

ANEXO 16 – PLANO DE RECUPERAÇÃO AMBIENTAL

APÊNDICE 16.6 - PROGRAMA DE MONITORAMENTO QUALI-QUANTITATIVO SISTEMÁTICO DE ÁGUA E SEDIMENTOS (PMQQS)

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1 - DOCUMENTO-BASE

1.1 - Apresentação

1.2 - Objetivo

1.3 - Legislação, normas e padrões aplicáveis

1.4 - Programa de monitoramento quali-quantitativo sistemático de água e sedimentos - PMQQS

1.4.1 - Contexto do programa

1.4.2 - Pontos de amostragem na bacia do rio Doce

1.4.3 - Pontos de amostragem em estuários e zona costeira

1.4.4 - Estações de monitoramento automático

1.4.5 - Parâmetros a serem monitorados

1.4.6 - Frequência amostral

1.4.7 - Comunicação e gestão de informações

1.4.8 - Duração do PMQQS e revisões periódicas

1.5 - Referências bibliográficas

● CAPÍTULO 2 – PROGRAMA DE GARANTIA E CONTROLE DE QUALIDADE (QA/QC)

2.1 - Apresentação

2.2 - Objetivo

2.3 - Metodologia

2.3.1 - Garantia da qualidade (QA)

2.3.2 - Controle de qualidade (QC)

2.4 - Sistema de gestão de dados

2.5 - Validação e qualificação dos dados

2.6 - Relatórios de avaliação e consistência dos dados

2.7 - Considerações finais

2.8 - Referências bibliográficas

CAPÍTULO 3 - DESCRIÇÃO DOS PROCEDIMENTOS DE AMOSTRAGEM E ANÁLISE

3.1 - Apresentação

3.2 - Procedimentos de amostragem

3.2.1 - Procedimentos gerais de amostragem

3.2.2 - Procedimentos específicos para a amostragem nos rios e lagoas

3.2.3 - Procedimentos específicos para a amostragem na zona costeira e estuarina

3.3 - Procedimentos de análise

3.3.1 - Parâmetros físicos, químicos e bacteriológicos

3.3.2 - Parâmetros biológicos

3.3.3 - Ensaio ecotoxicológicos

3.4 - Referências bibliográficas

LISTA DE QUADROS

Quadro 1-1 - Legislação aplicável ao Programa de monitoramento de qualidade da água e sedimentos.

Quadro 1-2 – Divisão de trechos da bacia do rio Doce.

Quadro 1-3– Pontos de amostragem manual, municípios, coordenadas e descrição para o monitoramento do rio Doce, tributários e lagoas adjacentes na bacia do rio Doce.

Quadro 1-4– Pontos de amostragem, municípios, descrição e coordenadas geográficas do monitoramento da zona costeira e estuários.

Quadro 1-5 - Parâmetros de qualidade de água monitoradas pelas Estações Automáticas TIPO I e II.

Quadro 1-6 - Descrição das estações automáticas dos Tipos I e II.

Quadro 1-7- Parâmetros para monitoramento da qualidade de água superficial nos pontos amostrais indicados para cada ambiente, com as respectivas metodologias analíticas, bem como procedimento de preservação e armazenamento das amostras. Métodos entre parênteses referem-se a abertura da amostra.

Quadro 1-8 - Parâmetros para monitoramento da qualidade de sedimentos nos pontos amostrais, com as respectivas metodologias analíticas indicada para cada ambiente, bem como procedimento de preservação e armazenamento das amostras. Métodos entre parênteses referem-se a abertura da amostra.

Quadro 1-9 - Bioindicadores a serem avaliados no PMQQS.

Quadro 1-10 – Ensaios ecotoxicológicos definidos por ambiente, organismo e métodos.

Quadro 1-11: Ensaios ecotoxicológicos definidos por ambiente, organismo e métodos aplicáveis ao Reservatório de Aimorés.

Quadro 1-12 – Resumo dos pontos amostrais em que são coletadas amostras para ensaios ecotoxicológicos, por profundidade de coleta de água.

Quadro 1-13 – Frequência de amostragem para qualidade de água e sedimento no rio Doce, tributários, lagoas, estuários e zona costeira, considerando a malha amostral da segunda revisão bianual.

Quadro 2-1 – Validadores aplicados ao Banco de Dados.

Quadro 2-2 – Qualificadores aplicados aos resultados validados.

Quadro 3-1 - Faixas de uso para as análises em campo.

Quadro 3-2 – Resumo dos métodos de coleta e análise dos parâmetros avaliados em laboratório.

Quadro 3-3 - Ensaio ecotoxicológicos propostos.

