

# **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 (Agosto/2020)

Setembro 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 (Agosto/2020)

Setembro 2020

Apoio:

## SUMÁRIO

<b>1 - APRESENTAÇÃO</b> .....	<b>1</b>
<b>2 - INTRODUÇÃO</b> .....	<b>2</b>
<b>3 - OBJETIVOS</b> .....	<b>4</b>
<b>4 - METODOLOGIA</b> .....	<b>5</b>
<b>4.1 - Garantia de qualidade (QA)</b> .....	<b>5</b>
<b>4.2 - Controle de qualidade (QC)</b> .....	<b>5</b>
4.2.1 - Procedimentos de campo .....	5
4.2.2 - Procedimentos laboratoriais .....	8
4.2.3 - Procedimentos de análise dos dados .....	9
4.2.3.1 - Validadores .....	10
4.2.3.2 - Qualificadores.....	11
4.2.3.3 - Avaliação geral da consistência dos dados .....	14
4.2.4 - Estações automáticas .....	15
4.2.5 - Síntese metodológica .....	15
<b>5 - RESULTADOS</b> .....	<b>17</b>
<b>5.1 - Garantia de qualidade (QA)</b> .....	<b>17</b>
<b>5.2 - Controle de qualidade (QC)</b> .....	<b>18</b>
5.2.1 - Avaliação dos procedimentos de campo.....	18
5.2.2 - Avaliação dos procedimentos laboratoriais .....	19
5.2.3 - Análise dos dados .....	20
5.2.3.1 - Validadores .....	20
5.2.3.2 - Qualificadores.....	24
5.2.3.3 - Avaliação geral da consistência dos dados .....	25
5.2.3.3.1 - Matriz de brancos.....	27
5.2.3.3.2 - Matriz de duplicatas .....	28
5.2.3.3.3 - Matriz de água.....	28
5.2.3.3.4 - Matriz de sedimento.....	38
<b>5.3 - Estações automáticas</b> .....	<b>40</b>
<b>6 - INFORMAÇÕES ADICIONAIS E CONSIDERAÇÕES FINAIS</b> .....	<b>42</b>
<b>7 - EQUIPE TÉCNICA</b> .....	<b>44</b>

## LISTA DE QUADROS

Quadro 4-1 – Divisão das equipes de campo.....	6
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 (*).....	11
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.....	13
Quadro 5-1 – Laboratórios contratados e subcontratados para a coleta e análise das amostras, com respectivos certificados de acreditação. ....	17
Quadro 5-2 – 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 agosto/2020.....	21
Quadro 5-3 – Avaliação dos resultados invalidados por tipo de validador e equipe de campo.....	21
Quadro 5-4 – Pontos sem resultados no BD e a respectiva ocorrência justificando a ausência do dado em agosto/2020. ....	26
Quadro 5-5 – Registros das principais ocorrências com as estações automáticas no mês de agosto/2020.....	41

## LISTA DE FIGURAS

Figura 4-1 – Ficha de campo contendo as informações necessárias para o controle de qualidade.....	7
Figura 4-2 – Laudo laboratorial contendo as informações necessárias para o controle de qualidade.....	9
Figura 4-3 – Fluxograma com as etapas metodológicas adotadas no Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC). .....	16
Figura 5-1 – Avaliação temporal da quantidade de dados invalidados no PMQQS (agosto/2017 a agosto/2020) em função da aplicação dos validadores V1 a V7 para a matriz água.....	22
Figura 5-2 – Avaliação dos resultados invalidados (V2 e V3) divididos por equipes de campo, desde o início do monitoramento do PMQQS (agosto/2017 a agosto/2020). .....	23
Figura 5-3 - Comparativo das concentrações de cianeto no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) em pontos de rios e tributários.....	29
Figura 5-4 - Comparativo das concentrações das frações dissolvidas e totais de zinco no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) na lagoa Juparanã. ....	30
Figura 5-5 - Comparativo do parâmetro turbidez em laboratório e <i>in situ</i> no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) na lagoa Juparanã. ....	31
Figura 5-6 - Comparativo do parâmetro turbidez em laboratório e <i>in situ</i> no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) na lagoa do Limão.....	32
Figura 5-7 - Comparativo das concentrações das frações totais e dissolvidas de cobalto e cobre no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) na lagoa Monsarás. ....	33
Figura 5-8 - Comparativo das concentrações das frações dissolvidas e totais do parâmetro cobalto no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) nos pontos amostrais do estuário Barra Nova (EBN 01 e EBN 02).....	34
Figura 5-9 - Comparativo das concentrações de nitrato, nitrito e nitrogênio amoniacal no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) nos pontos amostrais do estuário Barra Nova (EBN 01 e EBN 02). ....	35
Figura 5-10 - Comparativo das concentrações do parâmetro fluoreto no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) nos pontos da zona costeira.....	36
Figura 5-11 - Comparativo do parâmetro turbidez em laboratório e <i>in situ</i> no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) no ponto ZCS 03 na zona costeira. ....	37
Figura 5-12 - Comparativo das concentrações de parâmetros monitorados no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) no ponto ECR 01, estuário do rio Cricaré.....	39

## LISTA DE ANEXOS

- Anexo 1 Banco de Dados Ago20
- Anexo 2 Validadores e Qualificadores Ago20
- Anexo 3 Ofícios Ago20
- Anexo 4 Brancos e Duplicatas Ago20
- Anexo 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 passaram a ser mensais. O presente relatório refere-se à campanha de coleta do mês de agosto/2020.

## 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 garantia de qualidade - QA (*“Quality Assurance”*) refere-se ao planejamento de métodos e técnicas e a sistematização das etapas que visam garantir a confiança no processo analítico. As atividades de controle de qualidade – QC (*“Quality Control”*) objetivam avaliar os processos de medição, análise e geração de resultados. Por diferenças sutis entre QA e QC e, muitas vezes complementares, os processos são utilizados em conjunto (QA/QC).

A seguir são apresentados os procedimentos e avaliações em relação às etapas que envolvem a Garantia de Qualidade (QA), tais como: certificação de laboratórios, capacitação de equipe, manutenção e calibração de equipamentos; e o Controle de Qualidade (QC) que compreende procedimentos de campo (brancos, fichas de campo, cadeias de custódia, entre outros), laboratório (branco de métodos, ensaios interlaboratoriais, laudos de análise, entre outros) e a etapa final de análise de todo o processo (validação e qualificação dos dados, avaliação geral da consistência dos dados).

Os bancos de dados, planilhas de consistência e ofícios que justificam as falhas nas coletas e/ou análises estão apresentados em anexo, já os laudos analíticos e os documentos laboratoriais, como certificados de acreditação, ensaios interlaboratoriais e treinamentos se encontram no *sharepoint* da Fundação Renova.

Este relatório considera somente os dados físicos e químicos de água e sedimento e das estações automáticas do mês de agosto/2020, sendo complementar aos relatórios QA/QC dos períodos anteriores (anual: agosto de 2017 a julho de 2018, trimestral: agosto/2018 a outubro/2019; e mensal: a partir de novembro/2019). Essa divisão de relatórios visa agilizar a liberação dos resultados físicos e químicos de água e sedimento, haja vista que os resultados biológicos, ecotoxicológicos, testemunho, granulometria de sedimentos e descargas líquida e sólida demandam um prazo maior para análise e, por isso, serão apresentados em relatório à parte, mantendo a frequência trimestral.

### **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 dos resultados das análises físicas e químicas da água e sedimento da campanha do mês de agosto/2020, além das observações dos procedimentos de amostragem, preparação de amostras, medições de campo 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:

- Contratação de laboratório acreditado pela NBR-ISO 17025 para os parâmetros analisados no PMQQS;
- Verificação e/ou ajuste de instrumento de medição para desempenho compatível ao seu uso;
- Descontaminação dos equipamentos, instrumentos e materiais de coleta (não descartáveis) e calibração de equipamentos;
- 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)

#### 4.2.1 - Procedimentos de campo

Para que seja possível executar toda a campanha em sua extensa malha amostral dentro de um mês, as coletas foram divididas por equipes. Essa divisão foi feita considerando os trechos de rios, lagoas, estuários e zona costeira, conforme apresentado no **Quadro 4-1** a seguir.

**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 05, 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; ERD 01; ERI 01, ERI 02; EBN 01, EBN 02; ERU 01; ERC 01; EIT 01; EIT 02
Zona Costeira e Estuários	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; ZCN 06, ZCN 07, ZCN 08, ZCN 09, ZCN 10, ERC 02

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 matrizes e contém: identificação do ponto, tipo da amostra, responsável pela coleta, data e hora da amostragem, parâmetros a serem analisados, 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, resultados dos parâmetros físicos e químicos *in situ* e informações sobre o recebimento da amostra no laboratório, como identificação do técnico responsável, temperatura da amostra e data/hora do recebimento (**Figura 4-1**). As fichas de campo foram digitalizadas pelo laboratório e validadas pelos fiscais de campo.

PROGRAMA DE MONITORAMENTO QUALI-QUANTITATIVO SISTEMÁTICO DE ÁGUA E SEDIMENTOS - PMQCS  
 Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC) - Relatório de consistência dos dados físicos e químicos (Agosto/2020)  
 3474-00-QAQC-RL-00010-00

Figura 4-1 – Ficha de campo contendo as informações necessárias para o controle de qualidade.

