, deverão ser utilizados laboratórios que possuam acreditação conforme a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025, no que se refere a análises composicionais e ecotoxicológicas. Conforme mencionado na Seção 4.4.1, instituições como laboratórios comerciais possuem, como princípio, um sistema de qualidade inserido em uma política de qualidade. Através deste sistema, os laboratórios utilizam ferramentas internas de QAQC, como aquelas apresentadas nas seções 6.1.4 a 6.1.6, dentre outras ferramentas. Para a realização dos ensaios laboratoriais previstas neste PAA, é esperado que os laboratórios selecionados utilizem suas ferramentas internas de QAQC. Os resultados desta avaliação deverão ser apresentados



juntamente com os laudos analíticos das amostras, propriamente ditos. Os resultados de QAQC poderão ser alternativamente apresentados na forma de relatório técnico individual. Neste caso, os subconjuntos de corridas analíticas correspondentes a este PAA deverão estar inseridos no conjunto global de corridas analíticas que estarão sob controle de QAQC, devidamente descritos no referido relatório.

Observa-se que, como forma indireta de QAQC, os laboratórios selecionados para a execução do programa analítico deste PAA deveriam idealmente serem também responsáveis pelas equipes e procedimentos de amostragem do programa de campo.

### **6.3.1 Programa analítico interlaboratorial**

Dentre as ferramentas de QAQC deste PAA, sugere-se a realização de um programa analítico interlaboratorial. A realização ou não deste programa deverá definida pela Renova previamente ao início dos trabalhos, uma vez que tal programa demanda recursos financeiros e logísticos relativamente superiores aos demais procedimentos previstos neste PAA. A análise interlaboratorial é um parâmetro de proficiência e três laboratórios comerciais e acreditados deverão ser selecionados para a execução das análises interlaboratoriais

O laboratório responsável pelo conjunto global das amostras, isto é, o laboratório principal, será aquele responsável por preparar as amostras do programa e destiná-las aos demais laboratórios. Deverão ser preparadas alíquotas idênticas de amostras, conforme descrito na Seção 6.3.2, para serem distribuídas entre os 3 laboratórios.

Um subconjunto amostral deverá ser selecionado de maneira aleatória e submetido a análise interlaboratorial na proporção de 10%, tanto para amostras de água bruta quanto sedimento.

As análises mineralógicas previstas na Seção 5.3.3 (e Anexo B) não precisarão ser necessariamente acreditadas, visto que muitas vezes são utilizados laboratórios de instituições públicas nacionais para este fim (e.g., laboratórios de universidades públicas).

### **6.3.2 Cadeia de Custódia**

Independentemente da configuração da equipe de amostragem, se ela é diretamente ligada ao laboratório analítico ou se ela é parte independente do processo, o uso da cadeia de custódia deve ser procedimento obrigatório e registros desses documentos devem ser mantidos no banco de dados da

Renova. É imprescindível que a cadeia de custódia a ser utilizada contenha, no mínimo, as seguintes informações:

- Data da coleta da amostra;
- Data do envio da amostra para o laboratório;
- Temperatura da amostra no momento do envio;
- Temperatura da amostra no momento do recebimento;
- Responsável pela coleta da amostra;
- Responsável pelo envio da amostra para o laboratório;
- Responsável pelo recebimento da amostra no laboratório;
- Registro de não conformidades, caso sejam verificadas, no momento da entrega das amostras ao laboratório.

Todas as fichas de Cadeia de Custódia deverão ser auditadas e as não conformidades, se encontradas, deverão ser identificadas, registradas e reportadas. Conforme descrito na Seção 4.4.10, todas as remessas de amostra, do campo ao laboratório, deverão ser acompanhadas de Cadeias de Custódia devidamente preenchidas e assinadas por seus responsáveis.

## **6.4 Tratamento e Validação dos Resultados**

Os resultados deverão ser tratados e validados segundo a diretrizes da USEPA (2016) para a análises de dados inorgânicos, contidas no *Contract Laboratory Program Functional Guidelines*. Para a validação dos resultados, os seguintes aspectos deverão ser considerados:

- Completude: medida de cada conjunto de dados recebido, dividido pelo número de dados válidos (aceitos) obtidos, de acordo com o planejado.
- Precisão das amostras (duplicatas e replicatas);
- Acurácia das amostras de controle;
- Acurácia dos materiais certificados;
- Precisão de amostras interlaboratoriais;
- Resultados de brancos;
- Resultados do controle de qualidade do laboratório (QC): branco do método, amostra fortificada e duplicatas de amostras certificadas.

- Balanço iônico de amostras líquidas: o balanço de carga para as amostras de água deverá ser executado, admitindo-se um erro de  $\pm 10\%$ . Caso os erros de balanço de carga excedam o valor admitido, a reanálise pelo laboratório pode ser solicitada.

## 7. Relatórios e Resultados

A SRK sugere à Renova que, como resultado da execução deste PAA, os seguintes produtos sejam apresentados:

- Relatórios dos procedimentos de campo correspondentes, respectivamente, a cada campanha de amostragem indicando, inclusive, eventuais perdas/erros/falhas, dentro outros aspectos, que tenham ocorrido durante os trabalhos e possam impactar a qualidade dos resultados
- Reporte de resultados analíticos utilizando modelo padronizado a ser fornecido pela Renova.
- Laudos analíticos
- Relatórios técnicos conforme em conformidade com especificações da Nota técnica nº 42.

## 8. Cronograma

Neste item, a SRK sugere, com base em seu conhecimento acerca dos trabalhos já realizados e dos documentos fornecidos pela Renova, um cronograma estimado para a execução deste PAA (Tabela 4). Estão incluídas 2 campanhas de amostragem, sendo uma correspondente ao período seco e outra ao período chuvoso, conforme estabelecido pela NT nº 47 (CIF, 2009).

O cronograma abaixo considera atividades após protocolo, revisão e aprovação deste PAA junto aos reguladores ambientais, além do período de contratação do laboratório e consultoria responsável pela execução do PAA.

O cronograma abaixo considera somente atividades específicas de mobilização para a amostragem, e os procedimentos em si. Não são considerados períodos relacionados à treinamentos e habilitações de equipes de campo, ou mesmo habilitações de veículos e equipamentos junto à Samarco. Estes, por sua vez, podem ter durações de algumas semanas.

**Tabela 4: Cronograma previsto para a execução deste PAA**

TAREFA	MÊS 1	MÊS 2	MÊS 3	MÊS 4	MÊS 5	MÊS 6	MÊS 7	MÊS 8
1ª campanha de amostragem (final do período chuvoso)	█							
Minuta do 1º relatório de campo	█	█	█					
Ensaio laboratoriais	█	█	█	█				
Compilação e avaliação dos dados analíticos				█	█			
Minuta do Relatório parcial				█	█			
2ª campanha de amostragem (período seco)					█			
Ensaio laboratoriais					█	█	█	█
Compilação e avaliação dos dados analíticos							█	█
Minuta do Relatório final								█

## EQUIPE TÉCNICA

<b>Profissional</b>	<b>Função</b>	<b>Registro</b>
Thiago Toussaint	Gerente do Projeto Revisão Final	CREA MG 106495/D
Fernando Pantuzzo	Geoquímico Elaboração do plano	CREA MG 51781/D
Carolina Bittencourt	Eng. Sanitarista e Ambiental Elaboração do plano	CREA MG 109109/D
Luciana Miranda	Eng. Ambiental Elaboração do plano	CREA MG 233402/P

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

APHA/AWWA/WEF. EATON, A.D et al (2017). Standard methods for the examination of water and wastewater. 23<sup>a</sup> ed. Washington: American Public Health Association.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) – (2013). ABNT NBR 13373:2013: Ecotoxicologia aquática — Toxicidade aguda e crônica — Método de ensaio com *Hyalella* spp (Amphipoda) em sedimentos. Rio de Janeiro, RJ; 21p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) – (2015). ABNT NBR ISO/IEC 17025:2005. Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, RJ. 31p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) – (2017). ABNT NBR 13373:2017: Ecotoxicologia aquática - Toxicidade crônica - Método de ensaio com *Ceriodaphnia* spp (Crustacea, Cladocera). Rio de Janeiro, RJ; 20p.

Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) – (2018). ABNT NBR 12648:2018: Ecotoxicologia aquática - Toxicidade crônica - Método de ensaio com algas (Chlorophyceae). Rio de Janeiro, RJ; 27p.

ASTM D422-63(2007)e2. 2007a. Standard Test Method for Particle-Size Analysis of Soils (Withdrawn 2016). Current edition approved Oct. 15, 2007. Published October 2007. Originally approved in 1935. Last previous edition approved in 2002 as D422 – 63 (2002)e1. DOI: 10.1520/D0422-63R07E02.

ASTM E1915 - 07a. 2007b. Standard Test Methods for Analysis of Metal Bearing Ores and Related Materials by Combustion Infrared-Absorption Spectrometry. Current edition approved Nov. 1, 2007. Published November 2007. Originally approved in 1997. Last previous edition approved in 2007 as E1915 – 07. DOI: 10.1520/E1915-07A.

B.B. Bernard, H. Bernard, and J.M. Brooks: Determination of Total Carbon, Total Organic Carbon and Inorganic Carbon in Sediments, College Station, Texas, USA, DI-Brooks International and B&B Laboratories, Inc.

Comitê Interfederativo (CIF) – (2019). Nota Técnica nº 47 - Plano de amostragem para o Monitoramento da Qualidade da Água, Sedimentos e Material Inconsolidado nos diques S3, S4, barragem de Nova Santarém e rio Gualaxo do Norte. Belo Horizonte, MG; data; 12p.

Companhia Ambiental do Estado de São Paulo; Agência Nacional de Águas (CETESB & ANA) – (2011). Guia nacional de coleta e preservação de amostras: água, sedimento, comunidades aquáticas e efluentes líquidas. São Paulo: CETESB; Brasília: ANA, 2011. 325 p.

Conselho Estadual de Política Ambiental (COPAM) & Conselho Estadual de Recursos Hídricos do Estado de Minas Gerais (CERH-MG). 2008. Deliberação Normativa Conjunta nº 01 de 05 de Maio de 2008. Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências.

Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA). 2005. Resolução nº 357, de 17 de março de 2005. Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências.

Conselho Nacional do Meio Ambiente (CONAMA). 2012. Resolução nº 454, de 01 de novembro de 2012. Estabelece as diretrizes gerais e os procedimentos referenciais para o gerenciamento do material a ser dragado em águas sob jurisdição nacional.

EMBRAPA. 2011. Análise Química para Avaliação e Fertilidade de Solos Tropicais – IAC – Instituto Agrônomo de Campinas, 2001/Manual de Métodos de Análise de Solo – EMBRAPA, 2a. Ed., Rio de Janeiro/RJ, 2011

EMBRAPA. 2017. Manual de métodos de análise de solo / Paulo César Teixeira ... [et al.], editores técnicos. – 3. ed. rev. e ampl. – Brasília, DF: Embrapa, 2017

Golder Associates Brasil Consultoria e Projetos Ltda. (2018). Rompimento da Barragem de Rejeitos de Fundão - Investigação de Qualidade de Água, Material Particulado, Fração Coloidal, Sedimentos e Material Inconsolidado - Resultados de Análises Inorgânicas. Relatório Técnico preparado para Fundação Renova. Belo Horizonte, MG, abril, 2018. 143p.

IBAMA-IEEMA (2018) - Trata da análise do Relatório de Investigação de Qualidade de Água, Material Particulado, Fração Coloidal, Sedimentos e Material Inconsolidado (Golder, 2018). Apud Comitê Interfederativo (CIF) – (2019). Nota Técnica nº 47 - Plano de amostragem para o Monitoramento da Qualidade da Água, Sedimentos e Material Inconsolidado nos diques S3, S4, barragem de Nova Santarém e rio Gualaxo do Norte. Belo Horizonte, MG; data; 12p.

Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis (IBAMA)- (2016a). OF 02001 004880/2016-84 DBFLO/IBAMA. Assunto: Relatório de vistoria realizada pelo IBAMA nas áreas afetadas pelo rompimento da barragem da Samarco em Mariana/MG. Junho/2016.

Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis (IBAMA). 2016b. PAR. 02022.000443/2016-43 CPROD / IBAMA. Assunto: Análise do atendimento à Notificação Nº 9671/E (Processo Nº 02015.002417/2015-68), da Resposta ao Ofício. Nº 02015.000537/2016-10 e análise dos dados disponibilizados no FTP e planilhas pela Samarco. Agosto 2016.

Instituto Brasileiro do Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis (IBAMA). 2016c. Metodologia a ser empregada na caracterização do material inconsolidado ('coloide'). Vitória, ES. Novembro 2016.

INSTITUTOS LATEC (LACTEC) - 2018. Diagnóstico socioambiental dos danos decorrentes do rompimento da barragem de Fundão na bacia do rio Doce - Caracterização do Rejeito de Mineração do Complexo de Germano, Curitiba, PR; 46 p.

Mine Environment Neutral Drainage (MEND). 2009. Prediction Manual for Drainage Chemistry from Sulphidic Geologic Materials. MEND Report 1.20.1. December 2009.

Ministério da Saúde (MS). 2017. Portaria nº 005/2017, de xx de maio de 2017. Dispõe sobre os procedimentos de controle e de vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade.

Teixeira, P.C., Donagemma, G.K., Fontana, A., Teixeira, W.G., 2017. Manual de Métodos de Análise de Solo - Revista e Ampliada, 3rd ed. Embrapa Solos, Brasília, DF.

United States Environmental Protection Agency (USEPA) – (1986). Method 9066: Phenolics (colorimetric, automated 4-APP with distillation).

United States Environmental Protection Agency (USEPA). 1996. Method 3050B: Acid digestion of sediments, sludges and soils – Revision 2. December.

United States Environmental Protection Agency (USEPA). 1993. Method 353.2 (SW-846): Determination of Nitrate-Nitrite Nitrogen by Automated Colorimetry. Revision 2.

United States Environmental Protection Agency (USEPA). 1993. Method 350.1 (SW-846): Determination of Ammonia Nitrogen by Semi-Automated Colorimetry. Revision 2.



United States Environmental Protection Agency (USEPA). 1998. Method 6010C (SW-846): Inductively Coupled Plasma – Atomic Emission Spectrometry. Revision 1.

United States Environmental Protection Agency (USEPA). 2000. Method 6020A (SW-846): Inductively Coupled Plasma – Mass Spectrometry. Revision 3.

United States Environmental Protection Agency (USEPA). 1994. Method 7470A (SW-846): Mercury in Liquid Waste (Manual Cold-Vapor Technique) – Revision 1.

United States Environmental Protection Agency (USEPA). 1998. Method 7471B (SW-846): Mercury in Solid or Semisolid Waste (Manual Cold-Vapor Technique) - Revision 2.

United States Environmental Protection Agency (USEPA). 1971. Method 160.1: Residue, Filterable (Gravimetric, Dried at 180°C).