LISTA DE FIGURAS

Figura 2-1 – Fluxograma com as etapas metodológicas adotadas no Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC).

Figura 3-1 - Amostrador indicado de acordo com as características do curso d'água.

CAPÍTULO I

DOCUMENTO-BASE

1.1. Apresentação

Este documento apresenta o Programa de Monitoramento Quali-quantitativo Sistemático de Água e Sedimentos - PMQQS, a ser executado conforme obrigação definida no ANEXO 16 – PLANO DE RECUPERAÇÃO AMBIENTAL deste ACORDO.

O conteúdo das seções deste documento contempla: objetivos; legislação, normas e padrões aplicáveis; e Diretrizes do Programa de Monitoramento Quali-quantitativo Sistemático de Água e Sedimentos, que contemplam também comunicação e gestão de informações, duração do PMQQS e revisões periódicas.

Os procedimentos do protocolo de controle e segurança da qualidade dos resultados (QA/QC) que se aplicam aos procedimentos de amostragem e análise de amostras de água e sedimento são apresentados no **Capítulo II**. Os procedimentos detalhados de amostragem e análise são apresentados no **Capítulo III**.

1.2. Objetivo

O objetivo geral e os objetivos específicos do programa são descritos abaixo:

- Escopo da obrigação de manutenção do monitoramento do PMQQS neste ACORDO: Manter o monitoramento dos pontos, parâmetros e frequência mapeados, de modo a continuar com o desenvolvimento de um banco de dados confiável, de qualidade e quantidade de água e sedimentos, com parâmetros físicos, químicos e biológicos, por 10 (dez) anos a partir da HOMOLOGAÇÃO JUDICIAL deste ACORDO.

1.3. Legislação, normas e padrões aplicáveis

O **Quadro 1-1** apresenta os principais instrumentos legais aplicáveis ao Programa de Monitoramento Quali-quantitativo Sistemático de Água e Sedimentos (PMQQS).

Quadro 1-1 – Legislação aplicável ao Programa de monitoramento de qualidade da água e sedimentos.

DISPOSITIVO LEGAL	DESCRIÇÃO
Resolução CONAMA 357/2005	Dispõe sobre a classificação dos corpos d'água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes e dá outras providências.
Deliberação Normativa Conjunta COPAM/ CERH-MG 08/2022	Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências.
Resolução CONAMA 454/2012	Estabelece as diretrizes gerais e os procedimentos referenciais para o gerenciamento do material a ser dragado em águas sob jurisdição nacional e revoga as Resoluções nº 344 de 2004 e nº 421 de 2010.

Apesar de a Resolução CONAMA 454/2012 ser aplicável para avaliação de sedimentos a serem dragados de corpos d'água, esta resolução será utilizada como referência para avaliar a qualidade do sedimento, uma vez que não existe na legislação brasileira outra norma específica para padrões de qualidade de sedimento no ambiente. Também poderão ser utilizados os valores do marco superior do banco

de dados do Atlas geoquímico da bacia do rio Doce (CPRM, 2016) como referência para avaliação dos resultados de sedimentos em pontos do rio Doce ou outras literaturas disponíveis.

1.4. Programa de monitoramento quali-quantitativo sistemático de água e sedimentos - PMQQS

1.4.1. Contexto do programa

A rede de monitoramento adotada para o PMQQS é basicamente uma rede de tendência, ou seja, é definida em pontos estratégicos para o acompanhamento da evolução da qualidade das águas, a identificação de tendências e o apoio à elaboração de diagnósticos.

Este monitoramento será apresentado em termos de macrolocalização (associada aos objetivos da rede) e microlocalização (envolve a definição do local exato onde será feito o monitoramento). Assim, foram mantidas as subdivisões da bacia do rio Doce em 4 trechos separados entre si pelas Usinas Hidrelétricas (UHEs) Risoleta Neves (Barragem Candonga), Baguari e Aimorés.

1.4.2. Pontos de amostragem na bacia do rio Doce

A malha amostral do PMQQS para o sistema do rio Doce, tributários e lagoas marginais do ESTADO DO ESPÍRITO SANTO, separada por trechos de estudo, é apresentada no **Quadro 1-2**.

Quadro 1-2 – Divisão de trechos da bacia do rio Doce.

