

Programa de Monitoramento Quali-Quantitativo Sistemático de Água e Sedimentos - PMQQS

Programa de Garantia
e Controle de Qualidade - QA/QC -
Relatório de consistência mensal
dos dados físicos e químicos
(Dezembro/2019)

Abril 2020

Programa de Monitoramento Quali-Quantitativo Sistemático de Água e Sedimentos - PMQQS

Programa de Garantia
e Controle de Qualidade - QA/QC -
Relatório de consistência mensal
dos dados físicos e químicos
(Dezembro/2019)

Abril 2020

Apoio:

SUMÁRIO

1 - Apresentação	1
2 - Introdução.....	2
3 - Objetivos	3
4 - Metodologia	4
4.1 - Garantia de qualidade (QA).....	4
4.2 - Controle de qualidade (QC) – campo e analítica	4
4.2.1 - Validadores e qualificadores.....	6
5 - Resultados	11
5.1 - Conformidade e consistência dos dados.....	11
5.1.1 - Observações entre resultados descritos no BD e nos laudos	15
5.2 - Procedimentos de amostragem e análise.....	15
5.3 - Controle de qualidade laboratorial	16
5.4 - Equipamentos de medição automáticos	17
5.5 - Garantia de qualidade (QA).....	18
5.5.1 - Acreditação dos laboratórios contratados e subcontratados pela NBR-ISO-17025	18
5.5.2 - Capacitação técnica da equipe responsável	19
6 - Informações adicionais e considerações finais.....	20
7 - Equipe técnica	21

LISTA DE QUADROS

Quadro 4-1 – Divisão das equipes de campo.....	5
Quadro 4-2 – Validadores aplicados ao banco de dados (V1 a V7), conforme o ambiente (rios, lagoas, estuários e zona costeira) e matriz (água ou sedimentos), seguindo as orientações da NT n° 16 – GTA -PMQQS. Não está sendo considerado o validador para os ensaios ecotoxicológicos (*).	7
Quadro 4-3 – Qualificadores aplicados ao banco de dados (Q1 a Q4), conforme o ambiente (rios, lagoas, estuários e zona costeira) e matriz (água ou sedimento), seguindo as orientações da NT n° 16 – GTA-PMQQS.	9
Quadro 5-1 – Avaliação resumida das inconformidades encontradas no banco de dados para amostras de água e sedimento (rios, lagoas, estuários e zona costeira), para o mês de dezembro/2019.....	12
Quadro 5-2 – Avaliação dos resultados invalidados por tipo de validador e equipe de campo.....	12
Quadro 5-3 – Pontos sem resultados no BD e a respectiva ocorrência justificando a ausência do dado.	14

LISTA DE ANEXOS

- Anexo 5-1 Banco de dados
- Anexo 5-2 Validadores e qualificadores
- Anexo 5-3 Brancos e duplicatas
- Anexo 5-4 Ofícios e informações sobre dados ausentes
- Anexo 5-5 Observações-operação e manutenção das estações automáticas

1 - APRESENTAÇÃO

Este relatório foi elaborado em atendimento a Nota Técnica nº 12 do GTA-PMQQS, de 17 de agosto de 2018, que determina a apresentação trimestral, em planilhas abertas, dos dados resultantes do monitoramento do rio Doce, tributários, lagoas, zona costeira e estuarina, juntamente com o relatório do Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC). Visando reduzir o prazo para disponibilização dos dados, a partir do último relatório trimestral (agosto a outubro/2019) os relatórios passam a ser mensais. O presente relatório refere-se ao mês de dezembro/2019.

2 - INTRODUÇÃO

O Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC) está descrito no Anexo A do Programa de Monitoramento Quali-quantitativo Sistemático de Água e Sedimentos (PMQQS) e posteriormente complementado pela Nota Técnica nº 16 GTA-PMQQS. A seguir, estão analisadas a consistência dos dados e as respectivas referências, tais como os laudos de análise, cadeias de custódia, fichas de campo, relatórios fotográficos, certificados de acreditação, ensaios interlaboratoriais e resultados de brancos e duplicatas. O banco de dados, planilhas de consistência e ofícios estão apresentados em anexo e os demais no *sharepoint* da Fundação Renova, conforme descrições em cada tópico. Este relatório considera somente os dados físicos e químicos de água e sedimento, de descarga líquida e das estações automáticas do mês de dezembro/2019, sendo complementar aos relatórios QA/QC dos períodos anteriores (anual: agosto de 2017 a julho de 2018, trimestrais, desde agosto/2018 e mensal, a partir do relatório de novembro/2019). Essa divisão de relatórios visa agilizar a liberação dos resultados físicos e químicos, haja vista que os resultados biológicos demandam um prazo maior para análise e, por isso, são apresentados em relatório à parte.