United States Environmental Protection Agency (USEPA). 1971. Method 160.2: Residue, Non-Filterable (Gravimetric, Dried at 103-105 °C).

United States Environmental Protection Agency (USEPA). 1971. Method 160.3: Residue, Total (Gravimetric, Dried at 103-105 °C).

United States Environmental Protection Agency (USEPA). 1974. Method 160.5: Settleable Matter (Volumetric, Imhoff Cone).

United States Environmental Protection Agency (USEPA). 1998. Method 8270D (SW-846): Semivolatile Organic Compounds by Gas Chromatography Spectrometry (GC/MS) - Revision 4.

United States Environmental Protection Agency (USEPA). 2001. Methods for Collection, Storage and Manipulation of Sediments for Chemical and Toxicological Analyses: Technical Manual. EPA-823-B-01-002. United States Environmental Protection Agency, Office of Water, Washington, DC, USA.

United States Environmental Protection Agency (USEPA). 2016. National Functional Guidelines for Inorganic Superfund Methods Data Review – EPA-540-R-2016-001. Office of Superfund Remediation and Technology Innovation (OSRTI). Washington, DC 20460.

**Anexo A: Nota Técnica N° 47 (CIF, 2019)**

**Nota Técnica nº 47 da Câmara Técnica de Segurança Hídrica e Qualidade de Água  
instituída pelo Comitê Interfederativo – Termo de Transação e Ajustamento de Conduta  
do Rio Doce.**

Belo Horizonte, 02 de julho de 2019.

**Assunto:** Plano de amostragem para o Monitoramento da Qualidade da Água, Sedimentos e Material Inconsolidado nos diques S3, S4, barragem de Nova Santarém e rio Gualaxo do Norte

**Técnicos envolvidos na análise:** Ana Paula Fernandez (IBAMA), Maria Dulce Chicayban (IBAMA), Emilia Brito (IEMA) e Thales Altoó (IEMA)

## **1. INTRODUÇÃO**

Na 29ª Reunião Ordinária da Câmara Técnica de Segurança Hídrica e Qualidade da Água (CT SHQA) foi apresentado o Relatório Técnico Conjunto nº05 IBAMA-IEMA (RT n.º05) (IBAMA-IEMA,2018), que trata da análise do Relatório de Investigação de Qualidade de Água, Material Particulado, Fração Coloidal, Sedimentos e Material Inconsolidado (Golder, 2018). **Como encaminhamento, além daqueles propostos no RT n.º05, a CT SHQA determinou que fosse realizada coleta com análises similares no estuário do rio Doce e que o Plano de Amostragem fosse elaborado por este grupo técnico, ao invés da Fundação Renova.** Isto posto, este relatório técnico apresenta o Plano de Amostragem, levando em consideração os encaminhamentos já elencados pelo RT Conjunto n.º05 IBAMA-IEMA e outras informações publicadas sobre os rejeitos provenientes da barragem de Fundão.

O presente estudo foi solicitado inicialmente no âmbito do processo MMA/IBAMA N° 02015.002417/2015-68 que trata da notificação 9671 E de 11.11.2015, do ofício 02001.004880/2016-84 DBFLO/IBAMA, que trata do Relatório de Vistoria realizada pelo Ibama nas áreas afetadas pelo rompimento da barragem da Samarco e Mariana/MG, e do parecer 02022.000443/2016-43 CPROD/IBAMA., O mesmo foi solicitado evido a observação da presença de um material inconsolidado, que tanto se localiza próximo ao fundo, como se apresenta em alguns locais como sobrenadante, de aspecto coloidal, nos diques S3, S4 e ao longo do rio Gualaxo do Norte, rio do Carmo e rio Doce.

Considerando a importância da fração coloidal para o conhecimento da mobilidade e disponibilidade de elementos traço (Worms *et al.*, 2010; Honeyman & Santschi,1992) e que

somente o estudo das frações particulada e dissolvida não retratam todo o fracionamento geoquímico do rejeito proveniente da barragem de Fundão. Desta forma considerou-se necessário o conhecimento da composição de cada uma das frações presentes no ambiente aquático em questão. A princípio foi solicitado que a Fundação Renova utilizasse uma metodologia de filtração comprovadamente reconhecida, como o sistema de ultrafiltração tangencial (UF) que tem sido amplamente utilizado pela comunidade científica (Souza *et al.*, 2014; Guo *et al.*, 1994). Neste a retenção ou rejeição de compostos ocorre em função de fatores como o tamanho molecular, forma, força iônica, pH e concentração dos componentes (Zhao *et al.*, 2000). Este método é o mais indicado para as análises da fração coloidal presente nos corpos hídricos. A Fundação Renova encontrou dificuldade em encontrar laboratórios para realizar o estudo conforme solicitado.

É considerado colóide por diversos autores os sólidos que vão desde 0.001  $\mu\text{m}$  a 1  $\mu\text{m}$  (Guo *et al.*, 2001; Stumm and Morgan, 1996), porém para fins operacionais foi utilizado pela Fundação Renova o termo “fração coloidal” para a fração que passa pela membrana de 0,45  $\mu\text{m}$  ficando retida no filtro de 0,2  $\mu\text{m}$ .

Neste estudo denominamos o material retido na membrana de 0,45 $\mu\text{m}$  como material particulado em suspensão (MPS) e como “fração 01” o material retido no filtro de 0,2  $\mu\text{m}$ .

## 2. PLANO DE AMOSTRAGEM

Para a elaboração do presente Plano de Amostragem levou-se em consideração:

- Encaminhamentos elencados no RELATÓRIO TÉCNICO CONJUNTO N.º05 IBAMA-IEMA (IBAMA-IEMA, 2018);
- Documento produzido pelo Instituto Lactec, como parte do Diagnóstico socioambiental dos danos decorrentes do rompimento da barragem de Fundão na bacia do rio Doce, intitulado a *Caracterização do Rejeito de Mineração do Complexo de Germano* (LacTec, 2018);
- Plano de Manejo de Rejeitos dos Trechos de 1 a 4 (CH2M, 2018) e do Programa de Monitoramento Quali-Quantitativo Sistemático (Golder, 2017) em execução pela Fundação Renova.

## 2.1. Objetivo

Considerando os resultados das investigações anteriores e as solicitações provenientes da Câmara Técnica de Segurança Hídrica e Qualidade da Água (CT SHQA), foi verificada a necessidade de dar continuidade aos estudos. O objetivo deste projeto se constitui de:

- Avaliar a composição química na água, sedimentos e sólidos em suas diferentes frações;
- Conhecer como o transporte dos rejeitos provenientes da barragem de Fundão podem afetar a qualidade de água e dos sedimentos a partir dos barramentos Nova Santarém e Diques S3 e S4 além do rio Gualaxo do Norte (inserção do ponto no Gualaxo por solicitação da FRE em reunião realizada 06/06); Investigar adicionalmente a presença de produtos de degradação dos produtos químicos do processo industrial
- Verificar os efeitos ecotoxicológicos na água e nos sedimentos destes locais supracitados, além de possíveis correlações com outros parâmetros de interesse;
- Complementar análises realizadas preteritamente, conforme Ofício conjunto Ibama e Iema “Considerações sobre o documento Análise de colóides, Qualidade de Água e Sedimentos no Dique S3 e no rio do Carmo – Plano de Trabalho” e item 1 da Deliberação N° 33 de 24 de novembro de 2016 do Comitê Interfederativo (CIF) Acrescenta-se ainda que análise anterior (RELATÓRIO TÉCNICO CONJUNTO N.º 05 IBAMA-IEMA), apesar dos indícios de compostos orgânicos carbonílicos nos sedimentos dos diques e informações da investigação primária, no estudo cromatográfico exploratório da investigação secundária não se observou correlações entre os produtos utilizados pelo processo industrial e os picos (sinais) observados nas amostras ambientais. Todavia, as análises nitrogênio orgânico demonstram valores moderados, mesmo na ausência de urbanização que justifique esses níveis a partir de lançamento de esgotos sanitário, assim fazendo se necessário a uma investigação adicional.

