

Nota Técnica N° 112 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.

Belo Horizonte, 14 de maio de 2024

ASSUNTO: Análise de Relatórios Trimestrais de QA/QC, seus anexos e banco de dados.

1. INTRODUÇÃO

Considerando a finalidade do Grupo Técnico de Acompanhamento do Programa de Monitoramento Quali-Quantitativo Sistemático de Água e Sedimento (GTA-PMQQS) em acompanhar e analisar a execução do Programa, tal qual apresentado na Deliberação CIF n.º77, esta Nota Técnica tem como objetivo apresentar uma análise dos relatórios trimestrais apresentados pela Fundação Renova. Esta análise abrange os seguintes relatórios:

- 2021.12.22_FR.2021.2034: Relatório QAQC Trimestral Julho/21 a Setembro/21
- 2022.03.29_FR.2022.0490: Relatório QAQC Trimestral Outubro/21 a Dezembro/21
- 2022.06.30_FR.2022.0968: Relatório QAQC Trimestral Janeiro/22 a Março/22
- 2022.09.30_FR.2022.1492: Relatório QAQC Trimestral Abril/22 a Junho/22
- 2022.12.26_FR.2022.2067: Relatório QAQC Trimestral Julho/22 a Setembro/22
- 2023.03.31_FR.2023.0730: Relatório QAQC Trimestral Outubro/22 a Dezembro/22
- 2023.06.29_FR.2023.1562: Relatório QAQC Trimestral Janeiro/23 a Março/23
- 2023.09.29_FR.2023.2465: Relatório QAQC Trimestral Abril/23 a Junho/23
- 2023.12.28_FR.2023.3245: Relatório QAQC Trimestral Julho/23 a Setembro/23
- 2024.03.28_FR.2024.0825: Relatório QAQC Trimestral Outubro/23 a Dezembro/23

Desta forma, nos tópicos que seguem, os itens observados nos relatórios e que merecem destaque serão apontados.

2. ANÁLISE TÉCNICA

Observando a dinâmica de apresentação dos relatórios de QAQC, as colocações feitas pelo GTA-PMQQS serão apresentadas de acordo com o relatório, nos itens que segue.

2.1. OBSERVAÇÕES GERAIS

A garantia da integridade dos resultados no PMQQS é de extrema importância. Para isso, é crucial que os laudos de análise sejam entregues antes do vencimento do prazo de validade das amostras, proporcionando tempo suficiente para eventual repetição da análise, se necessário, e evitando a utilização de amostras expiradas, que podem comprometer a precisão dos resultados gerados.

Entretanto, ao analisar o relatório 2021.12.22_FR.2021.2034, foi observado que, na página 7, embora tenha sido mencionado que as fichas de campo e a cadeia de custódia foram digitalizadas, não foram encontradas anexadas no *SharePoint*. Essa inconsistência nos registros pode implicar na falta de rastreabilidade das amostras e na confiabilidade dos dados.

Outro ponto relevante identificado nos relatórios é a discrepância entre os dados fornecidos pelos validadores e a realidade, como evidenciado na página 29 do relatório 2021.12.22_FR.2021.2034, onde é indicado que todos os validadores atingiram 100% de dados validados. No entanto, tanto no texto quanto no quadro, é apontado que 52 dados foram considerados inválidos, resultando em uma taxa de validação de 99,7%. Nesse sentido, sugere-se a realização de ajustes ou a apresentação de uma justificativa para essa discrepância.

A ocorrência de acidentes durante as coletas de zona costeira, resultando na perda de amostras e equipamentos, reforça a importância de garantir que as fichas de campo sejam facilmente acessíveis e protegidas, preservando informações cruciais mesmo em situações adversas.

Além disso, a ausência de uma explicação plausível para a falta de dados de campo no branco do equipamento é questionável. O GTA-PMQQS enfatiza a importância da atenção rigorosa dos coletores durante o transporte das amostras, destacando problemas recorrentes com as frascarias, apesar das solicitações de providências do GTA à Fundação Renova. Esses problemas persistem, resultando em dados invalidados. Ainda, é identificado nos relatórios problemas relacionados às equipes de campo, como por exemplo no relatório 2022.12.26_FR.2022.2067_Relatório Jul22 a Set22 que na campanha de julho/2022 não foi possível a realização de duplicata de água no dia 06/07 e de duplicata de sedimento no dia 07/07, ambos na equipe 01, devido a equívocos cometidos pela equipe de coletores responsáveis por esse trecho.

