

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
(Setembro/2020)

Outubro 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
(Setembro/2020)

Outubro 2020

Apoio:

SUMÁRIO

1 - APRESENTAÇÃO	1
2 - INTRODUÇÃO	2
3 - OBJETIVOS	4
4 - METODOLOGIA	5
4.1 - Garantia de qualidade (QA)	5
4.2 - Controle de qualidade (QC)	5
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
5 - RESULTADOS	17
5.1 - Garantia de qualidade (QA)	17
5.2 - Controle de qualidade (QC)	18
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	26
5.2.3.3 - Avaliação geral da consistência dos dados	27
5.2.3.3.1 - Matriz de brancos	29
5.2.3.3.2 - Matriz de duplicatas	30
5.2.3.3.3 - Matriz de água	30
5.2.3.3.4 - Matriz de sedimento	37
5.3 - Estações automáticas	39
6 - INFORMAÇÕES ADICIONAIS E CONSIDERAÇÕES FINAIS	41
7 - EQUIPE TÉCNICA	43

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 setembro/2020.	22
Quadro 5-3 – Avaliação dos resultados invalidados por tipo de validador e equipe de campo.....	22
Quadro 5-4 – Pontos sem resultados no BD e a respectiva ocorrência justificando a ausência do dado em setembro/2020.	28

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 setembro/2020) em função da aplicação dos validadores V1 a V7 para a matriz água.	24
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 setembro/2020).	25
Figura 5-3 - Comparativo das concentrações de sódio total no mês de setembro/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a setembro/2020) no ponto RPC 01 e RPC 02, no rio Piracicaba.	32
Figura 5-4 - Comparativo das concentrações de cor verdadeira no mês de setembro/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a setembro/2020) nos pontos amostrais da lagoa Juparanã.	33
Figura 5-5 - Comparativo das concentrações de parâmetros monitorados no mês de setembro/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a setembro/2020) nos pontos amostrais da lagoa Juparanã.	35
Figura 5-6 - Comparativo dos resultados de turbidez em laboratório e <i>in situ</i> no mês de setembro/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a setembro/2020) no ponto ZCS 08.	37
Figura 5-7 Comparativo dos resultados de molibdênio no sedimento no mês de setembro/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a setembro/2020) em pontos amostrais da zona costeira.	38

LISTA DE ANEXOS

- Anexo 1 Banco de Dados Set20
- Anexo 2 Validadores e Qualificadores Set20
- Anexo 3 Ofícios Set20
- Anexo 4 Brancos e Duplicatas Set20
- 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 setembro/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 setembro/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

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 (setembro/2020)

3474-00-QAQC-RL-00011-00

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 setembro/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 - PMQQS
 Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC) - Relatório de consistência dos dados físicos e químicos (setembro/2020)
 3474-00-QAQC-RL-00011-00

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: FUNDAÇÃO RENOVA																																													
	Endereço: AV GETULIO VARGAS, no 671 – CEP: 30.112-021 – Bairro: SAVASSI – Belo Horizonte/MG																																													
	Nome do Solicitante: Renova Engenharia e Meio Ambiente		Telefone do Solicitante: -																																											
	Código da Amostra: 6522264																																													
Frascos e preservantes	Identificação da Amostra: RGN 06 - Mariana - Gualaxo Norte 06		Data: 26/03/2020	Hora: 11:14																																										
	Tipo da Amostra: Água Superficial		Chuva nas Últimas 24 horas? <input checked="" type="checkbox"/> Sim <input type="checkbox"/> Não																																											
	Tipo da Amostragem: <input type="checkbox"/> LowFlow <input type="checkbox"/> Bailer <input checked="" type="checkbox"/> Instantânea <input type="checkbox"/> Composta de _____ em hr																																													
	Responsável pela coleta: ---																																													
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 - Cianeto - 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 - Feofitina (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																																											
Frascos e armazenamento	<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>mmp-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></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></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	mmp-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		Oxigênio Dissolvido (% saturação) in situ	98.6	%		Potencial Redox in situ		mV		Condutividade elétrica in situ	34.2	µS/cm		Equipamento utilizado	
	Parâmetros de Campo	Resultado Obtido	Unidade de Medida	Código do equipamento utilizado																																										
Profundidade in situ	0.30	m	mmp-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																																												
Oxigênio Dissolvido (% saturação) in situ	98.6	%																																												
Potencial Redox in situ		mV																																												
Condutividade elétrica in situ	34.2	µS/cm																																												
Informações de recebimento da amostra	<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																																											
Responsável ALS: _____		Responsável Cliente: _____																																												
Responsável pelo Recebimento: _____		Data/Hora do Recebimento: 27/03/20, 09:00 hs.																																												
Temperatura do Recebimento: _____ ° 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.

Figura 4-2 – Laudo laboratorial contendo as informações necessárias para o controle de qualidade.


 CRL 0241



BOLETIM ANALÍTICO 155295/2020-1.0 A

Processo Comercial 22523/2019

Identificação do projeto, nome, endereço

DADOS DO SOLICITANTE

Interessado: FUNDACAO RENOVA
 Endereço: AV GETULIO VARGAS, 671-- SALA 400SAVASSI-Belo Horizonte MG - 30.112-021
 Nome do Solicitante: ██████████

Identificação da amostra, data, matriz, códigos

DADOS DA AMOSTRA

Projeto: Água Doce
 Identificação da Amostra: RDO 01 - Rio Doce - Doce 01 UTM: 718277 / 7758829
 Matriz: Água Superficial
 Número de Grupo ALS: 17305/2020
 Código ALS: 6671492

Data/Hora de Coleta: 17/03/2020 11:57:00
 Responsável pela coleta: ALS
 Data Entrada no Lab: 18/03/2020
 Data da Elaboração do laudo: 01/04/2020

RESULTADOS ANALÍTICOS

MÉTODOS ACREDITADOS

Parâmetros, unidades de medida, LQ, método (ref.)