3 - OBJETIVOS

O Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC) tem como objetivo fornecer informações que permitam assegurar e garantir a precisão e acurácia dos resultados obtidos no âmbito do PMQQS. Para isso, esse relatório fornece os dados validados e qualificados das análises físicas e químicas da água e sedimento dos resultados do monitoramento do mês de dezembro/2019, além das observações dos procedimentos de amostragem, preparação de amostras, medições de campo, da descarga líquida e análises físicas e químicas.

4 - METODOLOGIA

4.1 - Garantia de qualidade (QA)

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

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

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

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

Posterior a esse procedimento, as fichas de campo foram digitalizadas e validadas pelos fiscais de campo. As equipes de campo foram divididas por trechos de rios, lagoas, estuários e zona costeira, conforme apresentado no **Quadro 4-1**.

Quadro 4-1 – Divisão das equipes de campo

EQUIPES	PONTOS DE ATUAÇÃO
Trechos 1 e 2 (rios)	RVD 03, RVD 04, RPC 01, RPC 02, RPC 03, RGN 01, RGN 02, RGN 03, RGN 04, RGN 05, RGN 06, RGN 07, RGN 08, RCA 01, RCA 02, RCA 03, RCA 04, RCA 05, RCA 06, RPG 01, RMA 01, RDO 01, RDO 03, RDO 04, RDO 5, RDO 06, RSA 01, RSA 01 M
Trechos 3 e 4 (rios)	RDO 07, RDO 08, RSG 01, RDO 09, RCR 01, RDO 10, RMH 01, RDO 11, RGU 01, RDO 12, RDO 13, RDO 14, RDO 15 e RDO 16
Lagoas	LJP 01, LJP 02, LJP 03; LNV 01, LNV 02, LNV 03; LLM 01, LLM 02, LLM 03; LMN 01, LMN 02; LAO 01, LAO 02; LAL 01
Estuários	ERM 01, ERM 02; EPA 01, EPA 02; ERR 01, ERR 02; ERD01; ERI 01, ERI 02; EBN 01, EBN 02; ERU 01; ERC 01
Zona Costeira	ZCS 08, ZCS 07, ZCS 01, ZCS 02, ZCS 03, ZCS 04, ZCS 05, ZCS 06, ZCN 01, ZCN 02, ZCN 03, ZCN 04, ZCN 05; ECR 01, ECR 02; EIT 01, EIT 02; ZCN 06, ZCN 07, ZCN 08, ZCN 09, ZCN 10, ERC 02

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

Para a geração dos laudos analíticos foram obedecidos todos os requisitos estabelecidos pela norma ABNT NBR-ISO/IEC 17025, como por exemplo, identificação do projeto, nome, endereço, identificação da amostra, matriz e unidade de medida coerente com a matriz. Resultados de matriz sólida foram expressos em base seca, incluindo a porcentagem de sólidos e limite de quantificação compatível com o método. As informações sobre os controles de qualidade laboratoriais foram apresentadas nos respectivos laudos. Importante ressaltar que todas as amostras continham um código de barras específico, que as acompanhou em todas as etapas do processo, desde a coleta até a geração do resultado final.

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

4.2.1 - Validadores e qualificadores

Após importação com êxito dos dados para o MP5, da liberação da planilha e da observação geral dos resultados, foram aplicados validadores e qualificadores aos dados, conforme determinado pela NT n° 16 do GTA-PMQQS, de 22 de outubro de 2018. Os dados invalidados pelos critérios apresentados no **Quadro 4-2** permanecem no sistema MP5, mas são retirados do banco de dados e dos gráficos constantes nos relatórios.

Os validadores são utilizados para identificar eventuais dados inválidos, de forma a garantir a integridade do banco de dados. Assim, quando um validador é aplicado e o dado considerado inválido, os laudos são confrontados a fim de verificar se a digitação foi correta. Em caso de confirmação da invalidade é procedida sua remoção do banco de dados. Havendo tempo hábil, solicita-se a repetição da análise ao laboratório contratado e o processo de validação é reiniciado. O **Quadro 4-2** apresenta os validadores aplicados aos dados resultantes do monitoramento no âmbito do PMQQS e a ação tomada caso o dado não obedeça ao critério pré-estabelecido.