No que se refere ao uso de equipamentos alternativos, é observado em alguns relatórios a substituição do equipamento CTD por uma sonda YSI. O GTA-PMQQS reforça a necessidade de aderir rigorosamente aos procedimentos estabelecidos, ou proceder com a solicitação de alteração ao GTA, mesmo em situações de acidentes, e sugere que o laboratório disponha de equipamentos adicionais para garantir a conformidade com os padrões do PMQQS. Adicionalmente, é fundamental oferecer a

capacitação e condições adequadas, para minimizar os lapsos amostrais durante condições climáticas adversas.

Ressalta-se também a importância de corrigir os erros no preenchimento da cadeia de custódia de descarga líquida, evidenciados pelo aumento nos problemas relacionados ao equipamento durante a coleta. Portanto, o GTA reitera a importância de fornecer equipamentos adicionais para evitar interrupções nos procedimentos e garantir a integridade das informações.

2.2. PROCEDIMENTOS DE AMOSTRAGEM

No Relatório referente ao trimestre julho a setembro de 2022 (4034-00-QAQC-RL-0006-00), sobre as amostragens de fitoplâncton, foi relatado a seguinte afirmação:

“Sobre as amostragens de fitoplâncton, as coletas entre os dias 09 e 16/08/2022 na equipe 01 foram realizadas em rede de abertura de malha de 68 μ m, superior à normalmente utilizada (20 μ m). Após a comunicação da equipe, a rede foi imediatamente substituída pela rede correta para as amostragens. A mudança na abertura da malha não invalida a amostra, porém os dados qualitativos de fitoplâncton desse período devem ser avaliados com cuidado, visto que a rede selecionou organismos maiores” contida na página 37.”

Entretanto, no documento de Revisão do Programa, a referência que embasa a metodologia para as coletas do fitoplâncton é clara: “[...] Para as análises qualitativas, um volume suficiente de amostra será filtrado com passagem de rede diretamente na subsuperfície da água, **utilizando uma rede com abertura de malha de 20 μ m** e fixadas com formol a 5% ou solução de transeau”.

Diante disso, reafirmamos o posicionamento, de seguir rigorosamente a metodologia estabelecida nos documentos base de revisão do Programa, uma vez que estes foram construídos conjuntamente e baseados em literatura de referência, o que garante a padronização dos dados.

O GTA corrobora com o apontamento citado pela Fundação Renova (item 5.2.4.1 - Amostragens de campo - Relatório de outubro a dezembro de 2022 - 4034-00-QAQC-RL-0007-00) em que “reforçou com o laboratório a importância de as equipes de campo anotarem nas fichas de coleta qualquer situação adversa observada em campo, como por exemplo, esses resultados anômalos pontuais de condutividade, e orientou os coletores a terem mais cuidado durante o manuseio das sondas”.

2.3. MATRIZ DE DUPLICATAS

Notou-se consideráveis disparidades em alguns resultados quando comparados com suas respectivas duplicatas, com especial destaque para os parâmetros de granulometria. É importante

mencionar que a metodologia deve seguir os padrões estabelecidos pelo PMQQS, a fim de determinar que as etapas são conduzidas de acordo com os procedimentos corretos e estabelecidos.

No que se refere às amostras de água, também ocorreram diferenças significativas entre as duplicatas de alguns parâmetros. Entretanto, é importante ressaltar que a interpretação dessas diferenças considerando a totalização das amostras pode resultar em equívocos, devendo também sempre considerar o quantitativo por parâmetro e matriz.