Parâmetro	CAS	Unidade	Diluição	Resultado	LQ	LD	Ref.	CONAMA 357 (17/03/2005) - Artigo 15	COPAM/CER H-MG 01 (05/05/2008) - Artigo 14
Sódio, dissolvido (Na)	7440-23-5	mg/L	5	3,3	0,050	0,005	18548	---	---
Cálcio, dissolvido (Ca)	7440-70-2	mg/L	5	3,1	0,050	0,015	18548	---	---
Silica Dissolvida	7631-86-9	mgSiO2/L	25	< 50,00	50,00	0,20	8298	---	---
Fosfato	---	mg/L	1	< 0,30	0,30	0,02	8409	---	---
Fluoreto	7782-41-4	mg/L	1	0,030	0,020	0,004	19166	1,4	1,4
Sulfato	14808-79-8	mg/L	1	1,0	0,50	0,03	19166	250	250
Turbidez	---	NTU	1	47	0,10	0,05	15465	100	100
Potássio, dissolvido (K)	7440-07-9	mg/L	5	1,7	0,050	0,015	18548	---	---
Magnésio, dissolvido (Mg)	7439-95-4	mg/L	5	1,7	0,050	0,010	18548	---	---

4.2.3 - Procedimentos de análise dos dados

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.

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) $ \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 mg.L ⁻¹	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 Set20) 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 (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.

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

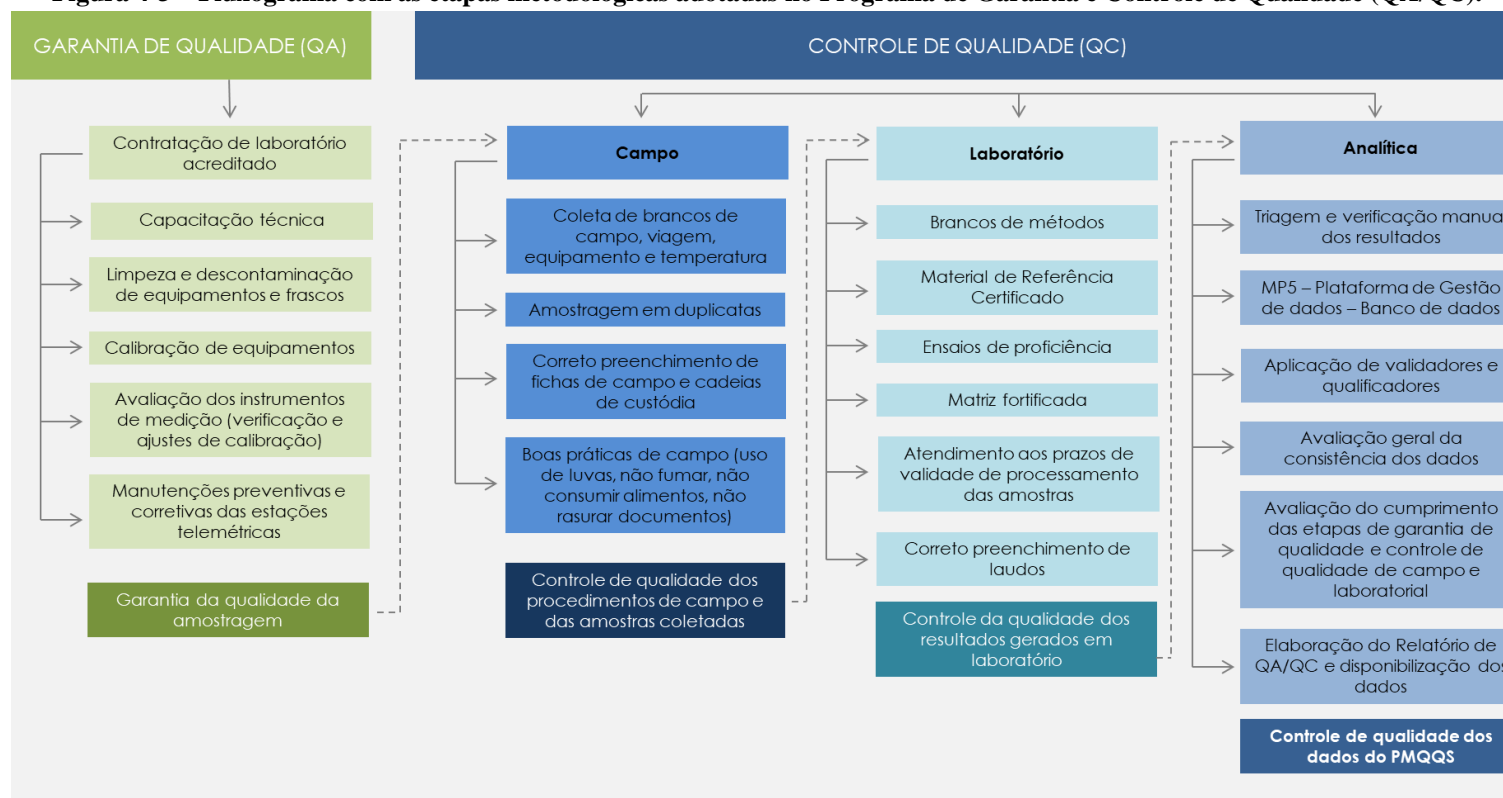
Para as estações automáticas, foi disponibilizado aos órgãos e autoridades um supervisório WEB onde é possível visualizar, em tempo real, as medições das estações, alarmes de violação dos níveis de alerta, gerar gráficos, além de permitir a exportação dos dados brutos. Entretanto, como os dados são em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

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 setembro/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	17/09/2018	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 fôns, 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 setembro/2020.