Quadro 4-2 – Validadores aplicados ao banco de dados (V1 a V7), conforme o ambiente (rios, lagoas, estuários e zona costeira) e matriz (água ou sedimentos), seguindo as orientações da NT n° 16 – GTA - PMQQS. Não está sendo considerado o validador para os ensaios ecotoxicológicos (*).

VALIDADOR/EQUAÇÃO	TIPO DE AMBIENTE E MATRIZ	AÇÃO EM CASO DE DADO INVÁLIDO
V1) Limite de quantificação \leq [Parâmetro dissolvido] $\leq 1,2 \times$ [Parâmetro total]	Todos os ambientes; matriz água	Descartar os dados inválidos de concentração do parâmetro dissolvido e do parâmetro total
V2) $ \text{pH}_{\text{campo}} - \text{pH}_{\text{lab}} \leq 1$	Todos os ambientes e matrizes	Descartar o dado inválido de pH_{lab}
V3) $0,85 \leq (\text{CE}_{\text{campo}}/\text{CE}_{\text{lab}}) \leq 1,15$	Todos os ambientes; matriz água	Descartar o dado inválido de CE_{lab}
V4) $0,92 \leq (\text{Sólidos totais}/\text{SST} + \text{SDT}) \leq 1,12$	Rios e lagoas; matriz água	Descartar dados de sólidos dissolvidos totais
V5) $0 \leq \text{pH} \leq 14$	Todos os ambientes e matrizes	Descartar o dado inválido de pH
V6) [Oxigênio Dissolvido] $\leq 15 \text{ mg.L}^{-1}$	Todos os ambientes; matriz água	Descartar o dado inválido de oxigênio dissolvido
V7) Temperatura da água $\leq 35^\circ\text{C}$	Todos os ambientes; matriz água	Descartar os dados de campo de temperatura da água, OD, pH e condutividade elétrica

(* O validador 8 (V8) será apresentado no relatório referente ao QA/QC - comunidades hidrobiológicas e ensaios ecotoxicológicos referente ao período de novembro/2019 a janeiro/2020.

Após a aplicação dos validadores, seguida da conferência dos laudos e da exclusão de dados invalidados no banco de dados, são aplicados os qualificadores os quais foram definidos pela mesma nota técnica, considerando a série histórica, as características do ambiente e o balanço iônico. Para esses qualificadores, os critérios não invalidam os dados, mas identificam valores anômalos e, para tanto, são destacados em negrito no banco de dados, para que se diferenciem dos demais. Adicionalmente, uma planilha foi disponibilizada no **Anexo 5-1** para identificar a qual validador o resultado não teve aprovação (marcada com Q1, Q2, Q3 e Q4). Os qualificadores apenas indicam que o cruzamento de dados gerados não teve relação entre si, sendo necessária uma investigação mais criteriosa por parte do usuário de tais dados.

Ao todo foram aplicados 4 qualificadores, que incluem a comparação do valor mensurado com as concentrações máxima e mínima da série histórica do Instituto Mineiro de Gestão das Águas (IGAM), a conferência do total mensurado de determinado parâmetro (se é maior ou igual a soma do valor mensurado em suas frações), o balanço iônico, além da

observação se o valor de pH medido se encontra dentro da escala usualmente encontrada em referências bibliográficas disponíveis. Um resumo dos qualificadores está indicado **no Quadro 4-3**. Após essa etapa, mais uma vez procede-se a conferência dos laudos e, quando possível, solicita-se a repetição das análises laboratoriais.

PROGRAMA DE MONITORAMENTO QUALI-QUANTITATIVO SISTEMÁTICO DE ÁGUA E SEDIMENTOS - PMQQS

Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC) - Relatório de consistência dos dados físicos e químicos (Dezembro/2019)

3474-00-QA/QC-RL-0003-00

Quadro 4-3 – Qualificadores aplicados ao banco de dados (Q1 a Q4), conforme o ambiente (rios, lagoas, estuários e zona costeira) e matriz (água ou sedimento), seguindo as orientações da NT n° 16 – GTA-PMQQS.

