

**Nota Técnica N° 51 do Grupo Técnico de Acompanhamento do Programa de Monitoramento Quali-Quantitativo Sistemático de Água e Sedimentos do rio Doce, Zona Costeira e Estuários, instituído pelo Comitê Interfederativo – Termo de Transação e Ajustamento de Conduta.**

Brasília, 11 de outubro de 2019.

**ASSUNTO:** Análise do Programa de Garantia de Controle de Qualidade – QA/QC – OFI.NII.072019.7175 e OFI.NII.072019.7175-02.

## **1. INTRODUÇÃO**

Em atendimento a Nota Técnica GTA-PMQQS n.º 12, de 17 de agosto de 2018, que determina a apresentação trimestral dos resultados do monitoramento do PMQQS juntamente com o Programa de Garantia e Controle de Qualidade – QA/QC, foi protocolado o ofício OFI.NII.072019.7175, em 08 de julho de 2019, relativo ao monitoramento realizado durante o período de novembro de 2018 a janeiro de 2019, e em 03 de setembro de 2019, o OFI.NII.072019.7175-02, referente ao período de fevereiro a abril de 2019.

Deve ser observado que na Nota Técnica GTA-PMQQS n.º 30, de 22 de março de 2019, o GTA-PMQQS já havia feito recomendações a respeito da entrega do relatório de QA/QC e dos cuidados necessários tanto para as campanhas amostrais quanto para as análises laboratoriais feitas no âmbito do PMQQS. O cumprimento destas também foi observado na análise dos relatórios protocolados.

## **2. ANÁLISE TÉCNICA**

Uma vez que a análise dos ofícios foi realizada em sequência, assim também serão apresentadas, observando-se os relatórios e o já solicitado na NT n.º 30 GTA-PMQQS.

### **2.1. Relatório de QA/QC – novembro/2018 e janeiro/2019 - OFI.NII.072019.7175**

Neste relatório, observou-se que num total de 37.335 dados, 635 não passaram pelos critérios de validação. Entretanto, alguns itens devem ser observados. São eles:

- a) Não é descrito se esse total é de dados coletados ou de dados submetidos a validação. Esclarecer;
- b) Os validadores V1, V5, V6 e V7 não tiveram nenhum dos dados invalidados;
- c) O percentual de não atendimento ao validador V4 permaneceu baixo, com 0,20%;
- d) No tocante aos validadores V2 e V3, o quantitativo de dados invalidados continua alto, sendo para água 22,36% e 35,79% para V2 e V3, respectivamente;
- e) No tocante ao validador V8, destaca-se que os dados dos ensaios de ecotoxicidade analisados foram: 1) planilha com os validadores nas abas V8-a C. Dubia; V8-a conferido; V8-b Pseudokirchneriella; V8-b conferido; V8-c Daphnia; Plan3 e V8-d Danio rerio do documento validadores ecotox- janeiro.2019.xls; 2) “Relatório Trimestral –

nov/2018 a

jan/2019 – Programa de Garantia e Controle de Qualidade QA/QC”; 3) Laudos laboratoriais. Algumas inconsistências foram verificadas e pontuadas abaixo:

- A planilha encaminhada com os dados e validadores aplicados encontra-se imprecisa, com células destacadas em amarelo e rosa sem legenda sobre o que se trata; também apresenta informações indefinidas, como “*falta de laudo*”; “*laudo não abre*”; “*falta anexo do laudo*”, situações essas que devem ser sanadas antes da planilha ser apresentada oficialmente ao grupo técnico.

**Desta forma, recusa-se o recebimento da planilha apresentada e solicita-se nova planilha com dados definidos, precisos e sem alteração na cor das células caso não haja legenda.**

- A planilha encaminhada com os dados planilhados e validadores aplicados apresenta uma aba identificada como “*Plan3*”, e não há clareza dos dados descritos nela. Bem como na aba “*V8-c Daphnia*” há duas colunas com dados com valor zero, sendo uma delas identificada com o efeito – imobilidade – e a segunda sem identificação.

**Desta forma, solicita-se maiores esclarecimentos sobre as informações que constam nessas abas, bem como que seja realizada uma adequação para tornar clara e precisa as informações descritas.**