A discrepância observada nos resultados levanta preocupações sobre a precisão e a confiabilidade das medições realizadas. Para uma avaliação completa e precisa, o GTA reitera que é essencial revisar cada etapa da análise, desde a coleta da amostra até a interpretação dos dados. Além disso, recomenda-se comparar os procedimentos empregados com as diretrizes padrão para assegurar que não haja desvios que possam ter impacto nos resultados.

2.4 INCONSISTÊNCIAS NO BANCO DE DADOS

Foram identificadas algumas inconsistências no banco de dados, as quais foram devidamente reportadas ao laboratório para correção. O GTA-PMQQS ressalta a importância de uma atenta validação durante a transferência dos dados para o sistema MyLIMS. É crucial abordar os diversos erros que foram observados com relação ao banco de dados, uma vez que estes não coincidiram com as informações presentes nos respectivos laudos em determinados momentos. Esses erros podem comprometer a integridade e a confiabilidade das informações no sistema MyLIMS, prejudicando os relatórios gerados. Portanto, recomenda-se que seja estabelecido um processo de verificação rigoroso, a fim de assegurar que os dados sejam corretamente registrados e que coincidam integralmente com os resultados dos laudos originais.

Durante as coletas de amostras de sedimentos e na realização de ensaios ecotoxicológicos, destacaram-se eventos que podem ter afetado a qualidade dos dados obtidos em janeiro/2022. A falta de amostras em determinados pontos nesse período pode ter ocasionado lacunas nos conjuntos de dados, comprometendo a representatividade das informações coletadas. Nesse período houve problemas relacionados a amostragem de *Ceriodaphia dubia* e *Echinometra lacuntes*, pois o frasco rompeu-se durante o transporte (2022). Foi respondido nas tratativas que “o laboratório está avaliando outro modelo de frasco mais resistente para acondicionar as amostras de sedimento”, entretanto até recentemente (out/2023) em acompanhamento de campo, o GTA presenciou frascos com defeito de fabricação, é recomendável rever esse fornecimento e/ou a qualidade deste material recipiente.

No tópico 5.2.3.3.6 do relatório 2022.06.30_FR.2022.0968_Relatório QAQC Trimestral Jan22 Mar22 - Comunidades Hidrobiológicas aponta o seguinte: “*Listagens de táxons foram checadas e*

algumas revisões foram solicitadas ao laboratório responsável". Esta informação consta repetidamente em vários relatórios ao longo do tempo, no entanto, não foram relatadas quais as devolutivas do laboratório quanto às revisões da lista de táxons.

Uma falha significativa foi identificada nos ensaios ecotoxicológicos da campanha de outubro/2021, atribuída a um erro operacional no sistema MyLIMS. Além disso, a amostra de sedimento do ponto RMH01 foi erroneamente inativada, não entrando na programação de ensaios que contemplava as demais amostras de sedimento do PMQQS (página 36 do relatório de 2022.03.29_FR.2022.0490_Relatório QA/QC Trimestral Out21 Dez21). O GTA-PMQQS destaca a importância do cumprimento dos princípios do QA/QC para garantir a geração de dados de qualidade e recomenda uma abordagem mais criteriosa na manipulação dos dados ao longo do processo.

Além disso, o GTA considera pertinente que sejam implementadas medidas preventivas para evitar futuras inconsistências no banco de dados. Isso pode incluir a realização de verificações regulares, a padronização dos procedimentos de transferência de dados e a capacitação adequada da equipe responsável pela inserção das informações no sistema.

Observando especialmente o Quadro 5-3 referente aos 'Pontos sem resultados no BD' e suas justificativas de ausência de dados durante o trimestre de outubro a dezembro de 2021, destaca-se a necessidade de atenção urgente às práticas operacionais. Identificamos erros recorrentes que demandam uma gestão mais rigorosa por parte das empresas, particularmente no que diz respeito à supervisão e coordenação das equipes envolvidas nos processos de coleta, amostragem e análise das amostras. Tais falhas ressaltam a importância de uma abordagem proativa na garantia da qualidade e integridade dos dados, destacando a necessidade de implementação de medidas corretivas e preventivas para assegurar a confiabilidade dos resultados obtidos, como problemas relacionados à qualidade das frascarias, esquecimento de amostras em campo e falhas no sistema MyLIMS.