## 2.2. Malha amostral

Na elaboração da malha amostral levou-se em consideração que a avaliação da qualidade dos sedimentos geralmente produz melhores resultados quando realizada na área de deposição de finos, tal qual descrito por CETESB (2018), além das batimetrias do dique S3 e os pontos de monitoramentos já realizados em campanhas anteriores (Golder, 2018). Isto posto, segue nas figuras abaixo uma expectativa da localização dos pontos de coleta.

Em reunião realizada com a Fundação Renova e o LacTec foi realocado um ponto, a pedido da Fundação Renova, do Dique S3 para o rio Gualaxo e a localização do ponto no Mirandinha foi também fornecida pela Fundação Renova. Por e-mail, a Fundação Renova ressaltou que eram dois pontos no Gualaxo do Norte, sendo um imediatamente a jusante do Dique S4, que também foi acatado pela equipe do GT. Em consenso, os técnicos reunidos definiram neste primeiro momento restringir as coletas no Complexo de Germano.

Deve ser observado que pode haver alterações em campo, de acordo com recomendações do GT Coloides, sendo que integrantes do mesmo estarão presentes durante a coleta do material. Na Tabela 01 estão descritas as características dos pontos de amostragem, de forma simplificada.



Figura 1. Localização aproximada dos pontos de coleta no Dique S3, S4, Nova Santarém e Mirandinha – Complexo Germano – proposição e o ponto no representativo no rio Gualaxo do Norte (proposto pela Fundação Renova em reunião). O Ponto 10 não se encontra no mapa. Adaptado de Google Earth (2019).

Tabela 1. Descrição simplificada dos pontos de coleta - proposta

PONTO	LOCALIZAÇÃO	REFERÊNCIA
<b>Complexo Germano – Minas Gerais</b>		
1	Nova Santarém	Ponto a Montante
2	Nova Santarém	Ponto a Jusante
3	Dique S3	Próximo ao ponto 3
4	Dique S3	Próximo aos pontos 4 e 6
5	Dique S3	Próximo ao ponto 5
6	Dique S3	Braço sul do reservatório de S3
7	Dique S4	Próximo aos pontos 7 e 9
8	Córrego Mirandinha	Próximo a nascente
9	Rio Gualaxo do Norte	A jusante do Dique S4
10	Rio Gualaxo do Norte	RGN01 (PMQQS)

As coletas deverão ser acompanhadas por técnicos do GT Coloides e os pontos amostrais propostos poderão ser ajustados em campo, uma vez que a região pode ter sofrido intervenções, fazendo com que os pontos propostos não sejam adequados para a investigação.

## 2.2. Orientações para Coleta

Deverão ser realizadas duas coletas nos mesmos pontos amostrais, caracterizando o período seco e período chuvoso; Deverão ser seguidas as metodologias de coleta já definidas no Relatório Técnico “ Investigação de Qualidade de Água, Material Particulado, Fração Coloidal, Sedimentos e Material Inconsolidado, abril, 2018” As coletas assim como a preparação e preservação das amostras foram elaboradas com base nas orientações descritas no *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (APHA/AWWA/WEF, 2005) e no Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras (CETESB, 2011). Deve-se realizar as coletas para um mesmo ponto em conjunto, seguindo a ordem pré-definida na metodologia. De preferência todos os pontos da região do complexo de Germano deverão ser amostrados no mesmo dia, assim como todos os pontos da região estuarina. Deve-se realizar a coleta de período seco até setembro de 2019.

Em todos os pontos descritos na malha serão amostradas as seguintes matrizes:

### Amostras de água

- Água não filtrada;
- Água filtrada na membrana de 0,45  $\mu\text{m}$ ;
- Água filtrada na membrana de 0,22  $\mu\text{m}$  (após ter sido filtrada na membrana de 0,45  $\mu\text{m}$ ).

### Amostras de sólidos

- Material particulado -sólidos retidos na membrana de 0,45  $\mu\text{m}$  após filtração da água bruta;
- Fração 01: sólidos retidos na membrana de 0,22  $\mu\text{m}$  após filtração da água que passou na membrana de 0,45  $\mu\text{m}$ ;

### Sedimentos

- Superficial: amostras de sedimento superficial coletadas na interface sedimento-água usando uma draga;

- Profundo: amostras de sedimento profundo coletadas usando um equipamento *Vibracore* nos diques (Nova Santarém, S3 e S4).

Nos pontos amostrais que terão coleta de sedimento por *Vibracore* não há necessidade de coleta superficial.

As amostras deverão ser coletadas conforme segue:

Amostras de água:

- Coluna d'água < 1,5 m: uma amostra coletada (i.e. superficial);
- Coluna d'água entre 1,5 m e 2,1 m: amostras coletadas em duas profundidades (i.e. superficial e profunda);
- Coluna d'água > 2,1 m: amostras coletadas em três profundidades (isto é, superficial, meia-coluna e profunda).

Amostras de sedimento:

- Amostras de sedimento profundo coletadas usando um equipamento de *Vibracore*. Os testemunhos de sedimento, de até 100 cm, serão seccionados em duas partes, de 50 cm cada

Cascalhos, galhos, pedras e pedregulhos devem ser removidos manualmente, antes da homogeneização da amostra. **As frações de menor granulometria (“finos”), não consolidadas, não devem ser desprezadas em nenhuma das amostras coletadas.**

## 2.3. Análises Laboratoriais

Para as análises definidas abaixo deverão ser adotadas as metodologias já previstas no âmbito do Relatório Técnico “ Investigação de Qualidade de Água, Material Particulado, Fração Coloidal, Sedimentos e Material Inconsolidado, abril, 2018, complementadas com as metodologias descritas neste relatório. Da mesma forma deverá ser adotado o programa de Garantia de Qualidade e Controle de Qualidade (QA/QC).

### 2.3.1 Parâmetros e matrizes

Para cada ponto da malha amostral deve-se realizar as seguintes análises, em cada uma das matrizes assinaladas, conforme listado na Tabela 2. No caso na amostragem para sedimento e MPS a amostra deverá ser totalmente homogeneizada, incluindo os “finos” anteriormente citados.



Tabela 2. Relação de parâmetros a serem analisados conforme matriz.