QUALIFICADOR	PRINCÍPIO DO QUALIFICADOR	TIPO DE AMBIENTE E MATRIZ	FÓRMULA APLICADA OU CRITÉRIOS DE CÁLCULO	AÇÃO EM CASO DE ATENDIMENTO À FÓRMULA
Q1	Avaliar se os resultados obtidos estão de acordo com os da série Histórica informada pelo IGAM	Rios; matriz água	$[\text{Parâmetro}_{\text{PMQQS}}] > [\text{Máxima Parâmetro}_{\text{Série Histórica}}]$	Dado desqualificado
			$[\text{Parâmetro}_{\text{PMQQS}}] < [\text{Mínima Parâmetro}_{\text{Série Histórica}}]$	Dado desqualificado
Q2	Avaliar se o total mensurado em um parâmetro está coerente com as séries iônicas e dissolvida do mesmo parâmetro	Todos os ambientes; matriz água	$1,2 \times \text{Parâmetro (total)} \geq \sum (\text{Parâmetro}_{\text{Fração 1}} + \text{Parâmetro}_{\text{Fração 2}} + \dots)$	Dado qualificado
Q3	Observar se os valores de pH estão coerentes com a bibliografia publicada para os ambientes avaliados	Rios e lagoas; todas as matrizes	$5 \leq \text{pH}_{\text{águas interiores}} \leq 10$	Dado qualificado
		Estuários e zona costeira; todas as matrizes	$6,5 \leq \text{pH}_{\text{estuário e zona costeira}} \leq 8,5$	Dado qualificado
Q4	Balanço iônico (*)	Rios e lagoas, matriz água	Diferença percentual (mEq.L^{-1}) > Critério de aceitação (mEq.L^{-1})	Dado desqualificado

(*) As fórmulas do balanço iônico, que compõe o qualificador Q4, estão detalhadas na NT n° 16 – GTA – PMQQS.

Importante ressaltar que os dados não validados são retirados do BD, mas permanecem no MP5, a fim de garantir a integridade dos resultados e manter o processo automático de entrada dos resultados provenientes dos laudos analíticos. Sendo assim, nos resultados gerados pelo MP5 ainda constam os dados não validados. Os resultados que não passaram nos critérios dos qualificadores são mantidos no MP5 e no BD, sendo que no BD são apresentados em negrito.

Para as estações automáticas, foi disponibilizado aos órgãos e autoridades um supervisor WEB onde é possível visualizar, em tempo real, as medições das estações, alarmes de violação dos níveis de alerta, gráficos, além de permitir a exportação dos dados. Entretanto, como os dados são em tempo real, eles não são dados validados. Considerando o montante dos dados gerados e como ainda não existe uma rotina de validação definida para as estações automáticas, os dados são mantidos no MP5, sendo retirados apenas aqueles considerados irreais, tais como valores negativos dos parâmetros e valores de pH fora da faixa de 0 a 14.

5 - RESULTADOS

Os resultados obtidos para as amostragens físicas e químicas de água e sedimento, descarga líquida e das estações automáticas do mês de dezembro/2019, em pontos amostrais localizados no rio Doce, tributários, lagoas, zona costeira e estuários estão disponíveis em planilha Excel no **Anexo 5-1**. Neste anexo, além do banco de dados com os resultados validados e qualificados, encontram-se também a planilha com os qualificadores marcados, conforme modelo constante da NT n° 16 GTA-PMQQS e a planilha de resultados das estações automáticas.

5.1 - Conformidade e consistência dos dados

De acordo com a NT n° 16 do GTA-PMQQS, validadores pré-definidos devem ser aplicados aos dados analisados e quando detectada a inconsistência, o dado deverá ser retirado da planilha. Assim, dos 7 (sete) validadores aplicados, foram retirados 36 dados em um total de 7.862 análises realizadas no período, cujos resultados são aplicados os validadores. Isso significa que 0,46% dos dados apresentaram inconsistência (**Quadro 5-1**). Para este total, foi considerada a soma de todos os dados em que foram aplicados os validadores, exceto o V5, uma vez que este já foi considerado no somatório do V2. As planilhas contendo o roteiro de cálculo dos validadores e qualificadores estão no **Anexo 5-2**.

Quadro 5-1 – Avaliação resumida das inconformidades encontradas no banco de dados para amostras de água e sedimento (rios, lagoas, estuários e zona costeira), para o mês de dezembro/2019.