		Ficha de Coleta		Processo Comercial: 22523/2019																																									
				Item do Processo: 8																																									
		Grupo de amostra:																																											
Identificação do ponto e matriz	Identificação da Coleta: 2011875																																												
	Empresa Solicitante: FUNDACAO RENOVA																																												
	Endereço: AV GETULIO VARGAS, no.671- CEP:30.112-021- Bairro: SAVASSI -Belo Horizonte/MG																																												
	Nome do Solicitante: [Redacted]		Telefone do Solicitante: -																																										
	Código da Amostra: 6522264																																												
Frascos e preservantes	Identificação da Amostra: RGN 06 - Mariana - Gualaxo Norte 06		Data: 06/03/2020	Hora: 11:11																																									
	Tipo da Amostra: Água Superficial		Chuva nas Últimas 24 horas?: <input checked="" type="checkbox"/> Sim ( ) Não																																										
	Tipo da Amostragem: ( ) LowFlow ( ) Bailer <input checked="" type="checkbox"/> Instantânea ( ) Composta de em hr																																												
	Responsável pela coleta: --- [Redacted]																																												
Resultados mensurados in situ	Comparativo: Res. CONAMA 357 (17/03/2005) - Art. 15 + COPAM/CERH-MG N																																												
	Parâmetros a Serem Analisados: SPA - Alcalinidade por Potenciometria (Matriz Líquida), SPA - Fosfato Total e Derivados (Matriz Líquida), SPA - Carbono Total e Dureza (Matriz Líquida), SPA - Metais por ICP MS (Matriz Líquida), SPA - Cianet - Carbono Dissolvido Total e Derivados (Matriz Líquida), BLH - Nitrogênio Amoniacal por Indofenol (Matriz Líquida), BLH - Demanda Bioquímica de Oxigênio (Matriz Líquida), BLH - Sulfetos (Matriz Líquida), BLH - Turbidez (Matriz Líquida), BLH - Nitrogênio Kjeldahl Total - NKT (Matriz Líquida), BLH - Sólidos Totais, Fixos e Voláteis (Matriz Líquida), BLH - Sólidos Sedimentáveis (Matriz Líquida), BLH - Sólidos Totais Suspensos, Fixos e Voláteis (Matriz Líquida), BLH - Sólidos Dissolvidos Totais, Fixos e Voláteis (Matriz Líquida), BLH - Escherichia Coli (NMP) (Matriz Líquida e Sólida), BLH - Cor Verdadeira (Matriz Líquida), SPA - Ferro III (Matriz Líquida), SPA - Polifosfatos (Matriz Líquida), BLH - Condutividade por Eletrometria (Matriz Líquida), BLH - pH (Matriz Líquida), BLH - Ferro II (Matriz Líquida), SPA - Metais Dissolvidos por ICP MS (Matriz Líquida), BLH - Varredura de Ânions (Matriz Líquida), BLH - Clorofila (Matriz Líquida), BLH - Feoftina (Matriz Líquida), BLH - Parâmetro de Campo - Profundidade in situ, BLH - Parâmetro de Campo - Turbidez in situ, BLH - Parâmetro de Campo - pH in situ, BLH - Parâmetro de Campo - Condutividade elétrica in situ, BLH - Parâmetro de Campo - Temperatura Ambiente in situ, BLH - Parâmetro de Campo - Temperatura Amostra in situ, BLH - Parâmetro de Campo - Oxigênio Dissolvido in situ, BLH - Parâmetro de Campo - Oxigênio Dissolvido (% Saturação) in situ, BLH - Parâmetro de Campo - Potencial Redox in situ		Condições da amostragem																																										
<table border="1"> <thead> <tr> <th>Parâmetros de Campo</th> <th>Resultado Obtido</th> <th>Unidade de Medida</th> <th>Código do equipamento utilizado</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>Profundidade in situ</td> <td>0.30</td> <td>m</td> <td>mmf-028</td> </tr> <tr> <td>Turbidez in situ</td> <td>308.49</td> <td>NTU</td> <td></td> </tr> <tr> <td>pH in situ</td> <td>7.03</td> <td>-</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Temperatura Ambiente in situ</td> <td>24.8</td> <td>°C</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Temperatura Amostra in situ</td> <td>22.6</td> <td>°C</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Oxigênio Dissolvido in situ</td> <td>8.53</td> <td>mg/L</td> <td>Equipamento utilizado</td> </tr> <tr> <td>Oxigênio Dissolvido (% saturação) in situ</td> <td>98.6</td> <td>%</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Potencial Redox in situ</td> <td>215.6</td> <td>mV</td> <td></td> </tr> <tr> <td>Condutividade elétrica in situ</td> <td>34.2</td> <td>µS/cm</td> <td></td> </tr> </tbody> </table>				Parâmetros de Campo	Resultado Obtido	Unidade de Medida	Código do equipamento utilizado	Profundidade in situ	0.30	m	mmf-028	Turbidez in situ	308.49	NTU		pH in situ	7.03	-		Temperatura Ambiente in situ	24.8	°C		Temperatura Amostra in situ	22.6	°C		Oxigênio Dissolvido in situ	8.53	mg/L	Equipamento utilizado	Oxigênio Dissolvido (% saturação) in situ	98.6	%		Potencial Redox in situ	215.6	mV		Condutividade elétrica in situ	34.2	µS/cm			
Parâmetros de Campo	Resultado Obtido	Unidade de Medida	Código do equipamento utilizado																																										
Profundidade in situ	0.30	m	mmf-028																																										
Turbidez in situ	308.49	NTU																																											
pH in situ	7.03	-																																											
Temperatura Ambiente in situ	24.8	°C																																											
Temperatura Amostra in situ	22.6	°C																																											
Oxigênio Dissolvido in situ	8.53	mg/L	Equipamento utilizado																																										
Oxigênio Dissolvido (% saturação) in situ	98.6	%																																											
Potencial Redox in situ	215.6	mV																																											
Condutividade elétrica in situ	34.2	µS/cm																																											
Frascos e armazenamento	<table border="1"> <thead> <tr> <th>Tipo de Frascos</th> <th>Qtd. Frasco</th> <th>Preservantes</th> <th>Quantidade de amostra</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>BLH - Plástico (mL)</td> <td>1</td> <td>Refrig(4,0±2,0°C)</td> <td>250 mL</td> </tr> <tr> <td>BLH - Frasco Estéril (g ou mL)</td> <td>1</td> <td>Refrig(4,0±2,0°C)+TiosulfSodio</td> <td>120 g ou mL</td> </tr> <tr> <td>SPA - Vidro Âmbar (mL)</td> <td>1</td> <td>Refrig(4,0±2,0°C)+NaOH</td> <td>500 mL</td> </tr> <tr> <td>SPA - Plástico (mL)</td> <td>1</td> <td>Refrig(4,0±2,0°C)</td> <td>250 mL</td> </tr> <tr> <td>SPA - Vidro Âmbar (mL)</td> <td>1</td> <td>Refrig(4,0±2,0°C)</td> <td>100 mL</td> </tr> <tr> <td>SPA - Plástico (mL)</td> <td>1</td> <td>Refrig(4,0±2,0°C)+H2SO4</td> <td>500 ml</td> </tr> </tbody> </table>				Tipo de Frascos	Qtd. Frasco	Preservantes	Quantidade de amostra	BLH - Plástico (mL)	1	Refrig(4,0±2,0°C)	250 mL	BLH - Frasco Estéril (g ou mL)	1	Refrig(4,0±2,0°C)+TiosulfSodio	120 g ou mL	SPA - Vidro Âmbar (mL)	1	Refrig(4,0±2,0°C)+NaOH	500 mL	SPA - Plástico (mL)	1	Refrig(4,0±2,0°C)	250 mL	SPA - Vidro Âmbar (mL)	1	Refrig(4,0±2,0°C)	100 mL	SPA - Plástico (mL)	1	Refrig(4,0±2,0°C)+H2SO4	500 ml													
	Tipo de Frascos	Qtd. Frasco	Preservantes	Quantidade de amostra																																									
	BLH - Plástico (mL)	1	Refrig(4,0±2,0°C)	250 mL																																									
	BLH - Frasco Estéril (g ou mL)	1	Refrig(4,0±2,0°C)+TiosulfSodio	120 g ou mL																																									
	SPA - Vidro Âmbar (mL)	1	Refrig(4,0±2,0°C)+NaOH	500 mL																																									
	SPA - Plástico (mL)	1	Refrig(4,0±2,0°C)	250 mL																																									
SPA - Vidro Âmbar (mL)	1	Refrig(4,0±2,0°C)	100 mL																																										
SPA - Plástico (mL)	1	Refrig(4,0±2,0°C)+H2SO4	500 ml																																										
Informações de recebimento da amostra	Responsável ALS: [Redacted]		Responsável Cliente: FUNDACAO RENOVA																																										
	Responsável pelo Recebimento: [Redacted]		Data/Hora do Recebimento: 07/03/20 09:00 hs.																																										
	Temperatura do Recebimento: f ° Celsius																																												

Como procedimento de controle de 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 limitado a 20 amostras (ABNT NBR-16435/2015). As amostras de brancos e duplicatas foram tratadas da mesma forma que as demais amostras e enviadas ao laboratório para serem submetidas às mesmas análises.

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 coletado em campo foi entregue aos laboratórios de análise com as respectivas fichas de campo, contendo a identificação do projeto e as demais informações já listadas acima.

#### 4.2.2 - Procedimentos laboratoriais

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 e endereço do solicitante, localização do ponto, identificação da amostra, matriz, unidade de medida coerente com a matriz, método de análise dos parâmetros e seus respectivos limites de quantificação (**Figura 4-2**). Resultados de matriz sólida foram expressos em base seca, incluindo a porcentagem de sólidos. Além disso, para o controle dos procedimentos laboratoriais foram realizados brancos de métodos, duplicatas de laboratório e foram utilizados em seus procedimentos internos materiais de referência certificado (MRC). O laboratório realiza análises interlaboratoriais, conforme normas específicas.

Importante mencionar que os limites de quantificação dos métodos de cada parâmetro avaliado devem estar de acordo com as limitações legais (Resoluções CONAMA ou Normativas COPAM), conforme preconiza o PMQQS. Esses limites constam nos laudos analíticos, junto dos resultados de cada variável.



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.

O procedimento de análise dos dados é obtido por meio da aplicação de validadores e qualificadores, em atendimento à Nota Técnica nº 16 do GTA-PMQQS, como também de uma avaliação geral da consistência dos dados.

#### 4.2.3.1 - Validadores

Os critérios de validação, determinados pela NT nº 16 do GTA-PMQQS, são utilizados para identificar eventuais dados inválidos, de forma a garantir a integridade do banco de dados. Após importação com êxito dos dados para o MP5 foram aplicados os critérios de validação aos resultados. Os dados invalidados pelos critérios apresentados no **Quadro 4-2** são retirados da planilha do banco de dados (BD) e dos gráficos constantes nos relatórios, mas permanecem no sistema MP5 a fim de garantir a integridade dos resultados e manter o processo automático de entrada dos resultados provenientes dos laudos analíticos.

Quando um validador é aplicado e o dado considerado inválido, os valores do BD são confrontados com os laudos analíticos, a fim de verificar se a transcrição dos dados foi realizada corretamente pelo laboratório. Se for constatado algum erro na transcrição dos dados pelo laboratório, solicita-se a revisão do laudo e posteriormente o dado é corrigido no MP5. Em caso de confirmação da invalidade do dado pelo laboratório, é procedida sua remoção somente da planilha de banco de dados. Havendo tempo hábil, solicita-se a repetição da análise ao laboratório contratado e o processo de validação é reiniciado. Vale esclarecer que a reanálise só ocorre quando a revisão do laudo é solicitada antes do prazo de descarte da amostra. Ressalta-se também que cada parâmetro apresenta um prazo de análise específico, que pode variar de 24h até 6 meses.