Parâmetros	Água			Sedimento		
	Água Bruta	Água Fração 01	Água Fração 02	Sedimento	MPS	Sed Fração 01
Alcalinidade total						
Alumínio dissolvido						
Alumínio total						
Antimônio dissolvido						
Antimônio total						
Arsênio dissolvido						
Arsênio total						
Bário dissolvido						
Bário total						
Berílio dissolvido						
Berílio total						
Boro dissolvido						
Boro total						
Cádmio dissolvido						
Cádmio total						
Cálcio dissolvido						
Cálcio total						
Carbono inorgânico total						
Carbono orgânico dissolvido						
Carbono orgânico total						
Chumbo dissolvido						
Chumbo total						
Cobalto dissolvido						
Cobalto total						
Cobre dissolvido						
Cobre total						
Condutividade elétrica						
Cor verdadeira						
Cromo dissolvido						
Cromo total						
DBO						
Dureza total						
Enxofre total						
Estrôncio						
Ferro dissolvido						
Ferro total						
Fósforo dissolvido						
Fósforo total						

Lítio dissolvido						
Lítio total						
Magnésio dissolvido						
Magnésio total						
Manganês dissolvido						
Manganês total						
Mercurio dissolvido						
Mercurio total						
Molibdênio total						
Molibdênio dissolvido						
Níquel dissolvido						
Níquel total						
Nitrato						
Nitrito						
Nitrogênio amoniacal						
Nitrogênio kjeldahl total						
Nitrogênio orgânico						
Oxigênio dissolvido						
pH						
Potássio total						
Potencial redox						
Prata dissolvido						
Prata total						
Selênio dissolvido						
Selênio total						
Sódio dissolvido						
Sódio total						
Sólidos dissolvidos totais						
Sólidos sedimentáveis						
Sólidos suspensos totais						
Sólidos totais						
Sulfato						
Sulfetos (como H <sub>2</sub> S não dissociado)						
Sulfetos totais						
Temperatura ambiente						
Temperatura da amostra						
Titânio dissolvido						
Titânio total						
Turbidez						

Vanádio dissolvido						
Vanádio total						
Zinco dissolvido						
Zinco total						
Urânio dissolvido						
Urânio total						

Além dos parâmetros e matrizes apresentados na Tabela acima, as seguintes análises deverão ser realizadas:

- Análise mineralógica para sedimentos, utilizando a mesma metodologia do Relatório Técnico “ Investigação de Qualidade de Água, Material Particulado, Fração Coloidal, Sedimentos e Material Inconsolidado, abril, 2018“
- Análise granulométrica nos sedimentos.
- Análises ecotoxicológicas

Para as análises ecotoxicológicas, devem-se priorizar as análises de ecotoxicidade crônica.

Em ambiente dulcícola deve-se realizar as seguintes análises:

- Para as matrizes **ÁGUA BRUTA** e **ELUTRIATO DE SEDIMENTO**  
Nível 1: algas verdes (ABNT NBR 12648:2018);  
Nível 2: *Ceriodaphnia spp* (ABNT 13373:2017);
- Para a matriz **SEDIMENTO BRUTO**  
*Hyalella spp* (ABNT NBR 15470:2013) - realizar ensaio agudo e crônico.

- Análise de Fenol total em água e sedimento

De forma geral, classificam-se como fenóis os compostos orgânicos onde existe um grupamento hidroxila ligado diretamente a um anel aromático, sendo que na estrutura molecular podem estar ligados outros grupamentos funcionais. As propriedades e comportamentos destes compostos dependem da estrutura molecular dos mesmos, de acordo com os radicais incorporados a molécula. “Compostos fenólicos são classificados como poluentes perigosos devido a sua alta toxicidade e persistência no ambiente, sendo considerados como poluentes prioritários e listados como substâncias perigosas e nocivas pela Agência de Proteção Ambiental Americana (U.S. EPA, 2002)” e outras entidades.

O relatório produzido pelo Instituto Lactec, Caracterização do Rejeito de Mineração do Complexo de Germano (2018) informa que a determinação de compostos fenólicos pode ser realizada por

cromatografia em fase gasosa acoplada à espectrometria de massas (EPA 8270E, 2014) a qual permite separar, identificar e quantificar os diversos tipos de fenóis. Adicionalmente, conforme o relatório citado, o “método EPA 9065 (1986) determina a concentração de fenóis totais pelo método espectrofotométrico, o qual não separa os diferentes tipos de fenóis presentes na amostra. O resultado expressa a soma de todos os compostos fenólicos presentes nas amostras, que reagem quimicamente com a 4-aminoantipirina na presença de ferrocianeto de potássio”.

A determinação de fenóis relativas aos pontos desta malha amostral deverão ser executadas utilizando-se o mesmo procedimento analítico utilizado para a mensuração do teor de fenóis totais, conforme citado acima (método EPA 9065 (1986), conforme realizado pelo Instituto Lactec.

#### **4. ENCAMINHAMENTOS e CONCLUSÕES**

Os sedimentos do Dique S3 e do Dique S4 são compostos por mistura de rejeitos, detritos, solos e vegetação provenientes do rompimento da barragem de Fundão, além de um percentual devido a contribuição do escoamento da bacia de drenagem (Golder, 2018). O inventário de contribuição destas misturas não foi realizado, mas de acordo com os estudos de granulometria, existe correlação destes com os rejeitos de Fundão.

Diante dos questionamentos e incertezas que tem se acumulado, tornou-se mandatário que se tenha uma análise da assinatura do rejeito para que se possa melhor entender a contribuição do mesmo ao longo da área impactada, incluindo a região costeira do Espírito Santo o que já foi repetidamente solicitado em pareceres técnicos e relatórios anteriores. Muitos estudos foram realizados com esta finalidade através da composição isotópica de determinados elementos reconhecidamente presentes no material investigado. O comportamento do potencial Zeta de sedimentos vem sendo utilizado como traçador e pode ser uma alternativa para a investigação da entrada de rejeitos de mineração no Rio Doce e região costeira. Solicita-se que a Fundação Renova proponha uma metodologia para alcançar este objetivo.

As coletas deverão ser realizadas preferencialmente no final do período seco e no período chuvoso. No final do período seco, buscando uma amostragem que favoreça a evidência e identificação dos compostos fenólicos, que são muito hidrossolúveis. E no período chuvoso, para analisar os efeitos da ressuspensão do material inconsolidado na coluna d'água. Desta forma, os meses preferenciais são agosto e janeiro (ou início de fevereiro).

Os laudos das coletas realizadas deverão ser encaminhados a CT SHQA assim que recebidos e conferidos pela Fundação Renova, num prazo máximo de 60 dias após a coleta. Após as coletas

em ambas campanhas, um relatório deverá ser elaborado e entregue a CT SHQA em até 120 dias após a última campanha amostral, sendo objetivo e contendo no máximo 100 páginas.

## REFERÊNCIAS

- ANDRADE Lima, L., BERNARDEZ, L., Isotope source signatures for a primary lead smelter located close to Todos os Santos Bay, Brazil. *Soil and Sediment Contamination* 20, 672-687, 2011
- CETESB. Relatório de Qualidade das Águas Superficiais | Apêndice D - Significado Ambiental e Sanitário das Variáveis de Qualidade. São Paulo, 2017.
- CUNHA, B.C.A., Anthropogenic zinc sources in a highly contaminated tropical coastal system (sepetiba bay, rj) as revealed by stable isotopes and elementary geochemistry approaches. Dissertação de Mestrado em Geociências apresentado no Departamento de Geoquímica, Universidade Federal do Rio de Janeiro. 2018
- GOLDER ASSOCIATES. Investigação de Qualidade de Água, Material Particulado, Fração Coloidal, Sedimentos e Material Inconsolidado. 2018.
- GRILO, C.F., QUARESMA, V.S., CHASSAGNE, Claire, KAN, Paul van, BASTOS, A. C., Zeta Potential as a tracer for iron ore tailing input. In: *XIII Encontro Nacional de Engenharia de Sedimentos - I Partículas nas Américas, Vitória-ES-Brasil, 2018*
- GUO, L.; COLEMAN JR, C.H.; SANTSCH, P.H. The distribution of colloidal and dissolved organic carbon in the Gulf of Mexico, *Marine Chemistry*, 45:105-119., 1994. Disponível em: [https://www.academia.edu/6950166/The\\_distribution\\_of\\_colloidal\\_and\\_dissolved\\_organic\\_carbon\\_in\\_the\\_Gulf\\_of\\_Mexico](https://www.academia.edu/6950166/The_distribution_of_colloidal_and_dissolved_organic_carbon_in_the_Gulf_of_Mexico)
- GUO, L, HUNT, B, SANTSCH, P. Ultrafiltration behaviour of major ions in natural waters. *Water Resources*. 6: 1500-1508, 2001.
- HONEYMAN, B.D.; SANTSHI, P.H. The role of particles and colloids in the transport of radionuclides and trace metals in the oceans. In: BUFFLE, J.; VAN LEEUWEN, H.P., editors. Environmental particles. IUPAC Environ Anal Chem Ser Lewis London 1: 379-423, 1992.
- INSTITUTOS LATEC. *Diagnóstico socioambiental dos danos decorrentes do rompimento da barragem de Fundão na bacia do rio Doce - Caracterização do Rejeito de Mineração do Complexo de Germano, Curitiba-PR, 2018.*
- Souza, M.D.C.; Neves, J.S. Gomes, O.V.O.; Sella, S.M.; Marques, E.D., SILVA FILHO, E.V. Fracionamento de cromo em águas superficiais por ultrafiltração tangencial. *Geochimica Brasiliensis* 28(1):2-12., 2014. Disponível em: [http://www.inctmcocean.com.br/pdfs/Produtos/Artigos\\_periodicos/264\\_silva-Filho-et-al.pdf](http://www.inctmcocean.com.br/pdfs/Produtos/Artigos_periodicos/264_silva-Filho-et-al.pdf)