VALIDADOR	QUANTIDADE DE DADOS QUE PASSARAM PELO VALIDADOR	DADOS NÃO VALIDADOS	% DADOS NÃO VALIDADOS
V1) Limite de quantificação \leq [Parâmetro dissolvido] \leq 1,2 x [Parâmetro total]	6.612	0	0
V2) $ \text{pH}_{\text{campo}} - \text{pH}_{\text{lab}} \leq 1$	Água: 138 (lab) e 142 (<i>in situ</i>)* Sedimento: 36 (lab) e 36 (<i>in situ</i>)	5 5	1,81 6,94
V3) $0,85 \leq (\text{CE}_{\text{campo}}/\text{CE}_{\text{lab}}) \leq 1,15$	138 (lab) e 142 (<i>in situ</i>)*	26	9,42
V4) $0,92 \leq (\text{Sólidos totais}/\text{SST} + \text{SDT}) \leq 1,12$	66 (ST), 138 (SST), 138 (SDT) = 342	0	0
V5) $0 \leq \text{pH} \leq 14$	142	0	0
V6) $[\text{OD}] \leq 15 \text{ mg.L}^{-1}$	142	0	0
V7) Temperatura da água $\leq 35^{\circ}\text{C}$	142	0	0

* No ponto RDO 16 os resultados *in situ* são compostos. Para aplicação desse validador é feita a média das 5 leituras de pH e condutividade. Portanto, no validador V2 existem 280 resultados de pH medidos na água (campo e laboratório), mas para aplicação do cálculo se utilizou 276 dados de pH. No validador V3 existem 280 resultados de condutividade medidos na água (campo e laboratório), mas para o cálculo se utilizou o somatório de 276 dados de condutividade.

A fim de acompanhar os locais de maior ocorrência de dados invalidados e caso necessário intensificar o treinamento das equipes de campo e dos laboratórios, os resultados invalidados foram separados entre as equipes de campo: trechos 1 e 2 em rios, trechos 3 e 4 em rios, lagoas, zona costeira e estuários (**Quadro 4-1**). Dessa forma, o **Quadro 5-2** apresenta os resultados invalidados, separados por tipo de validador (V2 e V3) e ambiente.

Quadro 5-2 – Avaliação dos resultados invalidados por tipo de validador e equipe de campo.

VALIDADOR	QUANTIDADE DE DADOS INVALIDADOS POR EQUIPE DE CAMPO					
	Rios – Trechos 1 e 2	Rios – Trechos 3 e 4	Lagoas	Zona costeira	Estuários	Total de dados invalidados
V2-água	4	0	0	0	1	5
V2-sedimento	-	-	-	5	0	5
V3	1	4	4	8	9	26

Para todos os resultados não validados foi realizada uma busca em cada laudo analítico, de modo a confirmar se os valores indicados nos laudos conferem com o banco de dados. Em dezembro/2019, todos os resultados apresentados no BD estavam de acordo com o resultado do laudo.

Em seguida, é realizada a qualificação dos dados. Com relação ao qualificador 1 (Q1), foram observados 31 resultados acima dos limites máximos e 62 resultados abaixo dos mínimos da série histórica do IGAM. Desses 62 valores que ficaram abaixo do mínimo histórico do IGAM, 34 ficaram abaixo dos limites de quantificação dos métodos, o que significa que eles não foram quantificados e por isso não devem ser considerados inadequados. Ressalta-se que o qualificador 3 (Q3) desqualificou somente dados de pH da zona costeira e estuarina.

Os resultados dos brancos e duplicatas podem ser encontrados no **Anexo 5-3**, na planilha “Branco e duplicatas Dez19”. A maior parte dos resultados (em 99,92%) dos brancos de água e sedimentos ficou abaixo dos limites de quantificação dos métodos, indicando assim uma boa higienização dos equipamentos e garantindo a qualidade dos resultados. As 2 únicas exceções de resultados acima do LQ, embora no mesmo valor (LQ-0,0002 mg.L⁻¹), foram para nitrito dos brancos de água.

Para a avaliação dos resultados de brancos não foram considerados os resultados das análises de campo, posto que esses valores são referentes a medição em água destilada/deionizada.

Os resultados de duplicatas das amostras, no geral, conferem com os resultados correspondentes, variando abaixo dos 20% aceitáveis como comparação (**Anexo 5-3**). Nas planilhas de resultados de duplicatas, que inclui água e sedimento, as diferenças mais marcantes entre o mensurado na amostra e sua respectiva duplicata estão registradas em cor de célula destacada. As diferenças mais pronunciadas estão na série de sólidos e nos resultados de *Escherichia coli* para as análises de água, e na granulometria para as análises de sedimentos.

Alguns resultados não foram apresentados porque não foi possível realização de coleta, conforme detalhado no **Quadro 5-3**. O ofício relativo à ausência de monitoramento nesses pontos pode ser verificado no **Anexo 5-4**.