Após instrução às equipes de campo quanto ao preenchimento das fichas de coleta, observou-se que elas 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. Também estão 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 setembro/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.

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 n° 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 54 dados em um total de 7.889 análises realizadas (dados que passaram pelos critérios de validação) no mês de setembro/2020. Isso significa que 99,3% dos dados foram validados (**Quadro 5-2**). Para este total de 7.889, foi considerada a soma de todos os dados que estão sujeitos à invalidação, sendo que os parâmetros que passam por mais de um critério de validação foram contabilizados uma única vez. Sendo assim:

- O V1 considera o somatório de todos os parâmetros que possuem formas totais e dissolvidas, totalizando 6.684 dados que passaram pelo cálculo deste validador;
- O V2 (água e sedimento) e o V3 consideram apenas os dados de pH e condutividade elétrica medidos em laboratório, totalizando 174 dados que passaram pelo V2 e 138 que passaram pelo V3;
- Para o V4 não são considerados os resultados de sólidos totais e sólidos suspensos totais que apenas compõem o cálculo, são considerados apenas os resultados de sólidos dissolvidos totais, desde que não estejam abaixo do LQ. Apenas 5 dados passaram pelo cálculo do V4;
- O V5 considera apenas os dados de pH *in situ*, uma vez que os dados de pH de laboratório já foram considerados no somatório do V2, portanto um total de 178 dados;
- O V6 considera todos os dados de oxigênio dissolvido, um total de 142 dados.
- Apesar do V7 avaliar somente a temperatura da amostra, os parâmetros de campo oxigênio dissolvido (mg/L), oxigênio dissolvido saturado (%), condutividade elétrica e pH também são passíveis de invalidação. Porém, como o parâmetro oxigênio dissolvido (mg/L) já foi considerado no quantitativo do V6 e o pH *in situ* no quantitativo do V5, foram considerados no quantitativo do V7 os seguintes parâmetros: temperatura da água, oxigênio dissolvido saturado (%) e condutividade elétrica *in situ*, totalizando 426 dados.

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 setembro/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) $ \text{pH}_{\text{campo}} - \text{pH}_{\text{lab}} \leq 1$	Água: 138 (pH lab) Sedimento: 36 (pH lab)	24 3	82,6 91,7
V3) $0,85 \leq (\text{CE}_{\text{campo}}/\text{CE}_{\text{lab}}) \leq 1,15$	138 (CE lab)	27	80,4
V4) $0,92 \leq (\text{Sólidos totais}/\text{SST} + \text{SDT}) \leq 1,12$	5 (SDT)	0	100
V5) $0 \leq \text{pH} \leq 14$	Água: 138 (pH lab) e 142 (pH <i>in situ</i>) Sedimento: 36 (pH lab) e 36 (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 $\leq 35^{\circ}\text{C}$	710 (temperatura da água, pH <i>in situ</i> , condutividade <i>in situ</i> , OD (mg/L), OD (%))	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 setembro/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					
	Rios – Trechos 1 e 2	Rios – Trechos 3 e 4	Lagoas	Zona costeira e Estuários	Estuários	Total de dados invalidados
V2-água	11	7	2	3	1	24
V2-sedimento	-	-	-	3	0	3
V3	0	8	0	9	10	27
Total	11	15	2	15	11	54

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.

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. A **Figura 5-2** apresenta esses resultados de agosto/2017 até setembro/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 5-1 – Avaliação temporal da quantidade de dados invalidados no PMQQS (agosto/2017 a setembro/2020) em função da aplicação dos validadores V1 a V7 para a matriz água.

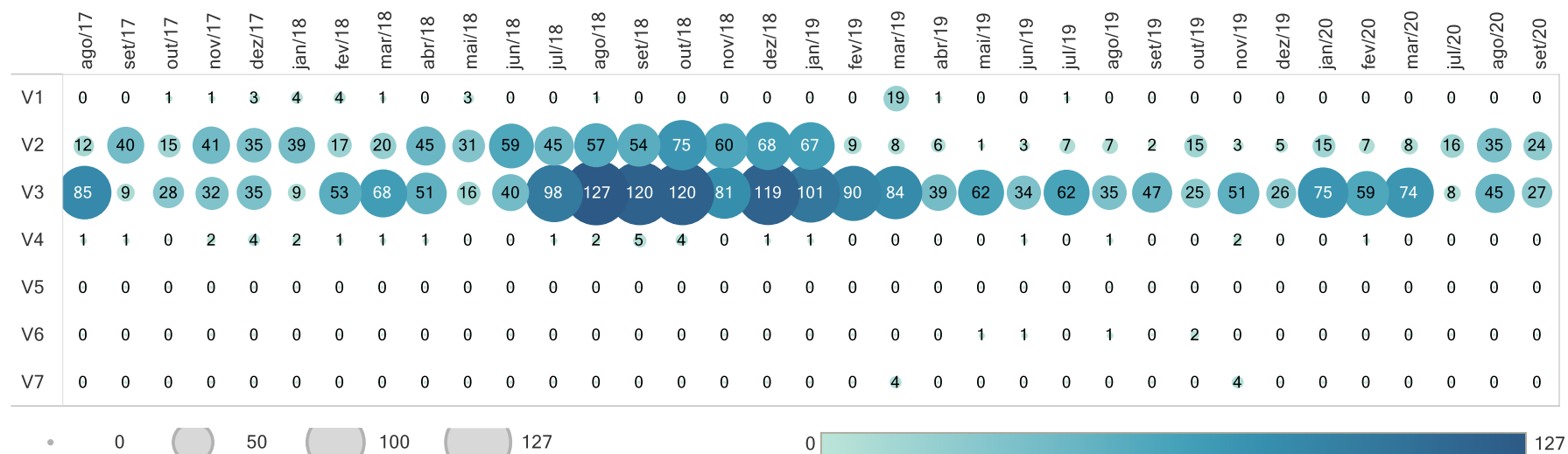


Figura 5-2 – Avaliação dos resultados invalidados (V2 e V3) divididos por equipes de campo, desde o início do monitoramento do PMQQS (agosto/2017 a setembro/2020).