Um ponto importante observado no relatório de abril a junho de 2023 (4034-00-QAQC-RL-0009-00), no item 5.2.4.8 - Ensaios Ecotoxicológicos (página 49), foi a identificação de inconsistências. O relatório informa que *"As inconsistências correspondiam a valores ausentes no laudo analítico que eram reportados no banco de dados. Em resposta, o laboratório justificou o ocorrido como erro de exportação do parâmetro e realizou as revisões necessárias"*.

Diante disso, o GTA ressalta a importância da atenção na transposição de dados e informações entre as plataformas, enfatizando a necessidade de garantir a consistência e integridade dos dados ao longo do processo de análise e relato.

No que se refere à amostragem de MPS prevista no ERD02 em setembro de 2023, não foi realizada devido a uma falha no cadastro das amostras no sistema MyLIMS para a referida campanha. Considerando que as coletas para MPS são trimestrais e ocorrem somente em dez (10) pontos, e para

descarga sólida em oito pontos, estas campanhas amostrais devem ser realizadas com o máximo de esmero.

2.5. VALIDADORES

Os validadores V2 e V3 são os que mais apresentaram inconsistências nos resultados do monitoramento ao longo do tempo, principalmente entre fevereiro de 2018 e agosto de 2020, nas regiões contendo água salina e salobra.

No relatório referente ao trimestre julho a setembro de 2022 (4034-00-QAQC-RL-0006-00) aponta o seguinte trecho *“Pelo V3 os dados não apresentaram concentração significativa entre os trechos de monitoramento”*. O GTA ressalta que, quando há notação de significância na comparação de dados, é importante apresentar a análise estatística que levou a essa conclusão.

Além disso, o GTA-PMQQS reitera a importância da calibração regular dos equipamentos de medição de pH e condutividade para assegurar a precisão das leituras. A falta de calibração adequada ou o desgaste nos sensores, isso pode ocasionar leituras incorretas e inconsistentes. Destaca-se também que a coleta de amostras, bem como o uso de recipientes inadequados ou a possibilidade de contaminação cruzada durante o processo de coleta, podem impactar negativamente nos resultados de medições.

É fundamental observar a técnica adequada de manuseio dos equipamentos de medição para evitar erros, pois negligenciar os procedimentos corretos pode levar a leituras imprecisas. Da mesma forma, erros no registro de dados ou no processamento das informações coletadas podem levar a resultados inconsistentes ao longo do tempo. Portanto, a atenção cuidadosa a esses aspectos é crucial para garantir a confiabilidade e a validade das medições realizadas.

2.6. QUALIFICADORES

Os qualificadores identificaram uma quantidade significativa de resultados que estavam fora dos limites estabelecidos pela série histórica do IGAM, destacando a importância desses critérios na detecção de desvios e anomalias dos dados. Particularmente, o Q5 identificou resultados questionáveis e insatisfatórios para determinados parâmetros, evidenciando a importância da avaliação contínua da confiabilidade do laboratório de análises.

2.7. DESCARGA LÍQUIDA

De acordo com os dados e comparações entre o produto da área molhada pela velocidade, observando o número de medições possíveis, as variações presentes devido a presença de fundo móvel foi aceitável nos dez relatórios analisados. Entretanto, é observado no relatório de janeiro a

março de 2023 alguns procedimentos fora do que preconiza a técnica de medição de vazão, como por exemplo, travessias com embarcações com descontinuidade para medição de vazão com o equipamento. Este fato é constatado na estação RDO04, e o relatório não apresenta as devidas justificativas técnicas. Insta informar, que é do nosso conhecimento que as medições foram realizadas no período chuvoso, o que poderia justificar a interrupção da travessia, porém, entendemos que o relatório poderia conter, minimamente, informações como nível/cota.

Os dados apresentados colocaram destaques para as medições nas estações RDO04 e RDO11, além da RCR01 (inclusive já vistoriada para verificação de escolha de melhor sessão).