Quadro 5-3 – Pontos sem resultados no BD e a respectiva ocorrência justificando a ausência do dado.

MÊS	PONTO	MATRIZ	OCORRÊNCIA
Dezembro/ 2019	LAO 01 e LAO 02	Todas as matrizes	Coleta não realizada devido à falta de acesso a propriedade particular.
	RCA 04	Todas as matrizes	Não foi possível realização de coleta porque o proprietário do terreno não permitiu a entrada da equipe de campo para acessar o ponto.
	RDO 03	Todas as matrizes	Falta de acesso devido às chuvas, que provocaram erosão do terreno e inviabilizaram a entrada do barco. O nível do rio estava alto.

Destaca-se que a entrada de alguns pontos está situada em propriedades particulares e, algumas vezes, ocorre impasse em negociação entre os proprietários desses terrenos e a Fundação Renova. No ponto RCA 04 esse fato vem ocorrendo com certa frequência e desde março/2019 não é possível fazer coletas no local. No entanto, de acordo com a NT n° 56, o GTA-PMQQS entende a necessidade de se manter este ponto e da inviabilidade em realocá-lo e aguarda a breve resolução do problema.

Pelo mesmo motivo, as coletas nos pontos LAO 01 e LAO 02 não ocorrem desde novembro/2019. Contudo, a NT n° 56-GTA-PMQQS indica a junção desses pontos para um que seja coincidente ao ponto E23 do Plano de Monitoramento Básico Ambiental (PMBA) da cláusula 165 do TTAC, o que poderá sanar esta questão, retomando as coletas na lagoa do Areão.

Importante mencionar que em RDO 03 a coleta de dezembro/2019 não foi realizada por causa da erosão do solo provocada pelas fortes chuvas ocorridas na região, impedindo o acesso da equipe de campo ao ponto. A empresa responsável pela recuperação e manutenção dos acessos foi comunicada e medidas estão sendo tomadas para evitar novos episódios de erosão. A entrada na água pela equipe de campo utilizando calça-bota também não foi possível devido ao aumento do nível do rio, o que tornava insegura a coleta.

5.1.1 - Observações entre resultados descritos no BD e nos laudos

Todos os laudos analíticos referentes às análises abióticas estão disponibilizados no *sharepoint* da Fundação Renova. Alguns resultados do BD considerados atípicos, mesmo passando pelos critérios dos validadores, foram confirmados nos laudos e pelo laboratório.

Com relação à medição de descarga líquida, vale ressaltar que nos pontos RCA 03, RCA 04, RCA 05, RCA 06, RGN 02, RGN 03, RGN 05, RGN 07 e RPC 02 não há régua limnimétrica, não sendo possível medir o nível d'água nesses pontos. Por esse motivo o resultado de nível não consta no BD (-) e no laudo (Labmar) o resultado é igual a 0 (zero). Os pontos RDO 04, RGN 06, RGN 08, RMA 01 e RMH 01 também não possuem régua, mas como possuem estações automáticas, os resultados de nível das estações são apresentados apenas no BD e não nos laudos (Labmar).

5.2 - Procedimentos de amostragem e análise

Os procedimentos de amostragem e análise adotados ocorreram em conformidade com as normas técnicas de referência para coleta de amostras de água e sedimento, bem como os métodos de análise utilizados para cada parâmetro. Os frascos e preservantes utilizados para as amostragens e os respectivos métodos analíticos foram apropriados para as matrizes amostradas.

Através desses registros, observou-se que a temperatura de transporte das amostras foi adequada, chegando ao laboratório com registros de $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ em todas as campanhas. Pelas fichas de campo, também foi possível verificar que o tempo das amostras em campo foi adequado para todas as campanhas amostrais realizadas no mês de dezembro/2019.

Complementar às fichas de coleta, os relatórios de campo estão igualmente disponibilizados no *sharepoint* da Fundação Renova. Os relatórios, elaborados para cada equipe de campo, incluem registros fotográficos digitalizados, pelos quais é possível verificar as etapas de coletas, a utilização dos equipamentos de proteção individual pelos responsáveis

pela coleta e o acondicionamento das amostras e os equipamentos, conforme padrão solicitado no PMQQS. Além disso, também constam no *Sharepoint* da Fundação Renova os registros de calibração da sonda multiparamétrica, a qual é realizada no laboratório mensalmente com técnicos especializados, e planilhas Excel contendo os dados *in situ*, obtidos pela sonda no momento da coleta, após passar pelo processo de verificação diária no campo para obtenção dos resultados de análise.