O **Quadro 4-2** apresenta os validadores aplicados aos dados das coletas manuais 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 x [Parâmetro total]	Todos os ambientes; matriz água	Descartar os dados inválidos de concentração do parâmetro dissolvido e do parâmetro total
V2) $ pH_{\text{campo}} - pH_{\text{lab}}  \leq 1$	Todos os ambientes e matrizes	Descartar o dado inválido de $pH_{\text{lab}}$
V3) $0,85 \leq (CE_{\text{campo}}/CE_{\text{lab}}) \leq 1,15$	Todos os ambientes; matriz água	Descartar o dado inválido de $CE_{\text{lab}}$
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) $0 \leq pH \leq 14$	Todos os ambientes e matrizes	Descartar o dado inválido de pH
V6) [Oxigênio Dissolvido] $\leq$ 15 mg.L <sup>-1</sup>	Todos os ambientes; matriz água	Descartar o dado inválido de oxigênio dissolvido
V7) Temperatura da água $\leq$ 35°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 QA/QC trimestral - comunidades hidrobiológicas, ensaios ecotoxicológicos, dentre outras análises, referente ao período de julho/2020 a setembro/2020.

#### 4.2.3.2 - Qualificadores

Os qualificadores, também determinados pela NT n° 16 do GTA-PMQQS, tem por objetivo identificar os valores anômalos, por meio de critérios que consideram a série histórica, as características do ambiente e o balanço iônico.

Após a aplicação dos validadores, seguida da conferência dos laudos e da exclusão de dados invalidados na planilha de banco de dados, foram aplicados os qualificadores. Os dados que não obedeceram aos critérios de qualificação são destacados em negrito na planilha de banco de dados, para que se diferenciem dos demais. Este procedimento, no entanto, não invalida o dado, mas indica que existem valores anômalos, a partir de equações que relacionam grupos de parâmetros, sendo necessária uma investigação mais criteriosa por parte do usuário de tais dados. Adicionalmente, uma planilha (Planilha qualificadores Ago20) foi disponibilizada no **Anexo 1** para identificar a qual qualificador o resultado não obteve aprovação (marcada com Q1, Q2, Q3 e Q4).

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 com as suas frações (aplicado apenas para os sólidos, série de nitrogênio e ferro), 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. Conforme já mencionado, a reanálise só ocorre quando a revisão do laudo é solicitada antes do prazo de descarte da amostra.

**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 (sólidos, série de nitrogênio e ferro)	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 ( $\text{mEq.L}^{-1}$ ) > Critério de aceitação ( $\text{mEq.L}^{-1}$ )	Dado desqualificado

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

#### 4.2.3.3 - Avaliação geral da consistência dos dados

Além da aplicação de validadores e qualificadores, conforme estabelece a NT n° 16 GTA-PMQQS, é feita ainda uma avaliação dos dados gerados no âmbito do PMMQS, uma vez que nem todas as matrizes e parâmetros possuem critérios de validação e qualificação definidos. Este procedimento de avaliação visa identificar dados fora do padrão esperado nos resultados brutos e problemas no controle de qualidade em relação aos dados de brancos e duplicatas.

O processo de avaliação geral da consistência de dados considera as seguintes diretrizes:

- Para os dados brutos da matriz água e sedimento: avaliação geral dos resultados, levando em consideração os próprios dados históricos do PMQQS (média ou máxima) e o período sazonal (seca ou chuva). Os dados considerados suspeitos são encaminhados para a confirmação do laboratório responsável;
- Para os dados de brancos de equipamento de campo: avaliação dos resultados superiores ao limite de quantificação (LQ). Solicitação de confirmação dos resultados quantificados pelo laboratório responsável. Em caso afirmativo, o laboratório repassa essas informações à equipe de campo responsável pela amostragem, com o intuito de identificar as possíveis causas e buscar soluções para evitar a ocorrência nas próximas campanhas;
- Para os dados de duplicatas de campo: comparação dos resultados das amostras originais com suas respectivas duplicatas, com variação máxima de 20%. Todos os resultados que ultrapassarem este limite são encaminhados para a confirmação do laboratório responsável.

#### 4.2.4 - Estações automáticas

Para as estações automáticas, foi disponibilizado aos órgãos e autoridades um supervisório WEB onde é possível visualizar, em tempo real, as medições das estações, alarmes de violação dos níveis de alerta, gerar gráficos, além de permitir a exportação dos dados brutos. Entretanto, como os dados são em tempo real, eles não passam por nenhum critério de validação. 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.

Embora não apresentem validadores ou qualificadores específicos, como forma de controle de qualidade dos dados gerados, é avaliada ainda a existência de picos de valores, de resultados zerados e ausentes, que são confrontados com as informações de manutenção dos equipamentos. Caso o resultado atípico não tenha justificativa na planilha de operações e manutenção, disponibilizada no **Anexo 5**, a informação é registrada neste relatório.

#### 4.2.5 - Síntese metodológica

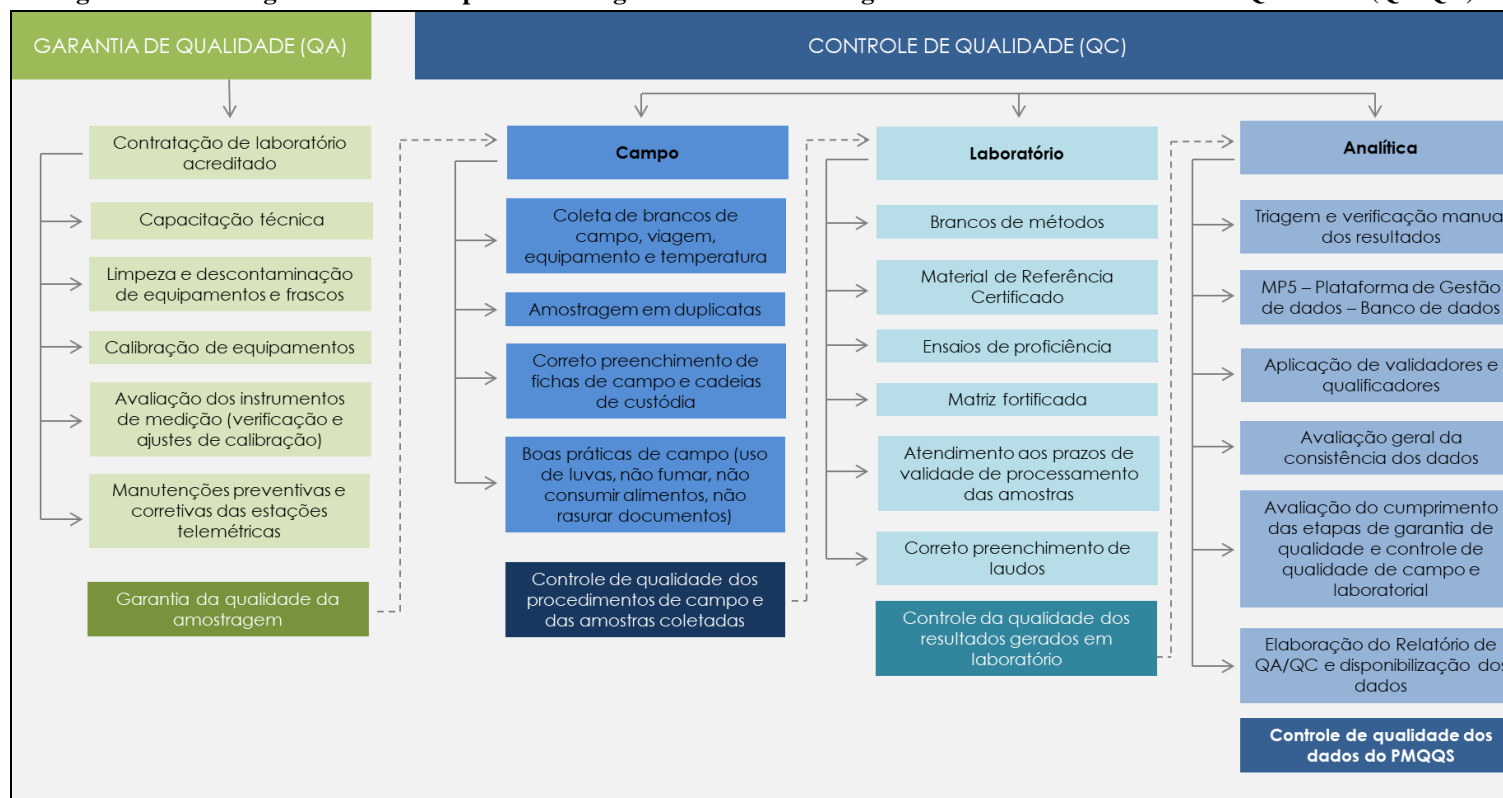
O fluxograma da **Figura 4-3** apresenta os principais procedimentos das etapas do Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC).

**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 (Agosto/2020)

3474-00-QAQC-RL-00010-00

**Figura 4-3 – Fluxograma com as etapas metodológicas adotadas no Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC).**



## 5 - RESULTADOS

Os resultados obtidos para as amostragens físicas e químicas de água e sedimento do mês de agosto/2020 e das estações automáticas do mesmo mês, em pontos amostrais localizados no rio Doce, tributários, lagoas, zona costeira e estuários estão disponíveis em planilhas Excel no **Anexo 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.

### 5.1 - Garantia de qualidade (QA)

Não houve alteração no escopo da acreditação dos laboratórios contratados e subcontratados. Os certificados de acreditação na ABNT NBR-ISO 17025/2015 junto ao INMETRO, bem como seus escopos, estão vigentes e se encontram no *sharepoint* da Fundação Renova. As razões sociais de cada laboratório, sua referida acreditação e os respectivos parâmetros acreditados estão resumidas no **Quadro 5-1**.

**Quadro 5-1 – Laboratórios contratados e subcontratados para a coleta e análise das amostras, com respectivos certificados de acreditação.**

Razão Social	Nome do Laboratório	Número Acreditação INMETRO	Data da acreditação	Última revisão do escopo	Parâmetros acreditados analisados
Corplab Serv. Análises Ambientais	ALS Corplab	CRL-0241	18/01/2007	01/10/2018	Amostragens (água e sedimento), análises físicas e químicas da água e sedimento
ALS Ambiental Ltda.	ALS Ambiental Ltda.	CRL-0222	01/09/2006	08/05/2019	Varredura de íons, metais, dureza, alcalinidade, fenóis, série de fósforo, série de sólidos, clorofila e feofitina, outros (água e sedimento)

O quadro de funcionários do laboratório envolvidos nos trabalhos de escritório e de campo nas campanhas amostrais podem ser conferidos no *sharepoint* da Fundação Renova. Na planilha consta a função de cada contratado e a respectiva localidade de atuação, que pode ser confirmada nas fichas de campo e cadeias de custódia.

## 5.2 - Controle de qualidade (QC)

### 5.2.1 - Avaliação dos procedimentos de campo

Os procedimentos de amostragem de campo 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 dos registros feitos nas fichas de coleta, observou-se que o acondicionamento das amostras foi adequado, chegando ao laboratório com temperatura de  $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Pelas fichas de campo, também foi possível verificar que o tempo em trânsito das amostras, do campo até a chegada ao laboratório, foi adequado para todas as coletas realizadas no mês de agosto/2020.