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 479 resultados que foram submetidos ao qualificador 1 (Q1), 16 estiveram acima dos limites máximos da série histórica do IGAM e 125 abaixo dos limites mínimos. Cabe ressaltar que dos resultados abaixo dos mínimos, 92 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 setembro/2020 foram analisadas 66 amostras de: (i) espécies iônicas de ferro; (ii) série de sólidos; e (iii) série de nitrogênio. Destas, não foram qualificadas 34 amostras para (i), 1 amostras para (ii) e 2 para (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 256 resultados validados de pH de água, 11 foram desqualificados, todos da zona estuarina e costeira (estuários: rio Riacho e rio Ipiranga). Para os 69 resultados validados de pH no sedimento, todos foram qualificados.

O qualificador 4, por sua vez, apresentou 29 amostras com resultados não qualificados, das 66 amostras que passaram pelo cálculo do balanço iônico.

Dessa forma, tem-se que 71,9% dos 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

No mês de setembro/2020, os únicos locais onde não ocorreram coletas de amostras foram nos pontos RCA 04, no rio do Carmo, e em LAO 01 e LAO 02, na lagoa do Areão, conforme informado no ofício FR 2020.1428 do Anexo 3 (**Quadro 5-4**). O impedimento de acesso pelos proprietários dos terrenos é recorrente nesses pontos. A Fundação Renova vem fazendo tratativas no sentido de finalizar essa questão e ter o acesso liberado para normalizar as coletas nesses locais, conforme detalhado no ofício FR 2020.1259, anexado no relatório QA/QC do mês de agosto/2020. No tocante ao ponto RCA 04, após novas tratativas com o proprietário do terreno, existe a expectativa das coletas serem retomadas em outubro/2020.

Uma carta de retratação aos moradores do entorno da lagoa do Areão (Pandolfi) foi formalizada (ofício FR 2020.1432- **Anexo 3**), na qual a Fundação Renova se compromete a manter o respeito ao patrimônio alheio e a atender as ressalvas impostas pelos proprietários. Nesse sentido, espera-se que o acesso volte a ser liberado para as próximas coletas.

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 (setembro/2020)

3474-00-QAQC-RL-00011-00

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

PONTO	MATRIZ	OCORRÊNCIA	TRATATIVAS	OFÍCIO
RCA 04	Todas as matrizes	Acesso impedido pelo proprietário	Foram realizadas reuniões entre a equipe de diálogo e o proprietário do terreno de acesso. Espera-se a retomada das coletas em outubro/2020	FR.2020.1428
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	As tratativas estão ocorrendo com o setor jurídico da FR, que está, junto com a equipe técnica, tentando avançar nas negociações	FR.2020.1428

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 Set20”. De um total de 2.244 análises de brancos de equipamento de campo para a matriz água (do qual não são considerados os resultados de sonda), apenas 1 resultado foi quantificado (para *E. coli*). Das amostras para brancos de equipamentos de campo para a matriz sedimento, todos os resultados, de um total de 192 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 o único resultado quantificado nas análises de brancos de equipamentos de campo da matriz água, observou-se que a amostra de *E. coli* quantificada ocorreu no ponto RGN 07, no dia 05/09/2020, primeira coleta do dia. Não foram observadas contaminações nas amostragens que ocorreram no próprio ponto e nos pontos em sequência (RGN 08 e RCA 01) sugerindo, portanto, contaminação pontual. A equipe de campo foi orientada a ter mais cautela na limpeza dos equipamentos de amostragem.

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* (13 ocorrências para 30 amostras), enquanto para sedimentos as diferenças entre a amostra e sua respectiva duplicata ocorreram para potencial de oxirredução (2 ocorrências em 8 amostras de duplicatas).

5.2.3.3.3 - Matriz de água

Parâmetros amostrados na coluna d'água de rios, lagoas, estuários e zona costeira no mês de setembro/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 agosto/2020) em cada ponto amostral. A avaliação será dividida em rios e tributários, lagoas, estuários e zona costeira.