TRECHOS	LIMITES DOS TRECHOS	DESCRIÇÃO
01	Mina Samarco até a UHE Risoleta Neves	O primeiro trecho compreende 14 (quatorze) pontos de amostragem, com 3 (três) deles em locais não impactados pelo rompimento da barragem de Fundão. Analisando por rio tem-se: 6 (seis) localizados no rio Gualaxo do Norte, 3 (três) no rio do Carmo, 2 (dois) no córrego Santarém, em vertedouros de barramentos, 1 (um) no rio Piranga e 2 (dois) no rio Doce, sendo um deles no reservatório da UHE Risoleta Neves (Candonga).
02	UHE Risoleta Neves até UHE Baguari	O segundo trecho possui 11 (onze) pontos de amostragem, sendo 05 (cinco) em áreas não impactadas pelo rompimento da barragem de Fundão. Analisando por rio tem-se: 02 (dois) pontos no rio Piracicaba, 01(um) no rio Matipó, 02 (dois) no rio Santo Antônio, e 06 (seis) no rio Doce, sendo um deles no reservatório da UHE Baguari.
03	UHE Baguari até UHE Aimorés	O terceiro trecho é formado por 9 (nove) pontos, sendo 3 (três) em locais não impactados pelo rompimento da Barragem de Fundão. Analisando por rio tem-se: 01 (um) no rio Suaçuí Grande, 1 (um) no rio Caratinga, 1 (um) no rio Manhuaçu e 6 (seis) no rio Doce, sendo um deles no reservatório da UHE Aimorés.
04	UHE Aimorés até a Foz	O quarto trecho é formado por 19 (dezenove) pontos, sendo 6 (seis) no rio Doce, sendo um ponto no reservatório da UHE Mascarenhas, 1 (um) ponto no rio Guandu e outros 12 (doze) pontos em lagoas localizadas nas cidades de Colatina/ES e Linhares/ES. Além de dois pontos no Canal Caboclo Bernardo.

As alterações de malha amostral em relação à terceira revisão bianual do PMQQS foram:

- Pontos adicionados ao Canal Caboclo Bernardo: um no início do canal, próximo à tomada de água do rio Doce (CCB 01) e um no final do canal, a montante da confluência entre o canal e o rio Riacho (CCB 02);
- Não houve supressão de pontos de monitoramento em relação à segunda revisão bianual do PMQQS.

O **Quadro 1-3** apresenta todos os pontos amostrais com suas descrições e posições geográficas, separados por trechos para os rios e lagoas, contendo as alterações citadas.

Quadro 1-3 - Pontos de amostragem manual, municípios, coordenadas e descrição para o monitoramento do rio Doce, tributários e lagoas adjacentes na bacia do rio Doce.

CURSO D'ÁGUA	CÓDIGO	NOME DO PONTO	SITUAÇÃO APÓS 3a. REVISÃO BIANUAL PMQQS	MUNICÍPIO	DESCRIÇÃO DO PONTO DE AMOSTRAGEM	ESTAÇÃO	ESTAÇÃO	COORDENADAS GEOGRÁFICAS	
						DO IGAM COINCIDENTE	DA AGERH COINCIDENTE	LATITUDE	LONGITUDE
Trecho 1 - Mina Samarco até UHE Risoleta Neves (Candonga)									
Córrego Santarém									
	RVD 03	Mariana - Dique S3	Mantido	Mariana/MG	No vertedouro do Dique S3.	-	-	-20,237	-43,4223
	RVD 04	Mariana - Dique S4	Mantido	Mariana/MG	No vertedouro do Dique S4.	-	-	-20,2415	-43,4107
Rio Gualaxo do Norte	RGN 01	Mariana - Gualaxo Norte 01	Mantido	Mariana/MG	Rio Gualaxo do Norte a montante da confluência com o córrego Santarém em local não atingido por rejeito.	-	-	-20,2765	-43,4317
	RGN 02M	Mariana - Gualaxo Norte 02 M	Mantido	Mariana/MG	Rio Gualaxo do Norte em local atingido pelos rejeitos, a montante da confluência com o pequeno córrego localizado próximo ao ponto.	-	-	-20,25175	-43,37572
	RGN 04	Mariana - Gualaxo Norte 04	Mantido	Mariana/MG	Rio Gualaxo do Norte a montante da foz do TG 21.	-	-	-20,2897	-43,26549
	RGN 06	Mariana - Gualaxo Norte 06	Mantido	Mariana/MG	Ponte em Paracatu.	-	-	-20,30353	-43,2493