Ressalta-se que não foi realizado a consistência dos dados apresentados e sim as análises deles com intuito de obter a vazão na sessão do rio no momento da coleta dos dados de qualidade, possibilitando assim, por exemplo, o cálculo da carga orgânica para compor o *hall* de parâmetros propostos para o PMQQS.

2.8. DESCARGA SÓLIDA

Sem solicitação e mesmo com observações elencadas pelo GTA-PMQQS, a Fundação Renova estava de forma errônea calculando a descarga de fundo e apresentando como dado coletado nos relatórios de QAQC. Após diversos apontamento, este deixou de ser realizado, e por fim passaram a entregar como parte integrante do relatório de QAQC para descarga sólida o solicitado pelo GTA-PMQQS. Observado a correção realizada, não há pontos de atenção no tocante a apresentação dos dados. Porém, estes não estão consistidos, sendo necessário primeiro realizar a consistência dos dados de descarga líquida para depois verificar os dados de descarga sólida.

2.9. ESTAÇÕES AUTOMÁTICAS

Observado que a análise dos dados das estações automáticas não ainda não possui metodologia de validação e qualificação, o GTA-PMQQS destaca a importância de documentar os períodos de manutenção preventiva das estações automáticas, além de enfatizar a necessidade de uma vigilância contínua por parte da Fundação Renova sobre essas estações. Essa observação deve estar focada na detecção de eventuais falhas de transmissão de dados, visando garantir a integridade do programa, como é feito atualmente.

3. CONSIDERAÇÕES FINAIS E ENCAMINHAMENTOS

Dentro deste escopo de análise, vale solicitar à Fundação Renova, quando houve troca de equipes e se isto interferiu ao longo do tempo na qualidade/invalidação dos dados, assim como evolução da equipe em detrimento às capacitações realizadas. Ainda, solicita-se que em caso de

ausência de amostragem nas campanhas trimestrais, que a referida coleta ausente seja efetuada no mês seguinte, sem alteração do cronograma para os meses subsequentes.

É fundamental que as equipes de campo estejam plenamente conscientes da importância dos cuidados com as frascarias, amostras, armazenamento e logística durante as atividades de campo. Qualquer intercorrência ou lapsos nesses procedimentos podem comprometer a integridade e confiabilidade dos dados coletados, prejudicando todo o processo de avaliação e tomada de decisão. Portanto, ressalta-se a necessidade imperativa de atenção meticulosa e a inaceitabilidade de falhas ou falta de zelo nesses cuidados. A manipulação cuidadosa das frascarias e amostras, o armazenamento adequado para evitar contaminação ou deterioração, bem como a organização eficiente da logística para garantir o transporte seguro e a preservação das amostras, são aspectos essenciais que não podem ser negligenciados em hipótese alguma. A integridade desses procedimentos é crucial para assegurar a validade dos resultados obtidos e a eficácia das medidas adotadas com base nessas informações.

Uma sugestão eficaz para mitigar os riscos de lapsos e perda de amostras é a implementação de um *checklist* permanente de manuseio, acondicionamento e guarda das amostras. Esse *checklist* detalhará os procedimentos necessários em cada etapa, desde a coleta até o armazenamento final das amostras, garantindo que todos os passos sejam seguidos corretamente e que nenhum detalhe seja negligenciado. Além disso, a aquisição de frascos mais resistentes e adequados e a confecção ou aquisição de caixas adequadas e seguras para o acondicionamento e transporte das amostras é crucial. Essas caixas devem ser projetadas para proteger as amostras contra danos físicos e ambientais, podendo incluir divisórias para evitar o contato entre diferentes tipos de amostras e acolchoamento para absorver impactos durante o transporte. Investir em equipamentos de qualidade e adequados às necessidades específicas do trabalho de campo é fundamental para garantir a preservação da integridade das amostras e a confiabilidade dos resultados obtidos a partir delas.

Equipe Técnica responsável pela elaboração da Nota Técnica:

- Ana Kelly Simões Rocha (IEMA)
- Ana Paula Fernandez (IBAMA)
- Emilia Brito (IEMA)
- Heitor Soares Moreira (IGAM)
- Juliano de Oliveira Barbirato (IEMA)
- Maria Regina Soranna (ICMBio)