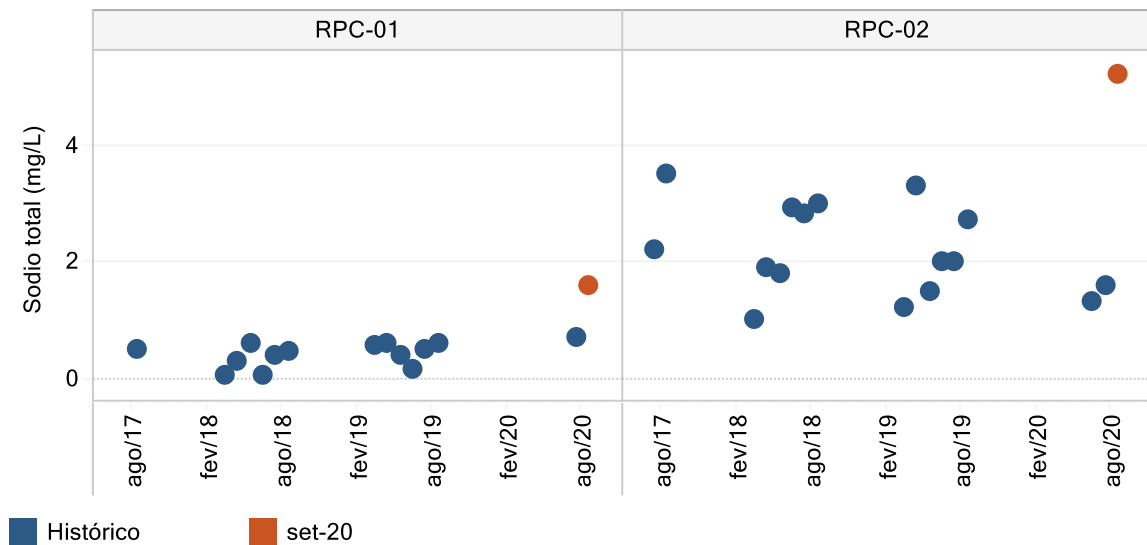
Rios e tributários:

No mês de setembro/2020 os parâmetros monitorados no rio Doce e tributários apresentaram valores predominantemente inferiores ou próximos das máximas históricas registradas no PMQQS.

Cabe destaque, no entanto, para o ponto RCA 02, cujas concentrações de nitrogênio kjeldahl total e nitrogênio orgânico apresentaram valores quantificados pela primeira vez em setembro/2020 (0,461 mg/L para ambos os parâmetros) quando considerados os dados históricos do período de seca do PMQQS. Outro parâmetro quantificado pela primeira vez foi cobalto total, no ponto RDO 11 (0,00081 mg/L), superando os valores de LQ (0,0005 mg/L) até então observados nos dados do período de seca.

Além destes, *E. coli* apresentou em setembro/2020 concentração de 9.200 NMP/100mL no ponto RCR 01, superando a máxima histórica registrada no período de seca (2.800 NMP/100mL em abril/2018 e agosto/2019). Por fim, em setembro/2020, o parâmetro sódio total nos pontos RPC 01 (1,6 mg/L) e RPC 02 (5,2 mg/L) também superaram suas respectivas máximas históricas do período de seca no monitoramento do PMQQS (0,68 mg/L, em agosto/2020 e 3,5 mg/L, em setembro/2017, respectivamente) (**Figura 5-3**).

Figura 5-3 - Comparativo das concentrações de sódio total no mês de setembro/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a setembro/2020) no ponto RPC 01 e RPC 02, no rio Piracicaba.

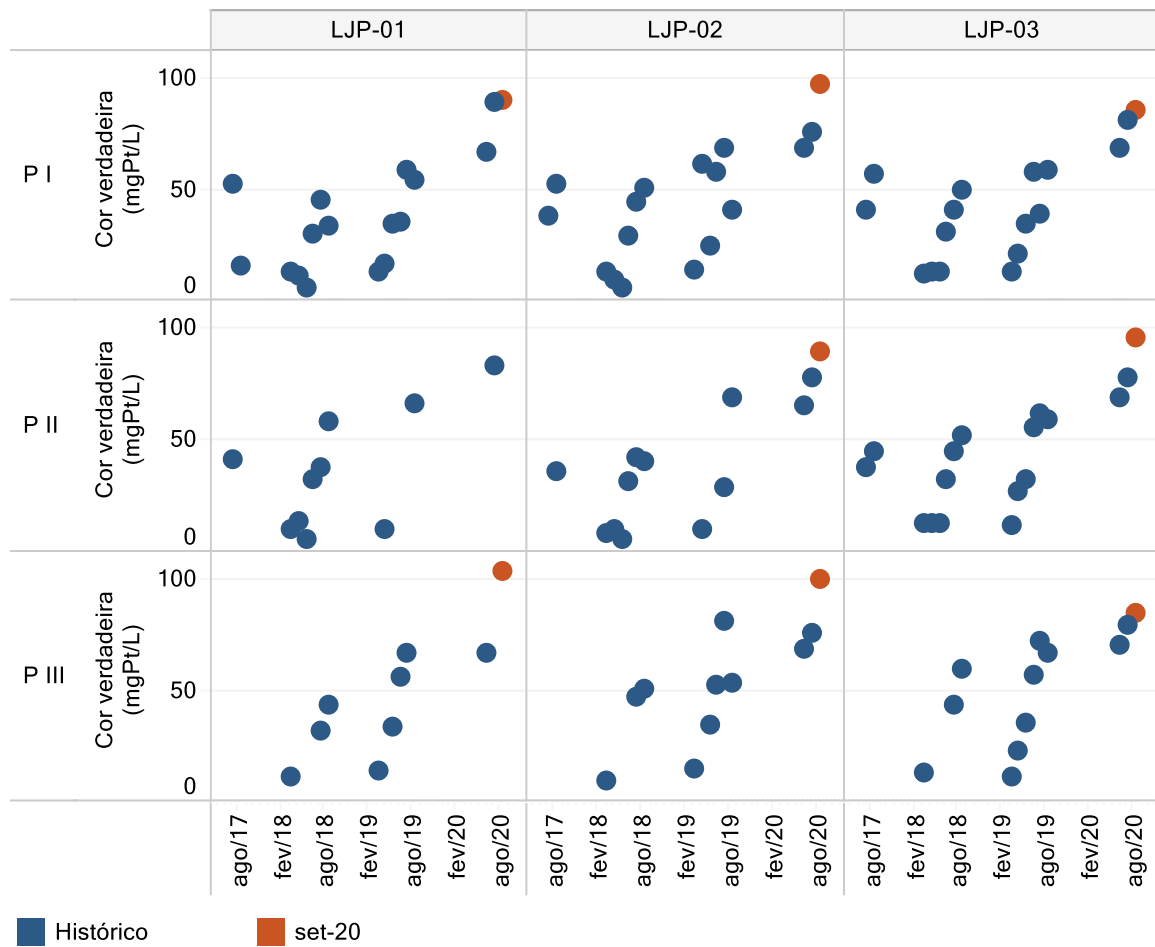


Lagoas:

Na lagoa do Limão, ponto LLM 03, profundidade III, destaca-se, em setembro/2020, as concentrações de nitrogênio kjeldahl total e nitrogênio orgânico (0,570 mg/L) que apresentaram nesta ocasião valores quantificados pela primeira vez, considerando o histórico do período de seca neste ponto e profundidade. Ressalta-se, no entanto, que valores superiores a estes já foram registrados em outras profundidades e pontos desta lagoa.

Em setembro/2020, na lagoa Juparanã, ponto LJP 01, profundidade III, o parâmetro cor verdadeira, apresentou concentração de 103 mgPt/L na profundidade III, valor 1,5 vezes superior à máxima histórica até então registrada neste ponto e profundidade (66 mgPt/L, em agosto/2019 e julho/2020). No entanto, observam-se, em menores diferenças, valores acima da máxima histórica de maneira sistêmica, em diferentes pontos e profundidades desta lagoa (**Figura 5-4**).

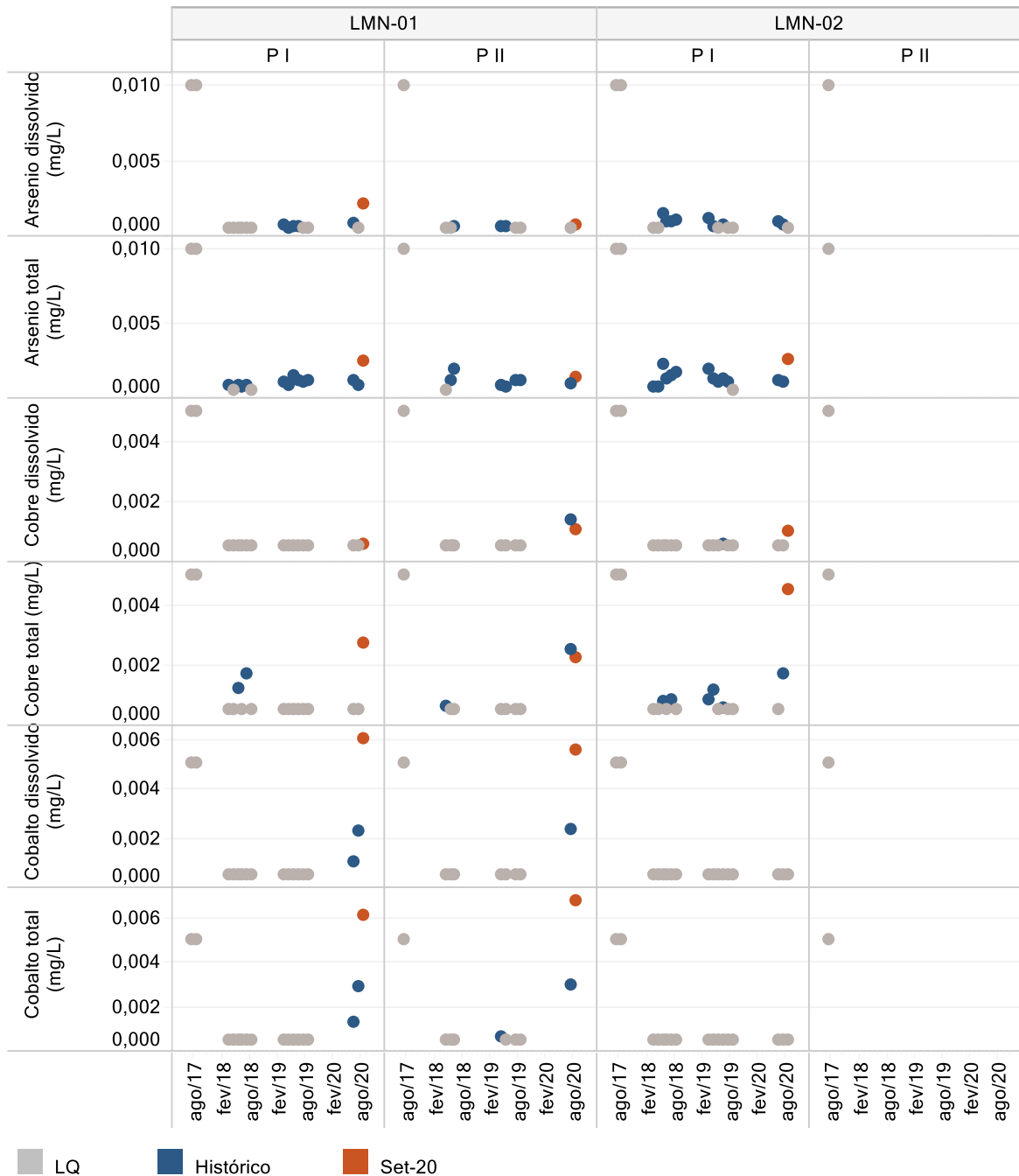
Figura 5-4 - Comparativo das concentrações de cor verdadeira no mês de setembro/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a setembro/2020) nos pontos amostrais da lagoa Juparanã.



Na lagoa Nova foi registrado pela primeira vez em setembro/2020, no ponto LNV 02, profundidade III, valor quantificado para ferro III (0,11 mg/L), superando os valores de LQ até então registrados neste ponto e profundidade no período de seca do monitoramento do PMQQS.