Rio Gualaxo do Norte	RGN 07M	Barra Longa - Gualaxo Norte 07 M	Mantido	Barra Longa/MG	Entre Barretos e Gesteira. No município de Barra Longa/MG.	-	-	-20,26264	-43,12817
	RGN 08	Barra Longa - Gualaxo Norte 08	Mantido	Barra Longa/MG	Em ponte entre Gesteira e Barra Longa, a cerca de 1,0 km da foz no rio do Carmo.	RD011	-	-20,2861	-43,0658
Rio do Carmo	RCA 01	Barra Longa - Carmo 01	Mantido	Barra Longa/MG	Ponte férrea sobre o rio do Carmo, em Barra Longa (MG) em local não atingido por rejeito.	-	-	-20,34624	-43,11147
	RCA 02	Barra Longa - Carmo 02	Mantido	Barra Longa/MG	Em Barra Longa, após a confluência com o rio Gualaxo do Norte (sobre ponte na saída de Barra Longa).	RD071	-	-20,28208	-43,04434
	RCA 04	Barra Longa - Carmo 04	Excluído	Barra Longa/MG	Rio do Carmo a montante do tributário TC 04.	-	-	-20,26992	-42,99406
Rio do Carmo	RCA 05J	Rio Doce - Carmo 05J	Mantido	Rio Doce/MG	Rio do Carmo, próximo à confluência com Piranga, em local onde o proprietário autoriza a entrada para acesso ao rio. No município de Rio Doce/MG.	-	-	-20,2764	-42,93856
Rio Piranga	RPG 01	Ponte Nova - Piranga 01	Mantido	Ponte Nova/MG	Rio Piranga a jusante de Ponte Nova.	RD013	-	-20,3839	-42,90241
Rio Doce	RDO 01J	Rio Doce - Doce 01J	Mantido	Rio Doce/MG	A montante da UHE Risoleta Neves, 50 m a jusante do ponto excluído RDO 01, em terreno vizinho, cujo proprietário permite o acesso ao rio.	RD072	-	-20,25562	-42,9106
	UHE CAN	Rio Doce - UHE Candonga	Mantido	Rio Doce/MG	A montante do reservatório da UHE Candonga.	-	-	-20,20028	-42,86561

Trecho 2 - UHE Risoleta Neves (Candonga) até UHE Baguari									
Rio Doce	RDO 02J	Rio Doce - Doce 02J	Mantido	Rio Doce/MG	Jusante do vertedouro da barragem UHE Candonga. No distrito de Santana do Deserto.	-	-	-20,20025	-42,83206
	RDO 03	São D. do Prata - Doce 03	Mantido	São Domingos do Prata/MG	Em areal em Sem Peixe, na BR-262.	RD019	-	-20,0144	-42,7446
	RDO 04	Bom J. do Galho - Doce 04	Mantido	Bom Jesus do Galho/MG	Na ponte perdida sobre o rio Doce em área do Parque do IEF	-	-	-19,5542	-42,5214
	RDO 05	Belo Oriente - Doce 05	Mantido	Belo Oriente/MG	No local da travessia da balsa em Cachoeira Escura.	RD033	-	-19,3207	-42,3646
	RDO 06	Periquito - Doce 06	Mantido	Periquito/MG	No distrito de Pedra Corrida.	RD083	-	-19,0956	-42,155
	UHE BAG	Periquito - UHE Baguari	Mantido	Periquito/MG	No reservatório da UHE Baguari.	-	-	-19,02665	-42,12755
Rio Matipó	RMA 01J	Raul Soares - Matipó 01J	Mantido	Raul Soares /MG	Ponto encontra-se 5,5 km a jusante do centro do município de Raul Soares. Em local não atingido por rejeito.	RD021	-	-20,08813	-42,47616
Rio Piracicaba	RPC 02	Mariana - Piracicaba 02	Mantido	Mariana/MG	Ponte da MG-129. Em local não atingido por rejeito.	-	-	-20,1593	-43,4192
	RPC 03J	Ipatinga - Piracicaba 03J	Mantido	Ipatinga/MG	Junto à foz do rio Piracicaba, nas proximidades da localidade de Cariru, no município de Ipatinga/MG. Em local não atingido por rejeito.	-	-	-19,50583	-42,54096