TRABER J., SIGG L., SLAVEYKOVA V.I. Colloidal organic matter from wastewater treatment plant effluents: Characterization and role in metal distribution. *Water Research*, 44:340-350., 2010 .

Disponível em:

<http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0043135409006204>

WORMS I.A.M., SZIGETI Z.A-Gorani, DUBASCOUX S., LESPE G.,  
ZHAO Y.J., WU K.F., WANG Z.J., ZHAO L., LI S.S. Fouling and cleaning of membrane: a literature review. *Environmental Science*, 12(2):241-251, 2000.

WEISS D.J., Application of nontraditional stable-isotope systems to the study of sources and fate of metals in the environment. *Environmetal science and technology* 42, 655-664, 2008

## **Anexo B: Sumário do Programa Analítico**

Parâmetros	Método Analítico	Limite de Quantificação	Águas			Sedimentos e Material Particulado (MPS)		
			Bruta	Filtrada (0,45 µm)	Filtrada (0,22 µm)	Sedimento de Fundo	MPS Retido em 0,45 µm	MPS Retido em 0,22 µm – Fração 1
Alcalinidade total	USEPA 310.1	6,0 mg CaCO <sub>3</sub> /L	X	X	X			
Al dissolvido	USEPA 6010C	<0,1 mg/L	X	X	X			
Al total	USEPA 6010C	<0,1 mg/L - água 5 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Sb dissolvido	USEPA 6010C	<0,005 mg/L	X	X	X			
Sb total	USEPA 6010C	<0,005 mg/L - água 1 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
As dissolvido	USEPA 6010C	<0,01 mg/L	X	X	X			
As total	USEPA 6010C	<0,01 mg/L - água <5,9 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Ba dissolvido	USEPA 6010C	<0,7 mg/L	X	X	X			
Ba total	USEPA 6010C	<0,7 mg/L - água 10,0 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Be dissolvido	USEPA 6010C	<0,04 mg/L - água	X	X	X			
Be total	USEPA 6010C	<0,04 mg/L - água 1,0 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
B dissolvido	USEPA 6010C	<0,5 mg/L	X	X	X			
B total	USEPA 6010C	<0,5 mg/L - água 10,0 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Cd dissolvido	USEPA 6010C	<0,001 mg/L	X	X	X			
Cd total	USEPA 6010C	<0,001 mg/L - água <0,6 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Ca dissolvido	USEPA 6010C	<0,5 mg/L	X	X	X			
Ca total	USEPA 6010C	<0,5 mg/L - água 5,0 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X



Parâmetros	Método Analítico	Limite de Quantificação	Águas			Sedimentos e Material Particulado (MPS)		
			Bruta	Filtrada (0,45 µm)	Filtrada (0,22 µm)	Sedimento de Fundo	MPS Retido em 0,45 µm	MPS Retido em 0,22 µm – Fração 1
CID*	USEPA 9060A (diferença entre CT e COT)	<2,0 mg/L	X	X	X			
CIT*	USEPA 9060A - água (diferença entre CT e COT) EMBRAPA (2011) - sedimentos (diferença entre CT e COT) conforme Bernard et al	<2,0 mg/L - água 0,1% - sedimentos	X	X	X	X	X	X
COD*	USEPA 9060A	<2,0 mg/L	X	X	X			
COT*	USEPA 9060A - água EMBRAPA (2011) - sedimentos	<2,0 mg/L - água 0,1% - sedimentos	X	X	X	X	X	X
Pb dissolvido	USEPA 6010C	<0,01 mg/L	X	X	X			
Pb total	USEPA 6010C	<0,01 mg/L - água <35,0 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Co dissolvido	USEPA 6010C	<0,05 mg/L	X	X	X			
Co total	USEPA 6010C	<0,05 mg/L - água <2,0 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Cu dissolvido	USEPA 6010C	<0,009 mg/L	X	X	X			
Cu total	USEPA 6010C	<0,009 mg/L - água <35,7 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Cond. elétrica	SMEWW 2510 B	0,1 µS/cm	X	X	X	X	X	X
Cor verdadeira	SMEWW 2120 C	<75 mg Pt/L	X	X	X			
Cr dissolvido	USEPA 6010C	<0,05 mg/L	X	X	X			
Cr total	USEPA 6010C	<0,05 mg/L - água <37,3 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
DBO*	SMEWW 5210B	<3,0 mg/L	X					
Dureza total	SMEWW 2340 B	<2,0 mg CaCO3/L	X					

Parâmetros	Método Analítico	Limite de Quantificação	Águas			Sedimentos e Material Particulado (MPS)		
			Bruta	Filtrada (0,45 µm)	Filtrada (0,22 µm)	Sedimento de Fundo	MPS Retido em 0,45 µm	MPS Retido em 0,22 µm – Fração 1
S total	USEPA 6010C	<1,0 mg/L	X	X	X	X	X	X
Sr dissolvido	USEPA 6010C	0,1 mg/L	X	X	X			
Sr total	USEPA 6010C	0,1 mg/L - água 1,0 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Fe dissolvido	USEPA 6010C	<0,3 mg/L	X	X	X			
Fe total	USEPA 6010C	<0,3 mg/L - água 15,0 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Fenóis Totais	SMEWW 5530C - água USEPA 8270D - sedimentos	<0,01 mg/L - água 0,3 mg/kg - sedimento	X	X	X	X		
P dissolvido	USEPA 6010C	<0,03 mg/L	X	X	X			
P total	USEPA 6010C	<0,03 mg/L - água 5,0 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Li dissolvido	USEPA 6010C	0,03 mg/L	X	X	X			
Li total	USEPA 6010C	0,03 mg/L - água 0,5 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Mg dissolvido	USEPA 6010C	0,5 mg/L	X	X	X			
Mg total	USEPA 6010C	0,5 mg/L 5,0 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Mn dissolvido	USEPA 6010C	<0,1 mg/L	X	X	X			
Mn total	USEPA 6010C	<0,1 mg/L - água 1,0 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Hg dissolvido	USEPA 7470A - água	<0,0002 mg/L	X	X	X			
Hg total	USEPA 7470A - água USEPA 7471 B - sedimento	<0,0002 mg/L - água <0,17 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Mo dissolvido	USEPA 6010C	0,01 mg/L	X	X	X			