Por fim, a **Figura 5-5** apresenta, na lagoa Monsarás, os parâmetros que, em setembro/2020, superaram registros históricos do período de seca do monitoramento do PMQQS, nos pontos LMN 01 e LMN 02 (profundidades I e II). Destes, destacam-se as concentrações de cobre dissolvido no ponto LMN 01, profundidade I, quantificado pela primeira vez (0,00056 mg/L), cobre total (LMN 02 , profundidade I, 0,00452 mg/L) e cobalto dissolvido (LMN 01, profundidade I, 0,00601 mg/L) que apresentaram valores quase 3 vezes superiores às respectivas máximas históricas (0,00171 mg/L e 0,00228 mg/L, ambos em agosto/2020).

Figura 5-5 - Comparativo das concentrações de parâmetros monitorados no mês de setembro/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a setembro/2020) nos pontos amostrais da lagoa Juparanã.



Estuários:

Nos estuários a maior parte dos resultados dos parâmetros monitorados apresentaram resultados dentro das máximas históricas ou com valores muito próximos. Destaca-se, no entanto, zinco dissolvido no ponto ERC 02 (0,011 mg/L, P15) e clorofila a no ponto ERM 01 (23,4 µg/l, P15) que superaram os valores de LQ até então registrados nestes pontos e profundidades no período de seca.

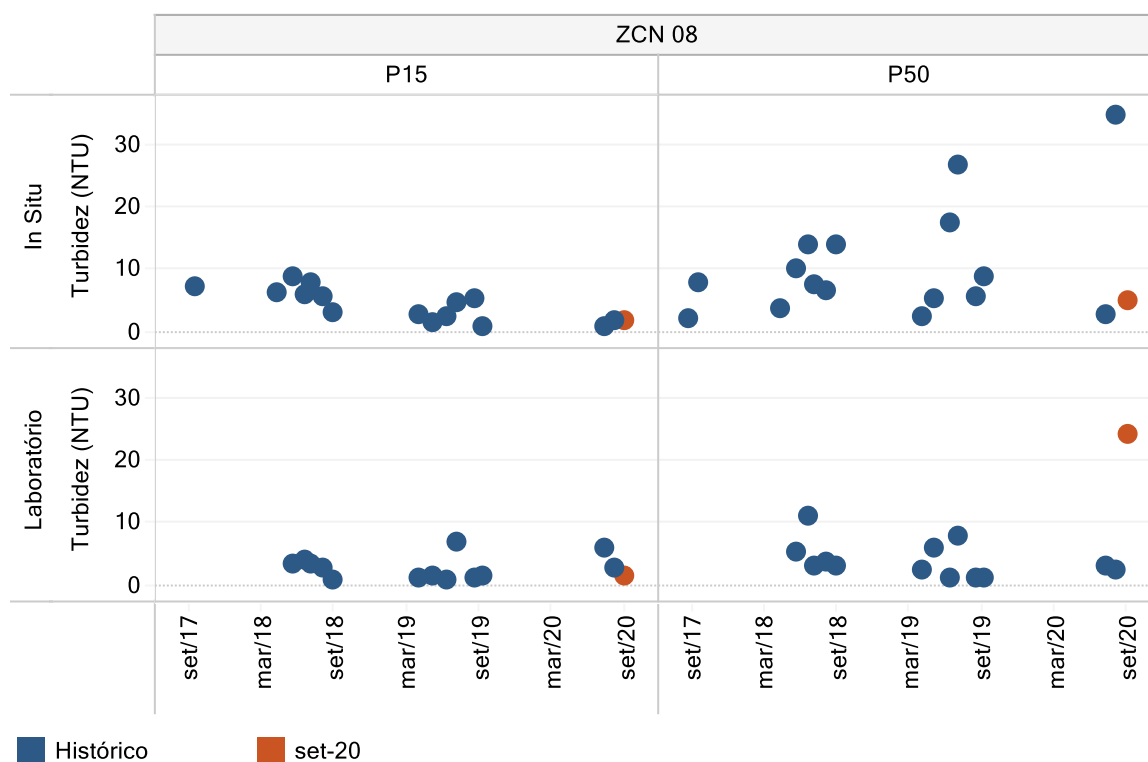
Zona costeira:

Assim como nos estuários, de maneira geral, no mês de setembro/2020, as concentrações dos parâmetros monitorados na zona costeira apresentaram valores inferiores ou comparáveis com os resultados históricos dos meses de seca do PMQQS.

Entre os parâmetros com valores acima das máximas históricas, selênio total, na P15 do ponto ZCS 05, apresentou valor quantificado em setembro/2020 (0,0029 mg/L), contrastando com os valores de LQ até então observados no período histórico de seca. Além deste, no ponto amostral ZCN 09 P15, as concentrações de zinco dissolvido (0,0493 mg/L), zinco total (0,0588 mg/L) e cobre total (0,0021 mg/L) superaram suas máximas históricas, em setembro/2020 (0,0116 mg/L em abril/2019, 0,0216 mg/L em abril/2018 e 0,0012 mg/L em junho/2019, respectivamente).

Considerando o período histórico de seca do PMQQS no ponto ZCN 08, P50, a turbidez de laboratório apresentou valores inferiores a máxima de 11 NTU, com média de 3,8 NTU. Em setembro/2020, no entanto, o valor de 24 NTU supera em quase o dobro essa máxima. Além disso, este valor é quase 5 vezes superior ao resultado *in situ* (4,86 NTU) (**Figura 5-6**).

Figura 5-6 - Comparativo dos resultados de turbidez em laboratório e *in situ* no mês de setembro/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a setembro/2020) no ponto ZCS 08.