As fichas de informação de segurança dos produtos químicos (FISPQ) utilizados como preservantes foram disponibilizadas em relatórios anteriores juntamente com o plano de segurança para produtos controlados. À época, também foram disponibilizados os procedimentos gerais praticados pelo laboratório responsável pelas amostragens, considerando o controle dos processos, os procedimentos de amostragem, o controle da conformidade dos resultados e dos materiais e padrões, além dos prazos de validade para cada amostra desde sua coleta. Cabe destacar que as FISPQ são disponibilizadas e armazenadas em pastas que acompanham as equipes de campo. Sempre que necessário, as equipes realizam consultas sobre as informações de segurança referente aos produtos químicos, além dos treinamentos rotineiros.

5.3 - Controle de qualidade laboratorial

Os limites de quantificação (LQ) dos métodos trabalhados atenderam aos requisitos previstos no PMQQS (Anexo C do PMQQS), sendo todos eles iguais ou menores que os limites preconizados pela legislação vigente. Para os metais pesados, os LQs foram mais elevados nos ambientes de zona costeira e estuarina, sendo o dobro dos LQs de águas superficiais neste mês de dezembro/2019. Essa diferença se faz necessária em muitos parâmetros, porque águas salinas ou salobras possuem maiores concentrações de certos íons que atuam como interferentes analíticos na determinação de alguns analitos e, portanto, algumas vezes é necessário diluir as amostras. Ainda assim, em todos os parâmetros, o LQ atendeu aos limites da legislação.

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

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

5.4 - Equipamentos de medição automáticos

As estações automáticas tiveram sua verificação ininterrupta, salvo quando por impossibilidade de acesso para manutenção dos equipamentos. Alguns problemas relativos ao mês de dezembro/2019 estão indicados na planilha de registros de ocorrências e manutenção nas estações automáticas (**Anexo 5-5**), onde estão reportados também problemas ocorridos com as sondas. Parte deles inclui elevação dos valores de turbidez, geralmente associada ao acúmulo de material no sensor das sondas. Picos isolados, valores zerados de outros parâmetros ou, ainda, falhas de transmissão de dados, ocorreram no momento da manutenção das estações e esses resultados permanecem no BD, embora sejam justificados. O banco de dados das estações automáticas encontra-se no **Anexo 5-1**. Algumas observações serão relatadas na sequência, sendo complementar a planilha de ocorrências (**Anexo 5-5**):

- A estação RDO 01 tem apresentado falhas de transmissão e o acesso físico ao local está bloqueado desde novembro/18, não sendo possível a manutenção corretiva. Em 11/11/19 as 15h ela parou de transmitir dados e em dezembro/2019 ocorreram somente 3 registros de dados, em 27/12, de 6 às 8h, porém apresentando valores de temperatura ambiente reduzida e valores zerados de temperatura da água, turbidez, cianobactéria, clorofila, condutividade, pH e oxigênio dissolvido (6h). Essa estação amostral será realocada com a revisão bianual do PMQQS e de acordo com as diretrizes da NT n° 55-GTA-PMQQS;
- RDO 04 - Picos isolados de clorofila-*a* e cianobactérias nos dias 13, 14 e 18. No dia 18/12, 16h, a turbidez apresentou valor 4 UNT, muito abaixo dos resultados antes e após sua medição;
- RDO 03 – Valor de turbidez no dia 19 foi 0,1 UNT, diferente dos resultados médios para o mês;
- RDO 08 – Resultado de oxigênio dissolvido apresentou uma queda pontual em 4/12, 16h, quando atingiu 4,71 mg.L⁻¹ e 57,66% de saturação. Em 17/12, 21h o resultado foi 0,7 mg.L⁻¹ e 9,11% de saturação. Os demais parâmetros não apresentaram alteração que possam justificar esses baixos resultados de OD;
- RDO 16 – Valores de clorofila-*a* e cianobactérias oscilando, em 5/12, sem motivo justificado.

5.5 - Garantia de qualidade (QA)

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

Não houve alteração no escopo da acreditação dos laboratórios contratados e subcontratados, cujos certificados foram disponibilizados em relatórios anteriores. O laboratório ALS/Corplab, responsável pelas análises físico-químicas de água, sedimento e testemunho de sedimento, possui número de acreditação CRL-0222 e CRL-0241. Os laboratórios subcontratados Econsult Estudos Ambientais, responsável pelas análises biológicas, e Tecam Tecnologia Ambiental, responsável pelas análises ecotoxicológicas,

possuem número CRL-0760 e CRL-0395, respectivamente. O laboratório Tommasi Analítica Ltda, que analisa os parâmetros físicos e químicos para avaliação do Material Particulado em Suspensão (MPS) possui certificado de acreditação número CRL-0442. Todos os certificados estão vigentes e a última revisão de escopo foi realizada recentemente estando disponíveis no *sharepoint* da Fundação Renova.