Após instrução às equipes de campo quanto ao preenchimento das fichas de coleta, observou-se que as mesmas, no mês de agosto/2020, foram apresentadas com clareza nas informações e maior cuidado no preenchimento.

As fichas de coleta e os relatórios de campo foram verificados no *sharepoint* da Fundação Renova. Os relatórios, elaborados pelo laboratório para cada equipe de campo, incluem registros fotográficos, pelos quais é possível verificar as etapas de coletas, a utilização dos equipamentos de proteção individual pelos responsáveis pela coleta, o acondicionamento das amostras e os equipamentos utilizados, conforme padrão solicitado no PMQQS. Além disso, também foram consultados no *sharepoint* da Fundação Renova os registros de calibração das sondas multiparamétricas, 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.

## 5.2.2 - Avaliação dos procedimentos laboratoriais

As fichas de informação de segurança dos produtos químicos (FISPQ) utilizados como preservantes estão disponíveis no *sharepoint* da Fundação Renova 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.

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 agosto/2020. 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) e os resultados das análises de proficiência (ensaios interlaboratoriais) estão disponíveis no *sharepoint* da Fundação Renova. Destaca-se que o próprio laboratório contratado realiza periodicamente ensaios interlaboratoriais como parte de seu controle de qualidade interno, e conforme ofício enviado (Carta Controlada nº 056/2020, **Anexo 3 - Ofícios Ago20**), são previstos ensaios interlaboratoriais no ciclo de 2020 a 2024.

Todos os laudos laboratoriais referentes às análises de água e sedimento estão disponibilizados no *sharepoint* da Fundação Renova.

### 5.2.3 - Análise dos dados

#### 5.2.3.1 - Validadores

De acordo com a NT nº 16 do GTA-PMQQS, validadores pré-definidos devem ser aplicados aos dados analisados e quando detectado o descumprimento aos critérios de validação, o dado deverá ser retirado da planilha de banco de dados. Assim, com a aplicação dos 7 (sete) validadores, foram retirados 84 dados em um total de 7.585 análises realizadas (dados que passaram pelos critérios de validação) no mês de agosto/2020. Isso significa que 98,9% dos dados foram validados (**Quadro 5-2**). Para este total, foi considerada a soma de todos os dados em que foram aplicados os validadores, sendo que para o V5 foi considerado somente os dados *in situ*, uma vez que os dados de laboratório já foram considerados no somatório do V2. Adicionalmente, este total não considera o quantitativo de dados *in situ* de pH e condutividade (V2 e V3) e o de sólidos totais e sólidos suspensos totais (V4) que apenas compõem o cálculo, mas que não são avaliados propriamente. As planilhas contendo o roteiro de cálculo dos validadores e qualificadores estão no **Anexo 2**.

**Quadro 5-2 – 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 agosto/2020.**

VALIDADOR	QUANTIDADE DE DADOS QUE PASSARAM PELO VALIDADOR	DADOS NÃO VALIDADOS	% DADOS VALIDADOS
V1) Limite de quantificação $\leq$ [Parâmetro dissolvido] $\leq 1,2 \times$ [Parâmetro total]	6.684	0	100
V2) $ pH_{\text{campo}} - pH_{\text{lab}}  \leq 1$	Água: 138 (pH lab) Sedimento: 38 (pH lab)	35 4	74,6 89,5
V3) $0,85 \leq (CE_{\text{campo}}/CE_{\text{lab}}) \leq 1,15$	138 (CE lab)	45	67,4
V4) $0,92 \leq (\text{Sólidos totais}/\text{SST} + \text{SDT}) \leq 1,12$	66 (SDT)	0	100
V5) $0 \leq pH \leq 14$	Água: 138 (pH lab) e 142 (pH <i>in situ</i> ) Sedimento: 67 (pH lab) e 95 (pH <i>in situ</i> )	0 0	100 100
V6) $[\text{OD}] \leq 15 \text{ mg.L}^{-1}$	142	0	100
V7) Temperatura da água $\leq 35^{\circ}\text{C}$	142	0	100

Todos os resultados não validados foram confrontados com os respectivos laudos analíticos que confirmaram os valores indicados no banco de dados.

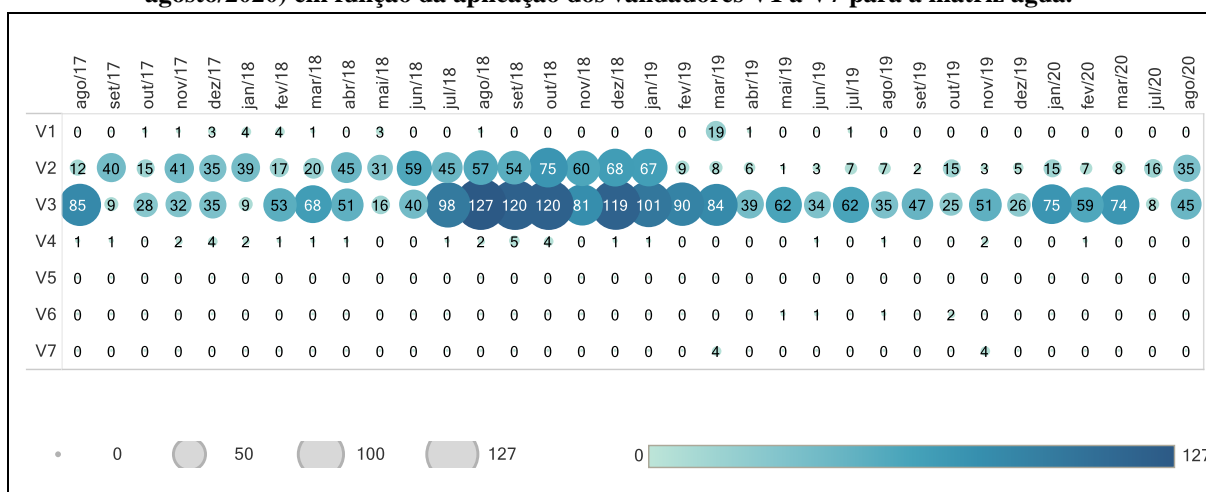
A fim de acompanhar os locais de maior ocorrência de dados invalidados e, caso necessário, intensificar o treinamento das equipes de campo e dos laboratórios, os resultados invalidados foram separados por equipes de campo: trechos 1 e 2 em rios; trechos 3 e 4 em rios; lagoas; estuários; e zona costeira e estuários (**Quadro 4-1**, do item **4.2.1** - Procedimentos de campo). O **Quadro 5-3** apresenta os resultados invalidados do mês de agosto/2020, separados por tipo de validador e ambiente para cada equipe de campo.

**Quadro 5-3 – Avaliação dos resultados invalidados por tipo de validador e equipe de campo.**

VALIDADOR	QUANTIDADE DE DADOS INVALIDADOS POR EQUIPE DE CAMPO						Total de dados invalidados
	Rios – Trechos 1 e 2	Rios – Trechos 3 e 4	Lagoas	Zona costeira e Estuários	Estuários		
V2-água	7	6	20	0	2	35	
V2-sedimento	2	-	-	2	0	4	
V3	1	0	0	35	9	45	
Total	10	6	20	37	11	84	

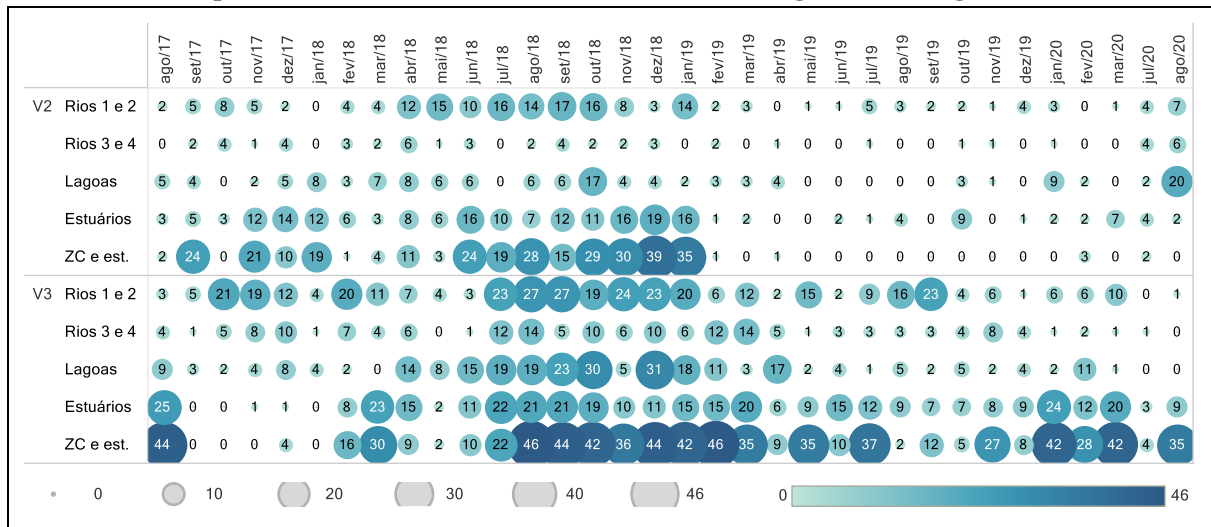
De maneira temporal, considerando o início de monitoramento dos rios, lagoas, zona costeira e estuários preconizados no PMQQS, verificou-se que os validadores V2 e V3 são os que mais apresentam inconsistência nos resultados (**Figura 5-1**). O período de junho/2018 a fevereiro/2019 foi o mais crítico quanto à quantidade de resultados invalidados.

**Figura 5-1 – Avaliação temporal da quantidade de dados invalidados no PMQQS (agosto/2017 a agosto/2020) em função da aplicação dos validadores V1 a V7 para a matriz água.**



Com intuito de aprofundar nas razões que provocam o aumento de dados invalidados, em especial o V2 e o V3, foi realizado um comparativo temporal entre as equipes que atuam em campo, o que equivale também à divisão entre trechos de rios, lagoas, estuários e zona costeira e estuários. A **Figura 5-2** apresenta esses resultados de agosto/2017 até agosto/2020. Apesar da separação por equipe de campo, não é possível distinguir se o problema ocorreu com a coleta ou com a análise laboratorial, mas identifica-se que a maior quantidade de resultados invalidados ocorreu nas regiões contendo água salina ou salobra.

**Figura 5-2 – Avaliação dos resultados invalidados (V2 e V3) divididos por equipes de campo, desde o início do monitoramento do PMQQS (agosto/2017 a agosto/2020).**



Não foram observados padrões de temporalidade ou espacialidade nos resultados inconsistentes para os validadores V2 e V3. Inúmeros fatores podem influenciar a medição de pH e condutividade, provocando alteração nos resultados. Em vista disso, a Fundação Renova após investigação em relação à obtenção dos dados e procedimentos laboratoriais, emitiu o Ofício FR2020.1156, em resposta a nota técnica nº 60 do GTA-PMQQS, na qual esclarece a variabilidade encontrada em relação aos dados *in situ* e laboratoriais.