- Verificou-se ausência de resultados nas estações descritas abaixo. Além disso, o esclarecimento de algumas inconsistências dentro do Relatório Trimestral foi precariamente descrito, pois não foram informadas quais as estações amostrais foram impactadas pela falta de resultado, informou-se apenas que: “*...existe também um ofício com a justificativa de não realização de ensaios ecotoxicológicos crônicos no mês de janeiro/2019 para alguns pontos amostrais, porque alguns resultados de controle foram inconclusivos, sendo necessária a reanálise, porém não havia alíquota suficiente para novos ensaios.*”
- É importante ressaltar que uma coleta de amostras para um processo de monitoramento que esteja sendo implantado com um programa de QA/QC pressupõe a necessidade de, minimamente, serem feitas duplicatas para dirimir quaisquer erros analíticos ou dúvidas de resultados que possam surgir. Sendo assim, não é aceitável a explicação de não haver amostra suficiente para reanálise.
  - LAO02: ensaios na profundidade III; e em elutriato de sedimento;
  - LJP01: ensaios na profundidade III;
  - LJP02: ensaio em elutriato de sedimento;
  - LLM01: ensaios na profundidade III;
  - LLM02: ensaios na profundidade II;
  - LMN01: ensaio em elutriato de sedimento;
  - LMN02: ensaios na profundidade III;
  - LNV01: ensaios na profundidade II;
  - LNV02: ensaios na profundidade III;
  - LNV03: ensaios na profundidade II; e em elutriato de sedimento;
  - RGN02: faltou ensaio crônico com *Ceriodaphnia dubia* na matriz água;
  - RGN03: faltou ensaio crônico com *Ceriodaphnia dubia* na matriz água;
  - RGN04: faltou ensaio crônico com *Ceriodaphnia dubia* na matriz água;
  - RGN05: faltou ensaio crônico com *Ceriodaphnia dubia* na matriz água;

- RMH01: o laudo dos ensaios na matriz água não abriu;

Solicita-se informação sobre: 1) qual o padrão de volume coletado para cada matriz, segundo exigências de norma que tratam deste escopo e orientações do laboratório de análise; 2) qual o volume que chegou no laboratório, com dado preciso e constante na cadeia de custódia; 3) qual o volume utilizado no ensaio; 4) qual o volume sobressalente coletado para garantir eventuais situações em que haja necessidade de se repetir ensaios; 5) como foi a estratégia para tratar a não conformidade.

Destaca-se que a justificativa de dados inconclusivos e ausência de amostras para reanálise **NÃO FOI ACEITA** pela equipe do GTA-PMQQS, uma vez que os ensaios devem obedecer normativas que garantam a coleta e adequado armazenamento de amostras com volume sobressalente para eventuais reanálises. Desta forma esse GTA-PMQQS sugere que a CTSHQA aplique a penalidade de **ADVERTÊNCIA**, e solicita que seja apresentado um plano para correção dessas incoerências. A não observância de uma estratégia corretiva impactará na adequada continuidade do monitoramento.

Diante das inconsistências dos documentos apresentados, que apresentam dados dos ensaios ecotoxicológicos de Janeiro/2019, esse GTA-PMQQS considerou inviável a análise da planilha com a aplicação do validador V8. Informa-se que tão logo a mesma seja adequada e reapresentada, se dará prosseguimento na análise e conferência dos dados.

## 2.2. Relatório de QA/QC – fevereiro/2019 a abril/2019 - OFI.NII.072019.7175-02

Para o período em análise foi observado:

- a) Os validadores V4, V5, V6 e V8 não apresentaram percentual de dados invalidados, de acordo com o Quadro 5.1;
- b) O validador V1 obteve 0,10% de dados invalidados. Entretanto, não é descrito quais parâmetros que tiveram dados invalidados;
- c) O percentual de dados invalidados pela aplicação do V2 diminuiu em relação ao período anterior, demonstrando uma melhora na coleta ou transporte das amostras. Entretanto, o percentual de dados invalidados por alteração de pH (2,68% para água e 7,14% para sedimento) ainda é motivo de atenção, observado a importância do pH para a manutenção da integridade das amostras;
- d) O V3 permanece com altos percentuais de dados invalidados (24,83%). Observa-se ainda que, no período amostral em análise, muitas coletas em estuários não foram realizadas por questões de acesso, o que pode fazer este percentual aumentar se comparado com a quantidade de amostras que deveria ser coletada e não teve sucesso;
- e) Destaca-se aqui que algumas amostras foram perdidas, mostrando a falta de zelo pelas mesmas e comprometimento com os resultados esperados. Tal acontecimento não deve ser reportado apenas como um evento, e sim investigado e tomado providências para que tal fato não se torne rotina no âmbito do PMQQS. Este fato indica inconsistências também na cadeia de custódia.
- f) No tocante ao Validador V8, destaca-se que os dados dos ensaios de ecotoxicidade, analisados foram 1) dados planilhados nas abas V8-a; V8-b; V8-c e V8-d do documento em V1aV8-fev19aabr19.xls; 2) "Relatório de Consistência dos Dados"; e 3) Laudos laboratoriais. Algumas inconsistências foram verificadas e pontuadas abaixo:

- Ausência de resultados de *Ceriodaphnia dubia* e *Raphidocelis subcapitata* em amostras de água na estação amostral RCA04. Segundo o relatório de consistência de dados e a planilha de aderência não foi possível coletar

amostras

devido à falta de acesso ao ponto RCA 04 porque o proprietário do terreno não autorizou a entrada da equipe de coleta, não ocorrendo, portanto, resultados para análises físico-químicas, fitoplâncton, zoobentos, descarga líquida e ecotoxicidade.