Parâmetros	Método Analítico	Limite de Quantificação	Águas			Sedimentos e Material Particulado (MPS)		
			Bruta	Filtrada (0,45 µm)	Filtrada (0,22 µm)	Sedimento de Fundo	MPS Retido em 0,45 µm	MPS Retido em 0,22 µm – Fração 1
Mo total	USEPA 6010C	0,01 mg/L - água 2,0 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Ni dissolvido	USEPA 6010C	<0,025 mg/L	X	X	X			
Ni total	USEPA 6010C	<0,025 mg/L - água <18,0 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Nitrato	SMEWW 4500 NO3 –E – água USEPA 353.2 / Embrapa (2017) - sedimentos	<10 mg/L – água 3,0 mg/kg - sedimentos	X	X	X	X	X	X
Nitrito	SMEWW 4500 NO2 –B	<1 mg/L	X					
Nitrogênio amoniacal	USEPA 350.2	<0,50 mg/L	X					
NKT*	SMEWW 4500 Norg B	<0,50 mg/L - água 20,0 mg/kg - sedimentos	X	X	X	X	X	X
Nitrogênio orgânico	USEPA 350.2	<0,50 mg/L 10,0 mg/kg	X	X	X	X	X	X
OD*	SMEWW 4500-O G	0,1 mg/L	X					
pH	SMEWW 4500-H+ B	0,1	X	X	X	X	X	X
K dissolvido	USEPA 6010C	0,6 mg/L - água	X	X	X			
K total	USEPA 6010C	0,6 mg/L - água 5,0 mg/kg - sedimentos	X	X	X	X	X	X
Eh	SMEWW 2580 B	-2000 mV	X			X	X	X
Ag dissolvido	USEPA 6010C	<0,01 mg/L	X	X	X			
Ag total	USEPA 6010C	<0,01 mg/L - água 1,0 mg/kg - sedimentos	X	X	X	X	X	X
Se dissolvido	USEPA 6010C	<0,01 mg/L	X	X	X			
Se total	USEPA 6010C	<0,01 mg/L - água 2,0 mg/kg - sedimentos	X	X	X	X	X	X

Parâmetros	Método Analítico	Limite de Quantificação	Águas			Sedimentos e Material Particulado (MPS)		
			Bruta	Filtrada (0,45 µm)	Filtrada (0,22 µm)	Sedimento de Fundo	MPS Retido em 0,45 µm	MPS Retido em 0,22 µm – Fração 1
Na dissolvido	USEPA 6010C	0,2 mg/L	X	X	X			
Na total	USEPA 6010C	0,2 mg/L - água 25 mg/kg - sedimentos	X	X	X	X	X	X
SDT*	USEPA 160.1	15,0 mg/L	X	X	X			
SSd*	USEPA 160.5	0,30 mL/L	X	X	X			
SST*	USEPA 160.2	15,0 mg/L	X	X	X			
STo*	USEPA 160.3	15,0 mg/L	X	X	X			
Sulfato	SMEWW 4110 B	0,5 mg/L	X	X	X			
Sulfetos (H <sub>2</sub> S não dissociado)	SMEWW 4500 S2- H	<0,002 mg/L	X					
Sulfetos totais	SMEWW 4500 S2- G – água Mend (2009) ASTM E 1915 - sedimentos	0,1 mg/L – água 0,1% - sedimentos	X			X		
Temperatura ambiente	SMEWW 2550 B	0,1°C	X			X	X	X
Temperatura da amostra	SMEWW 2550 B	0,1°C	X			X	X	X
Ti dissolvido	USEPA 6010C	0,1 mg/L	X	X	X			
Ti total	USEPA 6010C	0,1 mg/L - água 0,5 mg/kg - sedimento	X	X	X	X	X	X
Turbidez	SMEWW 2130 B	0,1 UNT(a)	X					
V dissolvido	USEPA 6010C	<0,1 mg/L	X	X	X			
V total	USEPA 6010C	<0,1 mg/L - água 2,0 mg/kg - sedimentos	X	X	X	X	X	X
Zn dissolvido	USEPA 6010C	<0,18 mg/L	X	X	X			

Parâmetros	Método Analítico	Limite de Quantificação	Águas			Sedimentos e Material Particulado (MPS)		
			Bruta	Filtrada (0,45 µm)	Filtrada (0,22 µm)	Sedimento de Fundo	MPS Retido em 0,45 µm	MPS Retido em 0,22 µm – Fração 1
Zn total	USEPA 6010C	<0,18 mg/L - água 123,0 mg/kg - sedimentos	X	X	X	X	X	X
U dissolvido	USEPA 6010C - água	<0,02 mg/L	X	X	X			
U total	USEPA 6010C - água USEPA 6020A - sedimentos	<0,02 mg/L - água 0,5 mg/kg - sedimentos	X	X	X	X	X	X
Granulometria <sup>(1)</sup>	EMBRAPA 2011	n/a				X		
Mineralogia <sup>(2)</sup>	Rietveld	n/a				X	X	X
Ecotoxicologia <sup>(3)</sup>	ABNT NBR 12648:2018 - água ABNT NBR 13373:2017 - água	n/a	X			X <sup>(4)</sup>		
	ABNT NBR 15470:2013 - sedimentos							

**ACRÔNIMOS:**

- CID: Carbono inorgânico dissolvido
- CIT: Carbono inorgânico total
- COD: Carbono orgânico dissolvido
- COT: Carbono orgânico total
- DBO: Demanda bioquímica de oxigênio
- NKT: Nitrogênio total Kjedal
- OD: Oxigênio dissolvido
- SDT: Sólidos dissolvidos totais
- Sólidos sedimentáveis
- Sólidos suspensos totais
- Sólidos totais

NOTAS:

(1): Vide Seção 5.3.1

(2): Vide Seção 5.3.3

(3) e (4): Vide Seção 5.3.4

(4): Observar na Seção 5.3.4 que estes ensaios ecotoxicológicos serão realizados e no elutriato das amostras de sedimento

LEGENDA:

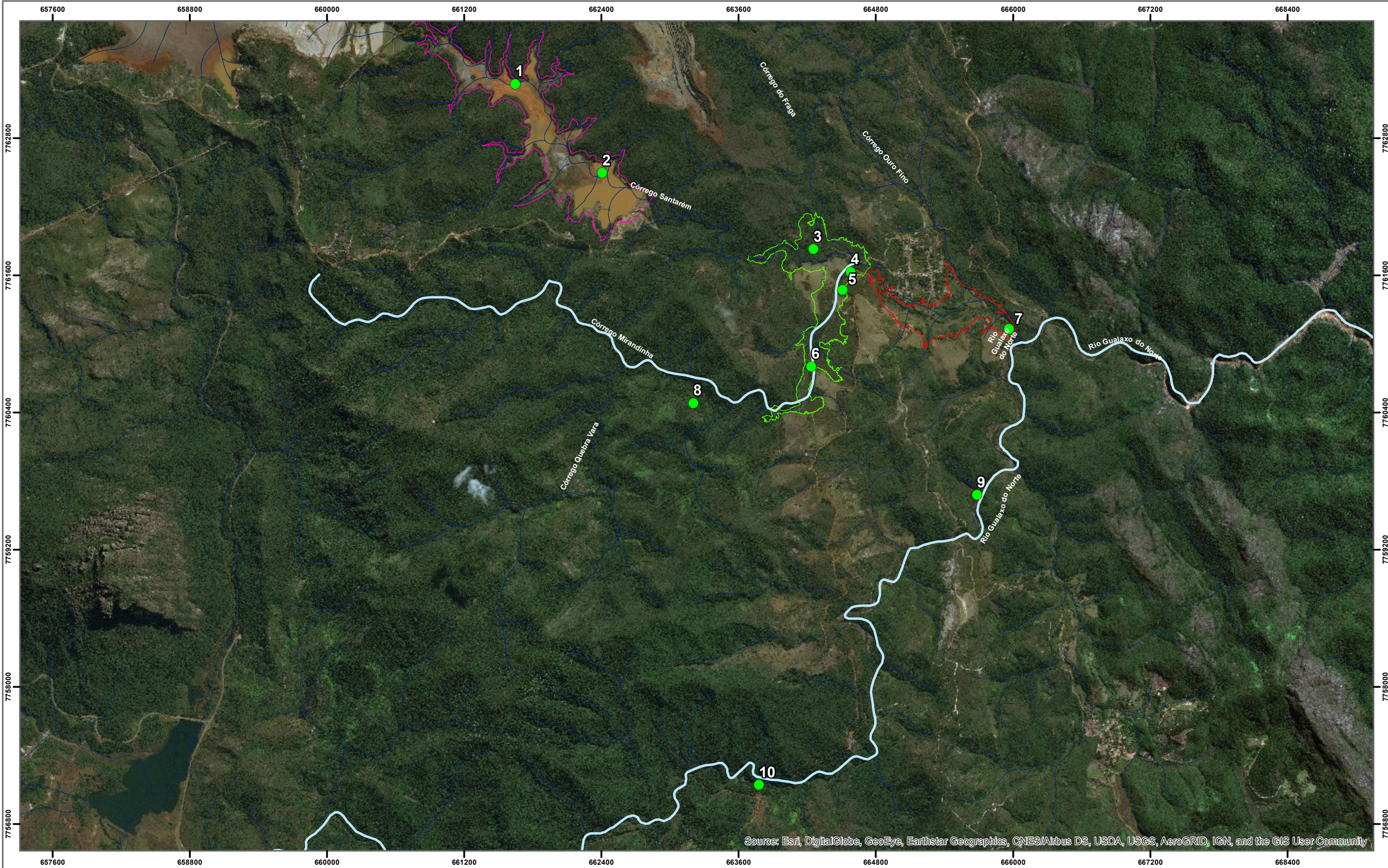


Ensaios estabelecidos para as matrizes de análise na NT nº 47 (CIF, 2019), reproduzida no Anexo A deste PAA



Ensaios complementares que também deverão ser executados no âmbito deste PAA

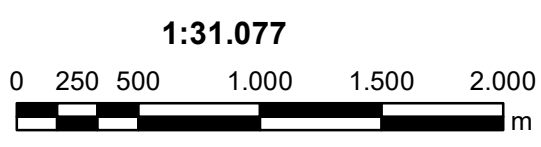
## **Anexo C: Mapa de Localização dos Pontos de Amostragem**



Source: Esri, DigitalGlobe, GeoEye, Earthstar Geographics, CNES/Airbus DS, USDA, USGS, AeroGRID, IGN, and the GIS User Community

**Legenda**

- Pontos de Amostragem
- Hidrografia
- Barragem Santarém
- Dique S3
- Dique S4



Sistema de Coordenadas: SIRGAS 2000 UTM Zone 23S  
 Projeção: Transverse Mercator  
 Datum: SIRGAS 2000

Base Cartográfica (Fonte): Pontos de Amostragem,  
 Hidrografia (Renova, 2019).Imagem: Basemap

		Projeto: <b>SRKBR_040_17- OS34</b>	
<b>Título: PLANO DE AMOSTRAGEM E ANÁLISE DE ÁGUA, SEDIMENTO E MATERIAL INCONSOLIDADO NA BARRAGEM NOVA SANTARÉM, DIQUES S3 E S4, CÓRREGO MIRANDINHA E RIO GUALAXO DO NORTE</b>			
Elaboração: Geoprocessamento	Data: 11/09/2019	Formato: A3	Arquivo: Fig_PlanoAmostragem_v01



## **Anexo D: Anotação de Responsabilidade Técnica**



**Anotação de Responsabilidade Técnica - ART**  
**Leinº 6.496, de 7 de dezembro de 1977**

**CREA-MG**

**Conselho Regional de Engenharia e Agronomia de Minas Gerais**

**ART de Obra ou Serviço**  
**14201900000005556443**

1. Responsável Técnico

**THIAGO TOUSSAINT MARCELINO MOREIRA**

Título profissional:  
**ENGENHEIRO AMBIENTAL;**

RNP: 1406331090

Registro: 04.0.0000106495

Empresa contratada:  
**SRK CONSULTORES DO BRASIL S/A**

Registro: 35064

2. Dados do Contrato

Contratante: **FUNDAÇÃO RENOVA**

CNPJ: 25.135.507/0001-83

Logradouro: **AVENIDA GETÚLIO VARGAS**

Nº: 000671

Complemento: **TERREO**

Bairro: **SAVASSI**

Cidade: **BELO HORIZONTE**

UF: **MG**

CEP: 30112021

Contrato:

Celebrado em:

Valor: **52.160,00**

Tipo de contratante: **PESSOA JURÍDICA DE DIREITO PRIVADO**

3. Dados da Obra/Serviço

Logradouro: **AVENIDA GETÚLIO VARGAS**

Nº: 000671

Complemento: **TERREO**

Bairro: **SAVASSI**

Cidade: **BELO HORIZONTE**

UF: **MG**

CEP: 30112021

Data de início: **22/07/2019** Previsão de término: **31/10/2019**

Finalidade: **AMBIENTAL**

Proprietário: **FUNDAÇÃO RENOVA**

CNPJ: 25.135.507/0001-83

4. Atividade Técnica

**1 - CONSULTORIA**

Quantidade:

Unidade:

**ESTUDO, MEIO AMBIENTE, RELATORIO DE MONITORAMENTO AMBIENTAL**

**80.00**

**h**

Após a conclusão das atividades técnicas o profissional deverá proceder a baixa desta ART

5. Observações

**PLANO DE AMOSTRAGEM E ANÁLISE DE AMOSTRAS DE ÁGUA E SEDIMENTOS**

6. Declarações

7. Entidade de Classe

**SEM INDICAÇÃO DE ENTIDADE DE CLASSE**

8. Assinaturas

Declaro serem verdadeiras as informações acima

*BT* de **01** de **Outubro** de **2019**

**THIAGO TOUSSAINT MARCELINO MOREIRA** RNP: 1406331090

**FUNDAÇÃO RENOVA** 550026 Fundação Renova CNPJ: 25.135.507/0001-83

Valor da ART: **226,50**

Registrada em: **27/09/2019**

Valor Pago: **226,50**

Nosso Número: **000000005368121**

9. Informações

- A ART é válida somente quando quitada, mediante apresentação do comprovante do pagamento ou conferência no site do Crea.
- A autenticidade deste documento pode ser verificada no site [www.crea-mg.org.br](http://www.crea-mg.org.br) ou [www.confrea.org.br](http://www.confrea.org.br)
- A guarda da via assinada da ART será de responsabilidade do profissional e do contratante com o objetivo de documentar o vínculo contratual.

VALOR DA OBRA: R\$ R\$52.160,00. ÁREA DE ATUAÇÃO: MEIO AMBIENTE,

[www.crea-mg.org.br](http://www.crea-mg.org.br) | 0800.0312732