### 5.2.3.2 - Qualificadores

Em seguida, é realizada a qualificação dos dados. De 477 resultados que foram submetidos ao qualificador 1 (Q1), 14 estiveram acima dos limites máximos da série histórica do IGAM e 113 abaixo dos limites mínimos. Cabe ressaltar que dos resultados abaixo dos mínimos, 86 eram valores que ficaram abaixo dos LQ dos métodos, o que significa que eles não foram quantificados.

O qualificador 2 (Q2) verifica se o valor mensurado nas séries de ferro, sólidos e nitrogênio foram coerentes. Na campanha de agosto/2020 foram analisadas 66 amostras de: (i) espécies iônicas de ferro; (ii) série de sólidos; e (iii) série de nitrogênio. Destas, não foram qualificadas 24 amostras para (i) e 2 amostras para (ii) e (iii). Esses resultados consideram somente as amostras em que foram aplicados os qualificadores.

Com relação ao qualificador 3 (Q3), ressalta-se que, em um total de 245 resultados validados de pH de água, foram desqualificados 23, todos da zona estuarina e costeira (estuários: rio Riacho, rio Ipiranga e rio Cricaré, e zona costeira: Serra-Manguinhos, Linhares-Pontal do Ipiranga e Aracruz-Refúgio). Para os 72 resultados validados de pH no sedimento, 4 foram classificados como não qualificados.

O qualificador 4, por sua vez, apresentou 28 amostras com resultados não qualificados, das 66 amostras que passaram pelo cálculo do balanço iônico.

Dessa forma, tem-se que 73,4% os dados que passaram pelos critérios de qualificação (Q1 a Q4) foram classificados como “qualificados”. Esse cálculo percentual considera a razão entre o número de parâmetros qualificados (ou seja, aqueles que atenderam aos critérios de qualificação) e o número total de parâmetros que passaram pelos 4 qualificadores.

### 5.2.3.3 - Avaliação geral da consistência dos dados

Com a flexibilização da norma que motivou a barreira sanitária no município de Barra Longa (MG) em meses anteriores, as coletas nesse município voltaram a ocorrer no mês de agosto/2020. O acesso ao ponto RDO 04, localizado no Parque Estadual do Rio Doce, foi concedido especialmente para a Fundação Renova, possibilitando a coleta neste ponto. Complementando, foram retomadas as coletas nos pontos EIT 01 e EIT 02, suspensas desde janeiro/2020, devido aos riscos de acesso.

Por outro lado, o acesso à lagoa Areão (LAO 01 e LAO 02) e ao ponto RCA 04 permanecem impedidos pelos respectivos proprietários, e o ponto RCA 02 impossibilitado de amostrar sedimentos devido ao nível elevado do rio. Esses pontos estão listados no **Quadro 5-4** e o ofício FR.2020.1259 com as justificativas de ausência de coletas encontra-se no **Anexo 3**.

Cabe ressaltar que, apesar de não estar previsto pelo cronograma do PMQQS coleta de sedimento em rios no mês de agosto/2020, foi realizada amostragem de sedimento nos pontos RGN 08 e RPC 01, uma vez que não foi possível suas coletas em julho/2020, conforme ofício FR 2020.1063, enviado no relatório do referido mês.

**PROGRAMA DE MONITORAMENTO QUALI-QUANTITATIVO SISTEMÁTICO DE ÁGUA E SEDIMENTOS - PMQS**

*Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC) - Relatório de consistência dos dados físicos e químicos (Agosto/2020)*

3474-00-QAQC-RL-00010-00

**Quadro 5-4 – Pontos sem resultados no BD e a respectiva ocorrência justificando a ausência do dado em agosto/2020.**

PONTO	MATRIZ	OCORRÊNCIA	TRATATIVAS	OFÍCIO
RCA 02	Sedimento	Rio com nível elevado, impossibilitando a entrada dos colaboradores para coleta utilizando calçabota. Ponto sem acesso ao barco	No dia 17/09/2020 a Prefeitura de Barra Longa enviou um ofício autorizando intervenções na área para facilitar o acesso a barco.	Ofício nº 002/2020/CODEMA-Barra Longa/MG
RCA 04	Todas as matrizes	Acesso impedido pelo proprietário	Contatos estão sendo feitos com o proprietário da área para negociações de acesso	FR.2020.1259
LAO 01 e LAO 02	Todas as matrizes	Coleta não realizada porque o proprietário do terreno não permitiu a entrada da equipe de campo para acessar o ponto	Em função da dificuldade de diálogo com o proprietário da área, o processo está sendo executado pelo setor jurídico da Fundação Renova	FR.2020.1259

#### 5.2.3.3.1 - Matriz de brancos

Os resultados dos brancos de equipamento de campo podem ser encontrados no **Anexo 4**, na planilha “Branco e duplicatas Ago20”. De um total de 2.466 análises de brancos de equipamento de campo para a matriz água (do qual não são considerados os resultados de sonda), apenas 2 resultados foram quantificados (para cianeto e *E. coli*). Das amostras para brancos de equipamentos de campo para a matriz sedimento, todos os resultados, de um total de 294 amostras, ficaram abaixo do LQ. Assim, 99,9% dos resultados ficaram abaixo do LQ do método, indicando que a coleta foi realizada de maneira adequada, seguindo devidamente os protocolos de higienização dos equipamentos e frascos de campo.

Ao avaliar os únicos resultados quantificados nas análises de brancos de equipamentos de campo da matriz água, observou-se que a amostra de *E. coli* quantificada ocorreu no ponto ERM 02, no dia 07/08/2020. Das amostras que foram coletadas no mesmo dia e pela mesma equipe, não foram observados resultados acima dos resultados históricos do PMQQS, revelando contaminação pontual. A equipe de campo foi orientada a ter mais cautela na limpeza dos equipamentos de amostragem.

O parâmetro cianeto foi quantificado na amostra de branco de equipamento em RPC 02 (0,001 mg/L) no dia 04/08/2020. Das amostras que foram coletadas no mesmo dia e pela mesma equipe, foram observados valores de cianeto acima da máxima histórica do PMQQS para a matriz de água em RPC 02 e RVD 03 (item **5.2.3.3.3 - Matriz de água**). De acordo com o laboratório, pode ter ocorrido contaminação, proveniente de resquícios de sujidade no equipamento de coleta. As equipes de campo foram orientadas a passar uma maior quantidade de água deionizada no equipamento antes da realização do branco, a fim de reduzir a possibilidade de contaminação de amostras.

#### 5.2.3.3.2 - Matriz de duplicatas

Os resultados de duplicatas das amostras de campo, no geral, conferem com os resultados correspondentes, variando abaixo dos 20% aceitáveis como comparação (**Anexo 4**) em 99,4% dos dados totais, considerando água e sedimento. Nas planilhas de resultados de duplicatas, as diferenças mais marcantes entre o mensurado na amostra e sua respectiva duplicata estão registradas em cor de célula destacada (**Anexo 4**).

Na matriz água, as diferenças acima de 20% ocorreram somente para *Escherichia coli* (12 ocorrências para 33 amostras), enquanto para sedimentos as diferenças entre a amostra e sua respectiva duplicata ocorreram para carbono orgânico total, estrôncio e zinco (1 ocorrência em 11 amostras cada um), e potencial de oxirredução (2 ocorrências em 11 amostras de duplicatas).

#### 5.2.3.3.3 - Matriz de água

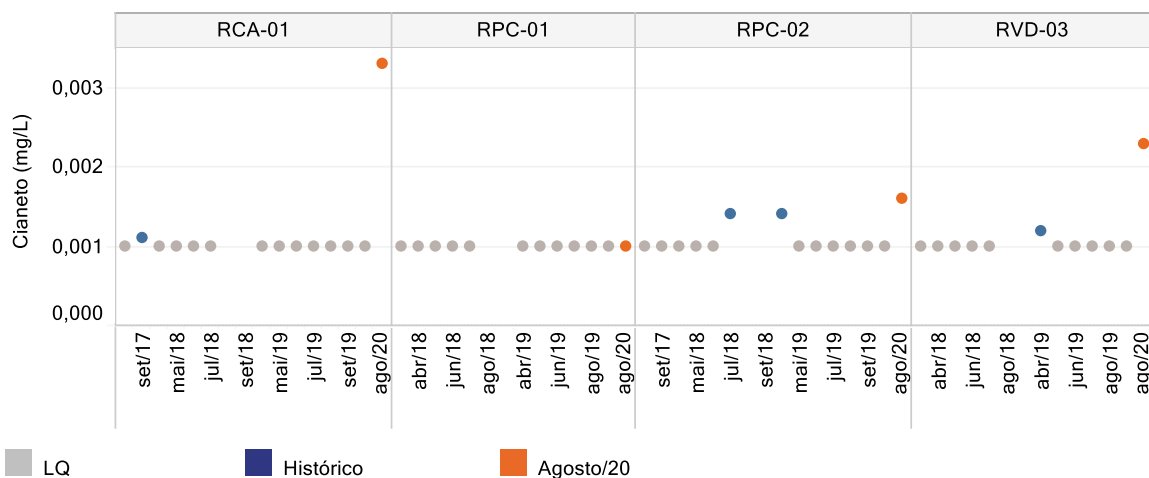
Parâmetros amostrados na coluna d'água de rios, lagoas, estuários e zona costeira (P15 e P50) no mês de agosto/2020 foram avaliados em função do valor máximo observado no período seco (abril a setembro) dos dados históricos do PMQQS (período de agosto/2017 a julho/2020) em cada ponto amostral. A avaliação será dividida em rios e tributários, lagoas, estuários e zona costeira.

### Rios e tributários:

Em agosto/2020 foi observado aumento nas concentrações de cianeto em relação ao histórico do PMQQS no período de seca, no rio do Carmo (RCA 01), rio Piracicaba (RPC 01 e RPC 02) e córrego Santarém (RVD 03) (**Figura 5-3**). Destes, a maior diferença foi no ponto RCA 01 que, em agosto/2020, apresentou concentração de 0,0033 mg/L, valor 3 vezes superior à máxima registrada no período histórico de 0,0011 mg/L em setembro/2017. Destaca-se ainda o primeiro registro quantificado da concentração de cianeto no ponto RPC 01 em agosto/2020 (0,001 mg/L), considerando o período histórico de seca do PMQQS.

Conforme descrito no item **5.2.3.3.1 - Matriz de brancos**, foi detectado valor quantificado de cianeto na amostra de branco de equipamento em RPC 02 (0,001 mg/L) no dia 04/08/2020, mesmo dia em que foram realizadas as coletas manuais de água em RPC 02 e RVD 03. Esse resultado pode indicar que os valores quantificados nestes pontos são provenientes de contaminação cruzada.