5.2.3.3.4 - Matriz de sedimento

Parâmetros amostrados nos sedimentos de estuários e zona costeira no mês de setembro/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 agosto/2020) em cada ponto amostral. A seguir a discussão será dividida em: zona costeira e estuários.

Estuários:

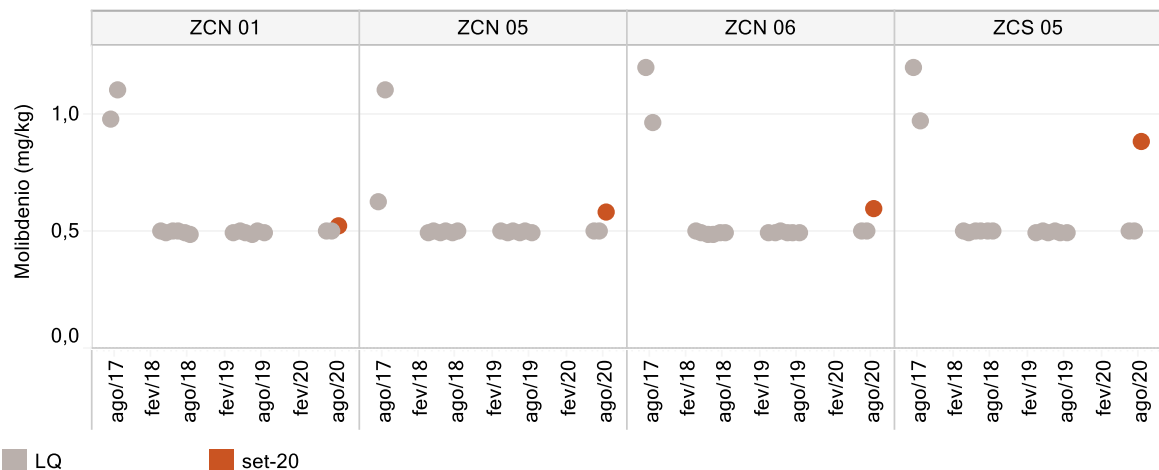
No mês de setembro/2020, as concentrações dos parâmetros monitorados nos estuários apresentaram valores inferiores ou comparáveis com os resultados históricos dos meses de seca do PMQQS. Único parâmetro que cabe destaque é o molibdênio, que apresentou no estuário do rio Caravelas (ERC 01) valor quantificado (0,58 mg/kg) pela primeira vez em todo monitoramento.

Zona costeira:

Assim como nos estuários, o parâmetro molibdênio também se destacou por ter apresentado, em setembro/2020, valores acima dos registros de LQ até então observados, nos pontos amostrais ZCN 01 (0,52 mg/kg), ZCN 05 (0,58 mg/kg), ZCN 06 (0,59 mg/kg) e ZCS 05 (0,88 mg/kg).

Os demais parâmetros monitorados na zona costeira apresentaram valores inferiores ou próximos àqueles observados no período de seca do monitoramento do PMQQS.

Figura 5-7 Comparativo dos resultados de molibdênio no sedimento no mês de setembro/2020 em relação aos dados do período seco (abril a setembro) da série histórica do PMQQS (agosto/2017 a setembro/2020) em pontos amostrais da zona costeira.



5.3 - Estações automáticas

O banco de dados contendo os resultados medidos pelas estações automáticas no mês de setembro/2020 encontram-se no **Anexo 1**.

A estação RDO 01 permanece sem reportar os dados. 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. Os resultados de qualidade da água nessa estação estão zerados, não sendo resultados confiáveis porque as equipes de manutenção não conseguem realizar ações de correção.

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. O pH não está sendo registrado, os resultados de turbidez apresentaram picos a partir do dia 19 e os registros de oxigênio dissolvido tiveram queda a partir do dia 24. Contudo, como a manutenção da sonda não está ocorrendo, não é possível se identificar as causas dos valores incomuns e, portanto, sugere-se a utilização desses resultados com cautela, pois podem não indicar a realidade dos valores.

A estação RGN 08, também localizada em Barra Longa-MG, está com acesso impedido para manutenção. No mês de setembro/2020 ocorreram picos isolados de turbidez nesta estação, conforme registrado na planilha de operações das estações automáticas (**Anexo 5**), porém como não foi possível a manutenção na sonda, não se tem confirmação da causa desses picos.

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. Para confirmação, todas as atualizações estão indicadas na planilha de operações. Picos de clorofila-a e cianobactérias foram identificados nas estações RDO 12 e RDO 16. Nesta última, valores zerados para esses parâmetros também foram registrados, assim como ocorrido em RDO 08. Picos isolados de turbidez foram observados nos pontos RCA 01 e RDO 16.

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.

As amostragens de campo estão ocorrendo regularmente. Os pontos RCA 04, LAO 01 e LAO 02 permaneceram sem coletas no mês de setembro/2020. Medidas jurídicas e/ou diálogos com os proprietários dos terrenos de acesso a esses pontos estão sendo feitos para que as coletas nesses locais possam ser retomadas.

Quanto aos dados propriamente gerados, considerando os resultados em que foram aplicados os critérios de validação, para o período de setembro/2020, 99,3% dos dados foram validados e mantidos íntegros no BD. Quanto aos qualificadores, um total de 72% dos resultados que passaram pelos critérios de qualificação atendeu aos mesmos.

Em relação à avaliação das matrizes geradas no mês de setembro/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. Nas estações RCA 02 e RGN 08 as obras de manutenção retornarão assim que a prefeitura de Barra Longa/MG autorizar. Algumas estações apresentaram picos isolados ou valores zerados, que foram reportados neste relatório ou na planilha de operações.

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.

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	-