As análises de granulometria, vazão (descarga líquida) e descarga sólida são realizadas pela Labmar Meio Ambiente e Geologia Marinha Ltda. e não possuem acreditação pelo INMETRO. As análises de granulometria realizadas pela Labmar são feitas em equipamento a Laser, que não é o método convencional de acreditação pelo INMETRO. Este laboratório é certificado pela Fundação Vanzonili, sob o registro SQ-17015 e foi subcontratado pela ALS para estas análises.

5.5.2 - Capacitação técnica da equipe responsável

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

6 - INFORMAÇÕES ADICIONAIS E CONSIDERAÇÕES FINAIS

As amostragens de campo e as análises laboratoriais foram cumpridas exatamente conforme consta na metodologia, o que garantiu a qualidade dos dados apresentados. Considerando os resultados em que foram aplicados os critérios de validação, para o período de dezembro/2019, 0,46% dos dados foram excluídos do BD por inconsistência. Além dos dados excluídos por invalidação, alguns pontos não foram monitorados por impossibilidade de acesso (RCA 04, LAO 01, LAO 02) e, portanto, ficaram sem resultados para todas as matrizes. No ponto RDO 03 não foi possível a realização da campanha amostral devido às fortes chuvas na região, que impossibilitaram o acesso a esse ponto e a entrada diretamente no rio. Essas chuvas também provocaram aumento no resultado de alguns parâmetros verificados nas estações automáticas.

Cabe esclarecer que os resultados que constam no BD são conferidos com os resultados dos respectivos laudos. Durante a elaboração do presente relatório, os valores divergentes ou considerados incomuns são confrontados e os laboratórios responsáveis confirmam ou refutam os resultados. Quando possível, é feita a reanálise da amostra. Problemas intrínsecos de cada parâmetro são observados quando se utiliza diretamente os dados para trabalhos específicos, como cálculos de métricas, por exemplo, não sendo avaliado neste relatório.

PROGRAMA DE MONITORAMENTO QUALI-QUANTITATIVO SISTEMÁTICO DE ÁGUA E SEDIMENTOS - PMQQS

Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC) - Relatório de consistência dos dados físicos e químicos (Dezembro/2019)

3474-00-QA/QC-RL-0003-00

7 - EQUIPE TÉCNICA

PROFISSIONAL DA ECOLOGY BRASIL E E&E	FORMAÇÃO	FUNÇÃO	REGISTRO GERAL/CTF IBAMA
Gina Luísa Carvalho Boemer	Bióloga (UFSCar), mestre e doutora em Engenharia Ambiental (USP)	Coordenação Geral	CRBio 35253/04 CTF 590812
Maria Isabel de Almeida Rocha	Bióloga (UNIRIO), mestre e doutora em Biofísica (UFRJ)	Análise dos dados e elaboração do Relatório	CRBio 29943/02 CTF 7176839
Carolina Davila Domingues	Bióloga (UNISINOS/RS), mestre em Botânica (UFRGS) e doutora em Botânica (UFRJ)	Análise dos dados	CRBio 53691/03 CTF 3312907
Déborah Regina de Oliveira e Silva	Bióloga, mestre e doutora em Ecologia, Conservação e Manejo de Vida Silvestre (UFMG)	Análise dos dados	CRBio 87804/04 CTF 5810376
Petrus Magnus Amaral Galvão	Biólogo, mestre em Ecologia e doutor em Biofísica (UFRJ)	Análise dos dados	CRBio 115214/02 CTF 499671
Rafael Azevedo	Biólogo (UNIGRANRIO), mestre em Ecologia (UFJF) e doutor em Ecologia e Evolução (UERJ)	Análise dos dados	CRBio 65746/02 CTF 2978596I
Jefferson Rocha da Silva	Oceanógrafo (UERJ)	Análise dos dados	CTF 7157608
Vinícius de Paiva Andrade	Engenheiro ambiental (PUC-RJ)	Análise de dados	CREA 2019102239
Jaqueline Diniz	Analista de sistemas	Editoração	-