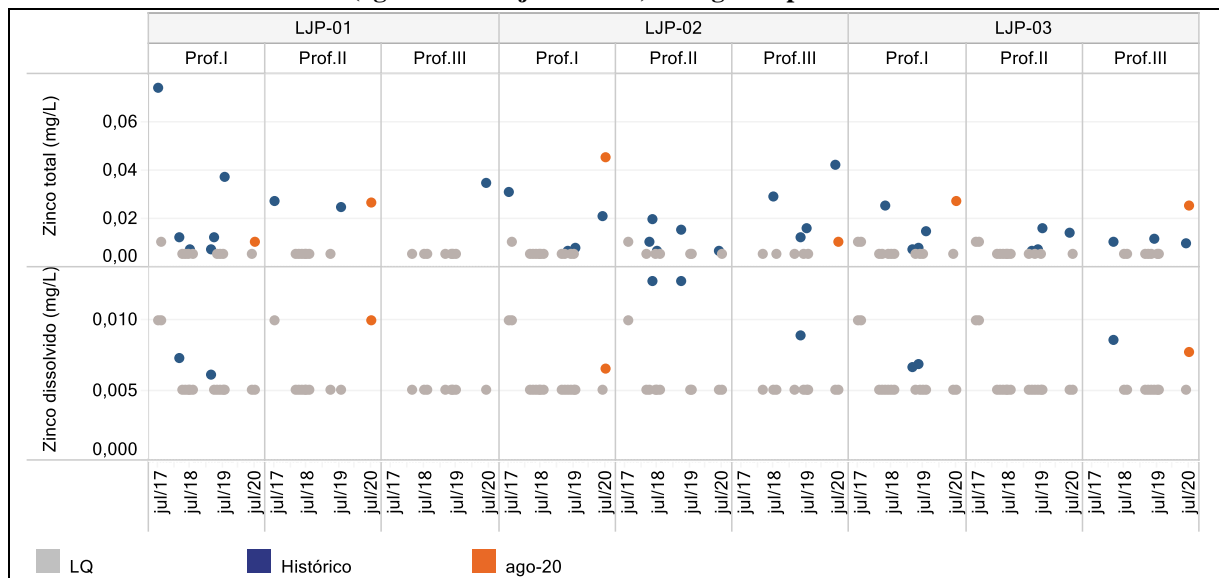
**Figura 5-3 - Comparativo das concentrações de cianeto no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) em pontos de rios e tributários.**



## Lagoas:

Na lagoa Juparanã, no mês de agosto/2020, foram observadas concentrações de zinco dissolvido e total superiores às máximas históricas do período de seca do PMQQS (**Figura 5-4**). A maior diferença foi no ponto LJP 03, profundidade III, cuja concentração de 0,025 mg/L, em agosto/2020, foi o dobro da máxima histórica de 0,0116 mg/L, em julho/2019. Além disso, no ponto LJP 01 (profundidade II) e LJP 02 (profundidade I), foram registrados valores quantificados de zinco dissolvido pela primeira vez, em agosto/2020 (**Figura 5-4**).

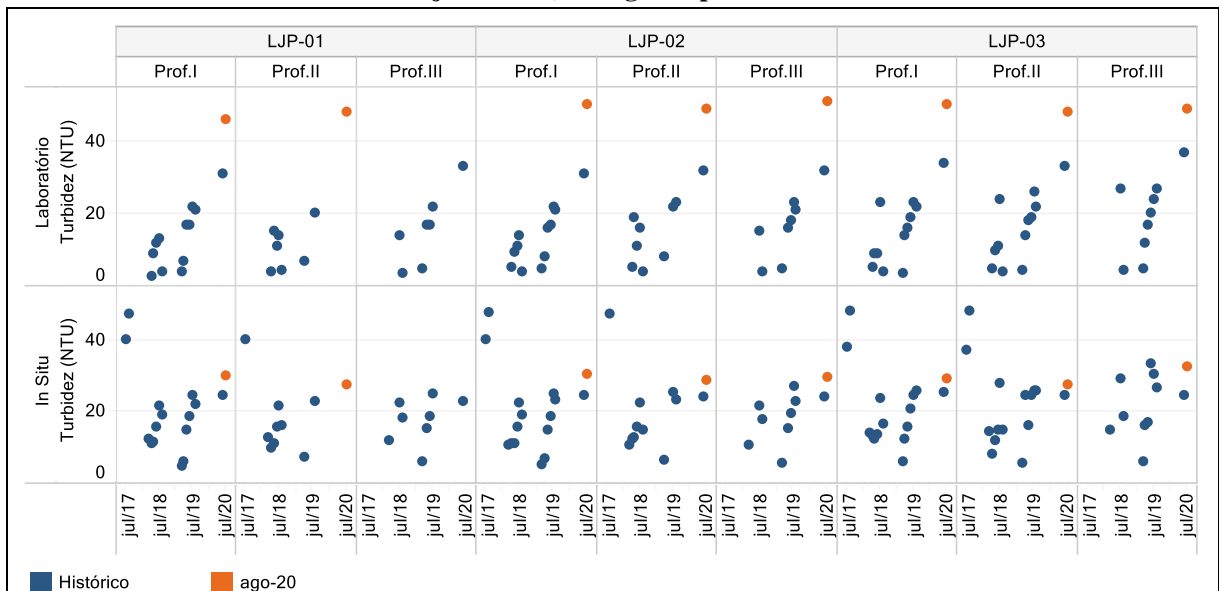
**Figura 5-4 - Comparativo das concentrações das frações dissolvidas e totais de zinco no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) na lagoa Juparanã.**



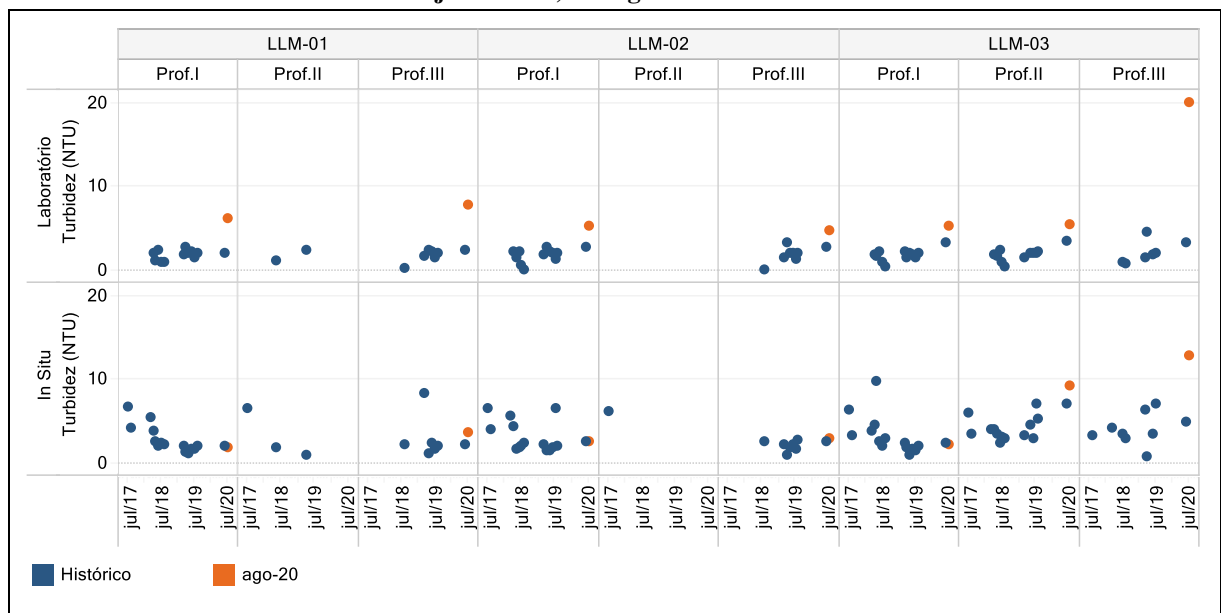
Ainda na lagoa Juparanã, foram observados elevados valores de turbidez mensurada em laboratório no mês de agosto/2020 em relação ao período histórico do monitoramento do PMQQS. Estes valores medidos em laboratório também superaram aqueles medidos *in situ*, embora a tendência geral tenha sido a de aumento nos valores de turbidez em agosto/2020 nas duas medições (*in situ* e laboratório) (**Figura 5-5**). Este mesmo padrão foi observado na lagoa do Limão, no entanto com as medições de laboratório diferindo das medições *in situ* (**Figura 5-6**). Estes resultados foram confirmados pelo laboratório a partir da avaliação dos controles

internos e dos dados brutos. Não foi possível repetir a análise por não haver alíquota suficiente e por ter passado do prazo para a re-análise.

**Figura 5-5 - Comparativo do parâmetro turbidez em laboratório e *in situ* no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) na lagoa Juparanã.**

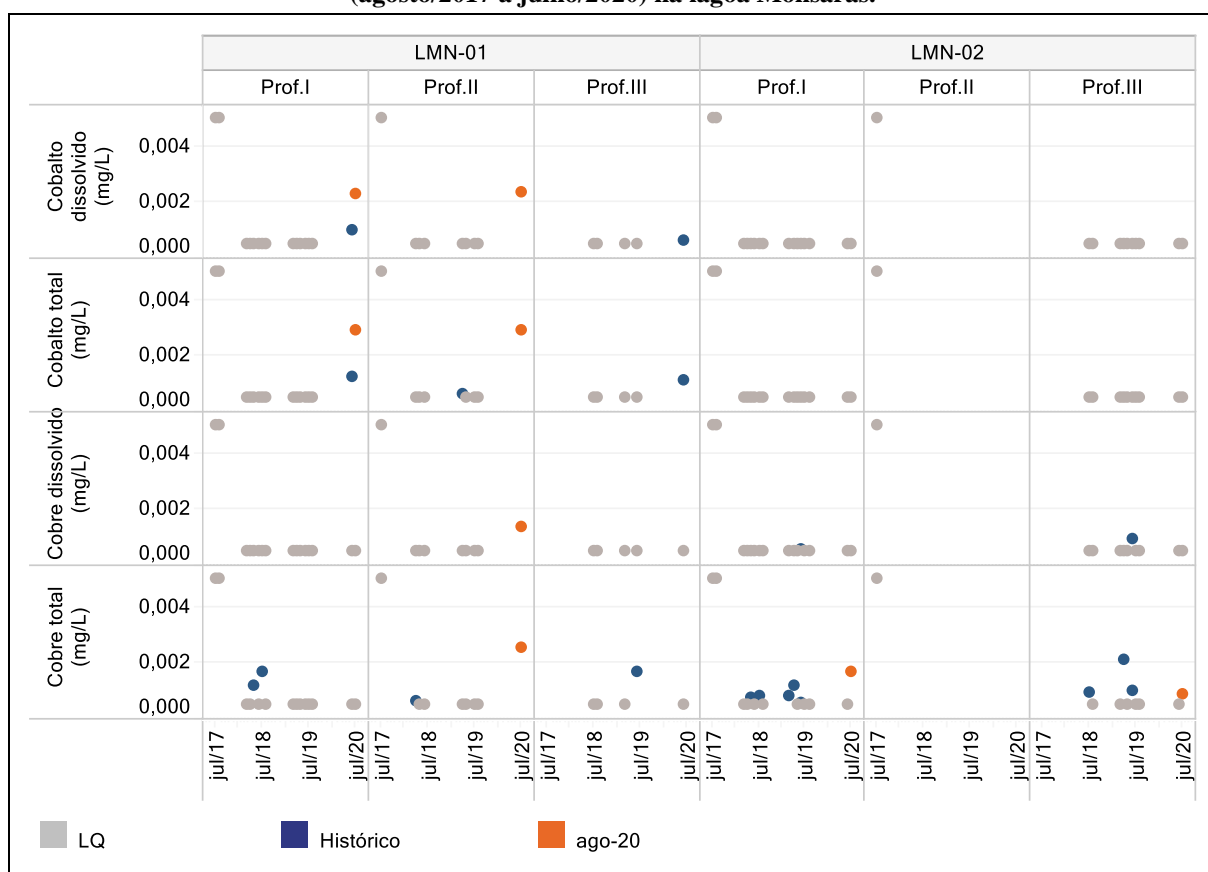


**Figura 5-6 - Comparativo do parâmetro turbidez em laboratório e *in situ* no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) na lagoa do Limão.**