- Ausência de resultados de *Ceriodaphnia dubia* em amostras de elutriato de sedimento nas estações amostrais RCA01; RCA02, RDO03 e RPC03. Segundo o relatório de consistência de dados e a planilha de aderência não foi possível coletar amostras de sedimento por razão da dificuldade de acesso.
- Ausência de resultados de *Danio rerio*, *Daphnia similis*, *Raphidocelis subcaptata* e *Ceriodaphnia dubia* em amostras de água e sedimento na estação amostral LLM03 – Profundidade II. Segundo o relatório de consistência de dados, planilha de aderência e documento denominado “Carta Controlada – nº 044/2019” emitida pelo Laboratório ALS a justificativa foi extravio de amostra:

“Vimos através desta esclarecer que a amostra do código 5505701 – coletada em 16/04/2019 às 11h54min, identificada como: LLM 03 – Colatina – Lagoa do Limão 03, referente aos ensaios de Toxicidade Aguda com *Daphnia similis*, Toxicidade Aguda com *Danio rerio*, e com Toxicidade Crônica com *Raphidocelis subcaptata* pertencente ao processo comercial 6520/2018, não poderá ser analisada devido ao extravio das amostras durante o transporte entre unidades da ALS.”

**Solicitam-se esclarecimentos das ações corretivas e da razão da amostra não ter sido coletada novamente assim que foi detectado o extravio.**

- Ausência de resultados de *Ceriodaphnia dubia* e *Raphidocelis subcaptata* em amostras de água e sedimento na estação amostral RDO10. Segundo o relatório de consistência de dados e a planilha de aderência não foi possível coletar amostras no mês de abril nesse ponto devido à falta de autorização da Prefeitura de Resplendor (que emitiu um ofício desautorizando coletas no município no mês de abril/2019) e, por isso, o ponto RDO 10 não teve coleta neste mês. Todavia, ao analisar os laudos laboratoriais, verificou-se que amostra de sedimento foi coletada no mês de maio (25/05/2019) para análise ecotoxicológica com *Ceriodaphnia dubia* em elutriato.

**Desta forma, solicitam-se maiores esclarecimentos sobre a readequação do cronograma de análises ecotoxicológicas, sem informar oficialmente o GTA-PMQQS/CT-SHQA, e já que o cronograma foi alterado, solicita-se justificativa do porquê as amostras de água não foram amostradas.**

- Ausência de resultados de *Ceriodaphnia dubia* e *Raphidocelis subcaptata* em amostras de água e sedimento na estação amostral RDO10. Segundo o relatório de consistência de dados e a planilha de aderência não foi possível coletar amostras no mês de abril nesse ponto devido à falta de autorização da Prefeitura de Resplendor (que emitiu um ofício desautorizando coletas no município no mês de abril/2019) e, por isso, o ponto

RDO 10 não teve coleta neste mês. Todavia, ao analisar os laudos laboratoriais, verificou-se que amostra de sedimento foi coletada no mês de maio (25/05/2019) para análise ecotoxicológica com *Ceriodaphnia dubia* em elutriato.

**Solicita-se esclarecimento.**

- Verificou-se que o CENO (maior concentração da amostra que não causa efeito deletério estatisticamente significativo em relação ao controle, nas condições do ensaio) em diversas amostras foi registrado como menor que 6,25% (<6,25%).

**Todavia, considerando que as normas estabelecem um intervalo de soluções-teste entre 3,10% a 100%, orienta-se que seja analisada a menor concentração proposta, de 3,10%, a fim de verificar se nessa menor concentração não se observa efeito deletério ou mesmo assim a amostra permanece evidenciando efeito.**

### 3. ENCAMINHAMENTOS

Observado os problemas em reportar ao GTA-PMQQS, à CT-SHQA e ao CIF as solicitações elencadas, mesmo observando a melhoria nas campanhas amostrais reportadas pela redução de dados invalidados, este GTA-PMQQS recomenda que a Fundação Renova seja notificada a cumprir os itens acima elencados, e num prazo de 30 dias reportar as providências e/ou justificativas técnicas ao GTA-PMQQS.

**No tocante a publicização dos dados já validados, a recomendação do GTA-PMQQS ao CIF é que os dados referentes ao período de novembro de 2018 a abril de 2019 referentes aos parâmetros físico-químicos de água e sedimentos sejam tempestivamente publicados.**

**Equipe Técnica responsável pela elaboração da Nota Técnica:**

- Ana Paula Montenegro Generino (Especialista em Recursos Hídricos da Agência Nacional de Águas – ANA)
- Emilia Brito (Agente de Desenvolvimento Ambiental e Recursos Hídricos - IEMA)
- Gilberto Arpini Sipioni (Tecnólogo em Saneamento Ambiental – IEMA)
- Thatiana Cappi (Agente de Desenvolvimento Ambiental e Recursos Hídricos – IEMA)
- Maria Dulce Chicayban Monteiro de Castro ( Analista Ambiental - IBAMA)

**Nota Técnica aprovada em 11/10/2019**

---

Maurrem Ramon Vieira  
Coordenação do GTA PMQQS