Na lagoa Monsarás, os parâmetros cobalto dissolvido e total (LMN 01, profundidades I e II), cobre dissolvido (LMN 01, profundidade II) e cobre total (LMN 01, profundidade II e LMN 02, profundidade I) apresentaram concentrações em agosto/2020 superiores às respectivas máximas do período histórico de seca do PMQQS. A maior diferença nesse caso foi registrada para cobalto total que, na profundidade II do ponto LMN 01, apresentou em agosto/2020 concentração de 0,0029 mg/L, valor quase 5 vezes superior à máxima até então registrada (0,0006 mg/L, em maio/2019).

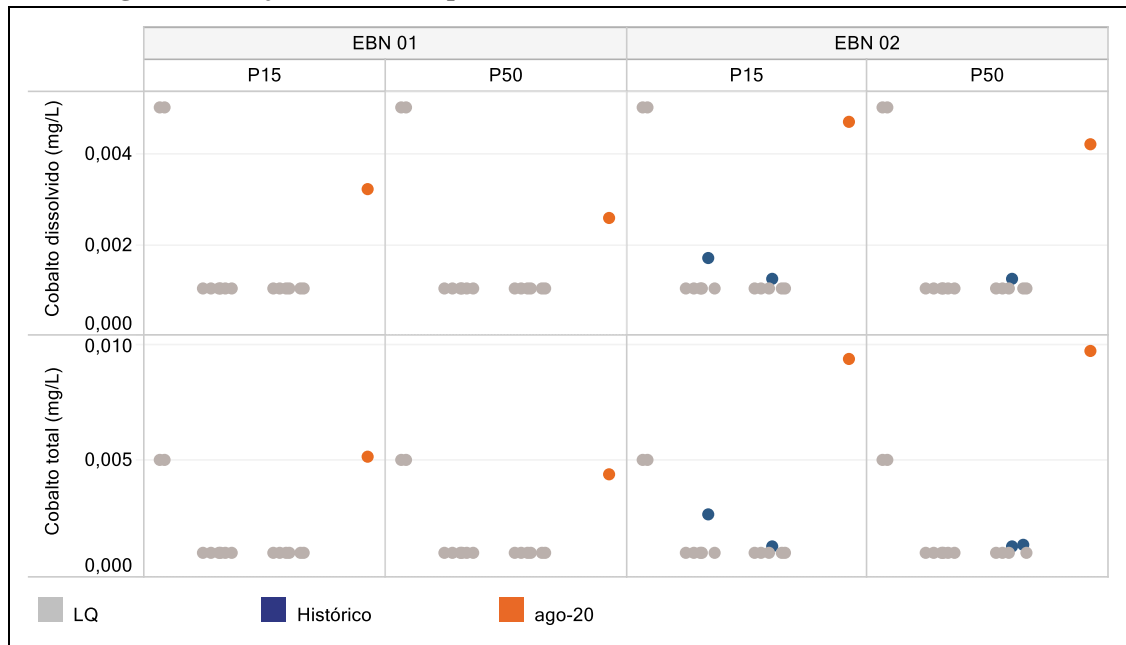
**Figura 5-7 - Comparativo das concentrações das frações totais e dissolvidas de cobalto e cobre no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) na lagoa Monsarás.**



### Estuários:

Em agosto/2020, nos dois pontos localizados no estuário Barra Nova (EBN 01 e EBN 02), as concentrações de cobalto total e dissolvido superaram os valores máximos históricos registrados no monitoramento do PMQQS no período de seca em ambas as profundidades (P15 e P50) (**Figura 5-8**). A maior diferença observada foi para cobalto total que, na profundidade P50 do ponto EBN 02, em agosto/20, apresentou valor de 0,0097 mg/L, 7 vezes superior à máxima histórica, registrada até então no mês de agosto/2019 (0,0014 mg/L). Destaca-se ainda que no ponto EBN 01, em ambas as profundidades, estes foram os primeiros registros quantificados para cobalto dissolvido e total.

**Figura 5-8 - Comparativo das concentrações das frações dissolvidas e totais do parâmetro cobalto no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) nos pontos amostrais do estuário Barra Nova (EBN 01 e EBN 02).**



Neste mesmo estuário, compostos nitrogenados também apresentaram aumento em suas concentrações no mês de agosto/2020 em relação ao histórico do período de seca do PMQQS (**Figura 5-9**). A concentração de nitrogênio amoniacal no ponto EBN 02, profundidade P50, em agosto (0,73 mg/L) foi mais que o dobro do registro máximo histórico (0,32 mg/L), em setembro/2017).

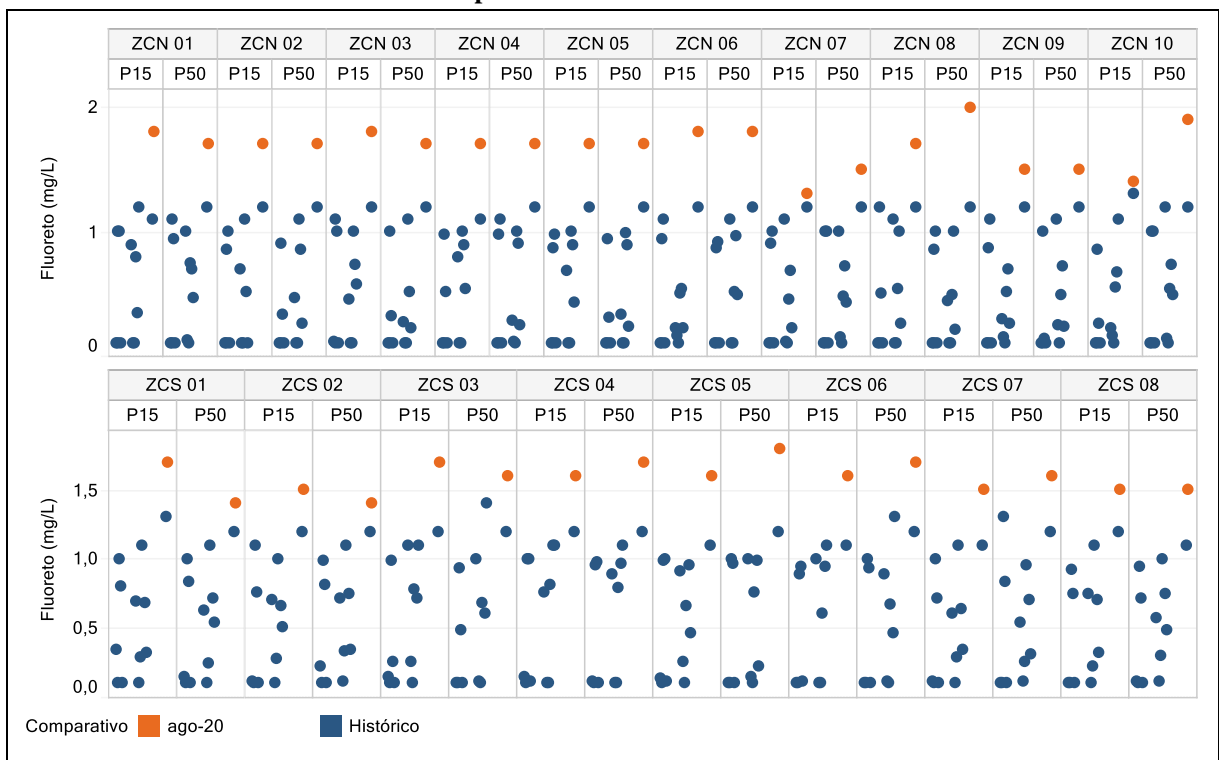
**Figura 5-9 - Comparativo das concentrações de nitrato, nitrito e nitrogênio amoniacal no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) nos pontos amostrais do estuário Barra Nova (EBN 01 e EBN 02).**



### Zona costeira:

De maneira geral, no mês de agosto/2020, as concentrações para os parâmetros monitorados na zona costeira apresentaram valores inferiores ou comparáveis com os resultados históricos dos meses de seca do PMQQS. Destaca-se, no entanto, as concentrações de fluoreto que, em agosto/2020, em todos os pontos amostrais da zona costeira, foram superiores às respectivas máximas históricas do período de seca do PMQQS (**Figura 5-10**). Questionado quanto à possível alteração metodológica no ensaio de fluoreto, o laboratório reportou que segue a mesma metodologia de ensaio (referência SM 4500 F – C), não tendo sido observadas alterações no eletrodo, curva analítica ou nos controles internos, confirmando, portanto, os valores observados.

**Figura 5-10 - Comparativo das concentrações do parâmetro fluoreto no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) nos pontos da zona costeira.**





#### 5.2.3.3.4 - Matriz de sedimento

Parâmetros amostrados nos sedimentos de rios, lagoas, estuários e zona costeira no mês de agosto/2020 foram avaliados em função do valor máximo observado no período de seca (abril a setembro) dos dados históricos do PMQQS (período de agosto/2017 a julho/2020) em cada ponto amostral. A seguir a discussão será dividida em: rios, zona costeira e estuários.

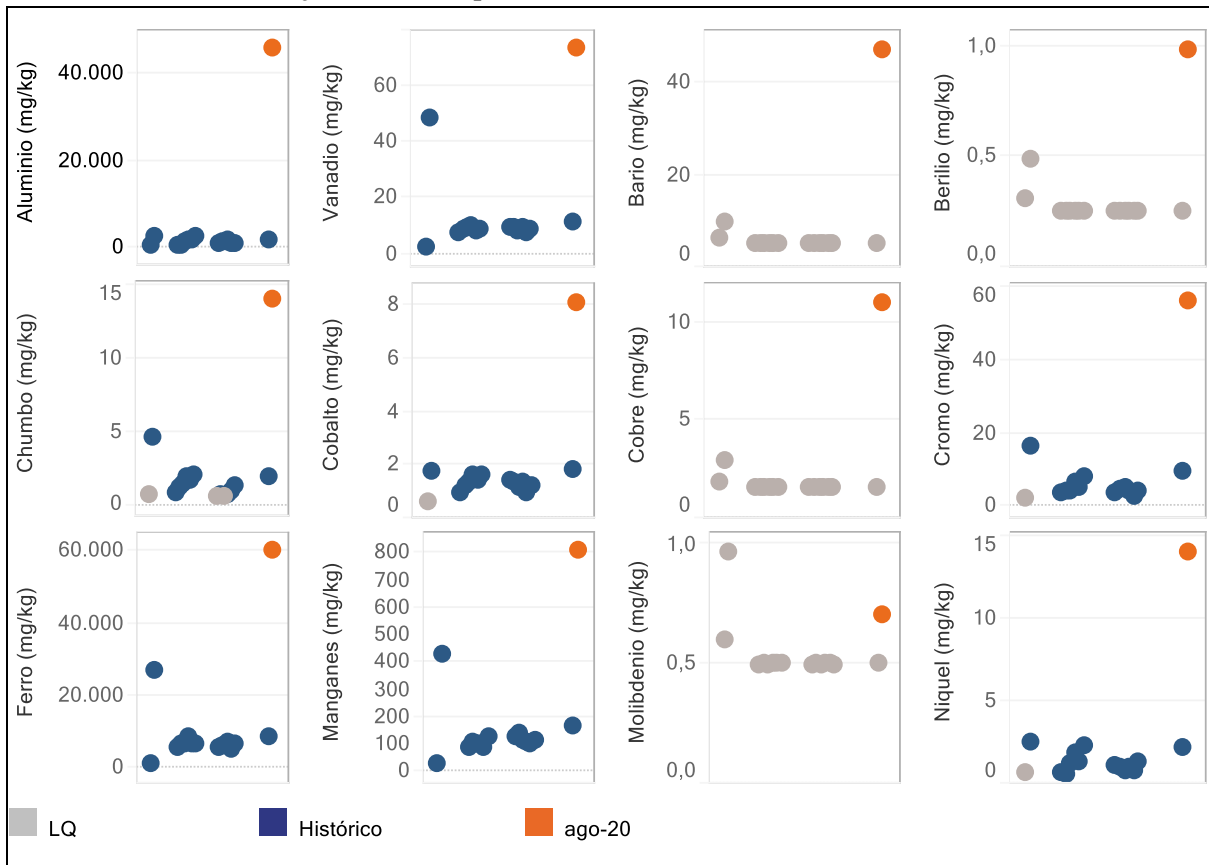
##### **Rios e tributários:**

No mês de agosto/2020 apenas os pontos RGN 08, no rio Gualaxo do Norte e RPC 01, no rio Piracicaba foram amostrados. Amostras de sedimento nestes pontos foram coletadas no mês de agosto/2020, porque não foi possível sua coleta em julho/2020, conforme ofício FR 2020.1063, enviado no relatório do referido mês. Os valores observados nestes pontos foram inferiores ou similares ao observado no período histórico de seca do PMQQS.

##### **Estuários:**

Entre os estuários amostrados, destaca-se o estuário do rio Cricaré (ECR 01), com a maior quantidade de parâmetros que apresentaram valores superiores às máximas históricas no mês de agosto/2020. A maior diferença foi observada para alumínio, cuja concentração em agosto/2020 de 45.608 mg/kg superou em quase 20 vezes à máxima de 2.344 mg/kg, registrada em setembro/2017, no período histórico de seca do PMQQS. Além deste, destacam-se os parâmetros bário, berílio, cobre e molibdênio, com o primeiro registro de concentração quantificada no mês de agosto/2020 (**Figura 5-12**).

**Figura 5-12 - Comparativo das concentrações de parâmetros monitorados no mês de agosto/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a julho/2020) no ponto ECR 01, estuário do rio Cricaré.**



### Zona costeira:

No mês de agosto/2020, na zona costeira, as concentrações dos parâmetros monitorados no sedimento apresentaram valores inferiores ou comparáveis com os resultados históricos dos meses de seca do PMQQS.

### 5.3 - Estações automáticas

O banco de dados contendo os resultados medidos pelas estações automáticas no mês de agosto/2020 encontram-se no **Anexo 1**. A estação RDO 04, que fica localizada em uma Unidade de Conservação, permaneceu sem acesso por ordem da Portaria IEF nº48/2020 até 10/09/2020 (Portaria IEF nº 94/2020). Apesar de ter sido concedida uma autorização especial pelo Parque Estadual do Rio Doce em agosto/2020, a gerência do parque solicitou o acompanhamento da obra e, por esse motivo, o reparo da estação e retomada da manutenção preventiva estão programados para outubro/2020. Da mesma forma, a estação RCA 02 também está sem acesso por danos ocorridos na estrutura do píer que ainda não foram reparados, pois apesar dos serviços de coletas manuais terem sido liberados para execução, as atividades de obras ainda estão sob avaliação por parte do município de Barra Longa/MG. Os dados registrados em ambas as estações não são confiáveis, porque as equipes de manutenção não conseguem realizar ações de correção.

A estação RCR 01 ainda está sem registrar valores de nível de água, devido aos danos provocados pelas chuvas de janeiro/2020. A reinstalação do sensor de nível e das régua limnimétricas foi iniciada no final de março, mas devido a paralisação por causa da pandemia de COVID-19 as obras foram interrompidas.

Os picos, quedas de valores ou valores zerados registrados no banco de dados das estações automáticas foram identificados em uma planilha contendo as ocorrências e as informações de manutenção (**Anexo 5**). Esses resultados geralmente estiveram associados a problemas com a sonda em dias chuvosos, em especial no parâmetro turbidez (**Anexo 5**). Para confirmação, todas as atualizações estão indicadas na planilha de operações. Os pontos que apresentaram valores atípicos e que não estão registrados ou que são relevantes estão descritos no **Quadro 5-5**.

**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 (Agosto/2020)*

3474-00-QAQC-RL-00010-00

**Quadro 5-5 – Registros das principais ocorrências com as estações automáticas no mês de agosto/2020.**

ESTAÇÃO	PARÂMETRO	ADVERSIDADE
RDO 16	Cianobactéria	Pico no dia 4 e valores zerados nos dias 19, 20, 28, 30 e 31
RDO 16	Clorofila	Pico no dia 30
RDO 03	Cianobactéria	Valores zerados nos dias 20 e 31
RDO 05	Cianobactéria	Valores zerados nos dias 1, 2, 30 e 31
RDO 12	Cianobactéria e clorofila	Pico isolado no dia 27
RDO 12	Cianobactéria	Valores zerados isolados nos dias 1 a 5, 18, 20, 23, 24 e 25
RDO 08	Cianobactéria	Valores zerados isolados nos dias 18, a 24 e 30.

## 6 - INFORMAÇÕES ADICIONAIS E CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os procedimentos que visam a Garantia de Qualidade (QA) dos dados obtidos no monitoramento do PMQQS foram devidamente cumpridos. Em relação aos procedimentos de Controle de Qualidade (QC) destaca-se que as amostragens de campo e as análises laboratoriais foram cumpridas conforme consta na metodologia, o que garantiu o controle da qualidade dos dados apresentados.

Em virtude da pandemia de COVID-19, o monitoramento interrompido em março/2020 foi retomado em julho/2020, ainda com alguns pontos sem acesso, mas que em agosto/2020 foram regularizados. No mês em referência somente nos pontos RCA 04, LAO 01 e LAO 02 não tiveram campanhas de coletas para todas as matrizes e em RCA 02 não houve amostragem para sedimentos.

Quanto aos dados propriamente gerados, considerando os resultados em que foram aplicados os critérios de validação, para o período de agosto/2020, 98,9% dos dados foram validados e mantidos íntegros no BD. Quanto aos qualificadores, um total de 73,4% dos resultados que passaram pelos critérios de qualificação atendeu aos mesmos.

Em relação à avaliação das matrizes geradas no mês de agosto/2020 pode-se destacar que:

- 1) dados de brancos de equipamento de campo (água e sedimento) indicaram boa higienização dos equipamentos, com 99,9% de resultados abaixo do LQ;
- 2) 99,4% das duplicatas das amostras de campo (água e sedimento) conferem com os resultados correspondentes, variando abaixo dos 20% aceitáveis;

3) as matrizes de água e sedimento, apresentaram, no geral, valores próximos ou inferiores às máximas históricas do PMQQS para a maioria dos parâmetros monitorados nos rios, lagoas, estuários e zona costeira. Quando observados valores acima das máximas históricas, estes foram confirmados pelo laboratório. Além disso, no geral, valores acima da máxima ocorreram juntamente com o aumento na concentração de outros parâmetros correlacionados, indicando um evento sistêmico inerente aos locais em que foram amostrados.

As estações automáticas em operação tiveram verificação ininterrupta. A estação RDO 01 permanece sem reportar todos os dados, enquanto as estações RCA 02 e RDO 04 estão reportando os dados parcialmente, ainda em função dos danos ocorridos durante o período chuvoso. A estação RCR 01 permanece sem reportar dados de nível de água. As obras de manutenção dessas estações foram interrompidas por conta do período de isolamento pela pandemia. Algumas estações apresentaram picos isolados ou valores zerados, que foram reportados neste relatório ou na planilha de operações.

Finalmente, a avaliação mensal da consistência dos dados gerados no âmbito do monitoramento do PMQQS permite identificar eventuais falhas nos procedimentos de campo e laboratoriais e propor medidas mitigatórias, a fim de garantir a qualidade dos resultados mensais do monitoramento realizado pelo programa.

**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 (Agosto/2020)*

3474-00-QAQC-RL-00010-00

## 7 - EQUIPE TÉCNICA

PROFISSIONAL DA ECOLOGY BRASIL E E&E	FORMAÇÃO	FUNÇÃO	REGISTRO GERAL/CTF IBAMA
Michele Lima	Bióloga, mestre em Ecologia (UFJF)	Coordenação Geral	CRBio 62141/04 CTF 4905761
Déborah Regina de Oliveira e Silva	Bióloga, mestre e doutora em Ecologia, Conservação e Manejo de Vida Silvestre (UFMG)	Coordenação Técnica	CRBio 87804/04 CTF 5810376
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
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	-