Rio Santo Antônio	RSA 01	Naque - Santo Antônio 01	Mantido	Naque/MG	Areal ao lado da ponte BR-381, em Naque/MG. Em local não atingido por rejeito.	RD039	-	-19,2324	-42,3271
	RSA 01M	Belo Oriente - Santo Antônio 02	Mantido	Belo Oriente/MG	Local de medição de vazão em local não atingido por rejeito.	-	-	-19,18967	-42,4229
Trecho 3 - UHE Baguari até UHE Aimorés									
Rio Doce	RDO 07	G. Valadares - Doce 07	Mantido	Governador Valadares/MG	Ponto entre Baguari e Governador Valadares.	-	-	-18,971744	-42,087895
	RDO 08	G. Valadares - Doce 08	Mantido	Governador Valadares/MG	Ponte na rodovia Rio-Bahia.	RD044	-	-18,88181	-41,95283
Rio Doce	RDO 09	Tumiritinga - Doce 09	Mantido	Tumiritinga/MG	Em Tumiritinga no porto das balsas na margem esquerda do rio.	RD053	-	-18,973194	-41,642006
	RDO 09J	Conselheiro Pena - Doce 09J	Mantido	Conselheiro Pena/MG	Local entre os pontos RDO 09 (29 km jusante) e RDO 10 (35 km montante)	-	-	-19,1492	-41,4764
	RDO 10	Resplendor - Doce 10	Mantido	Resplendor/MG	Na margem direita do rio em Resplendor.	RD059	-	-19,328575	-41,251612
	UHE AIM	Aimorés - UHE Aimorés	Mantido	Aimorés/MG	No reservatório da UHE Aimorés.	-	-	-19,43872	-41,10055
Rio Suaçui Grande	RSG 01	G. Valadares - Suaçui 01	Mantido	Governador Valadares/MG	No rio Suaçui Grande. Em local não atingido por rejeito.	RD089	-	-18,8497	-41,78549

Rio Caratinga	RCR 01	C. Pena - Caratinga 01	Mantido	Conselheiro Pena/MG	Próximo da ETA de Barra do Cuieté. Em local não atingido por rejeito.	RD057	-	-19,063321	-41,532155
Rio Manhuaçu	RMH 01	Aimorés - Manhuaçu 01	Mantido	Aimorés/MG	Localizada no rio Manhuaçu em Aimorés. Em local não atingido por rejeito.	RD065	-	-19,483454	-41,092943
Trecho 4 - UHE Aimorés até a foz									
Rio Guandu	RGU 01	Baixo Guandu - Guandu 01	Excluído	Baixo Guandu/ES	Na ES-165, 15 km a montante de sua foz no rio Doce.	-	-	-19,62278	-41,01521
	RGU 02	Baixo Guandu - Guandu 02	Mantido	Baixo Guandu/ES	Próximo à sua foz no rio Doce, a montante da ponte.	-	-	-19,51572	-41,01183
Rio Doce	UHE MAS	Baixo Guandu - UHE Mascarenhas	Mantido	Baixo Guandu/ES	No reservatório da UHE Mascarenhas.	-	-	-19,50266	-40,93363
	RDO 11	Baixo Guandu - Doce 11	Mantido	Baixo Guandu/ES	Ponte sobre o rio Doce em Baixo Guandu.	-	RDC1C005	-19,5061	-41,01324
	RDO 12	Colatina - Doce 12	Mantido	Colatina/ES	No IFES, em Itapina.	-	RDC1E010	-19,500283	-40,758407
	RDO 14	Colatina - Doce 14	Mantido	Colatina/ES	A jusante de Colatina, ao lado de um areal.	-	-	-19,513103	-40,558373
	RDO 15	Linhares - Doce 15	Mantido	Linhares/ES	Ponte sobre o rio Doce na BR-101 em Linhares.	-	RDC1C025	-19,410117	-40,058965
	RDO 16	Linhares - Doce 16	Mantido	Linhares/ES	Em Regência, no porto.	-	RDC1E030	-19,644419	-39,819295

Canal Caboclo Bernardo	CCB 01	Linhares – Canal Caboclo Bernardo 01	Novo	Linhares/ES	No início do Canal Caboclo Bernardo, próximo à tomada de água do Rio Doce, em Linhares	-	-	-19,503	-39,912
	CCB 02	Aracruz – Canal Caboclo Bernardo 02	Novo	Aracruz/ES	No final do Canal Caboclo Bernardo, a montante da sua confluência com o Rio Riacho, em Aracruz	-	-	-19,700	-40,023
Lagoa do Limão	LLM 01	Colatina - Lagoa do Limão 01	Mantido	Colatina/ES	Na lagoa, próximo ao canal de ligação ao rio Doce.	-	-	-19,552	-40,3751
	LLM 02	Colatina - Lagoa do Limão 02	Excluído	Colatina/ES	Na lagoa, localizada mais ao sul do ponto LLM 1.	-	-	-19,5618	-40,3873
	LLM 03R	Colatina - Lagoa do Limão 03R	Mantido	Colatina/ES	Confluência dos braços superiores.	-	-	-19,55736	-40,37811
Lagoa Nova	LVN 01	Linhares - Lagoa Nova 01	Mantido	Linhares/ES	Na praia, em área utilizada para recreação pela comunidade.	-	-	-19,4169	-40,1548
	LVN 02R	Linhares - Lagoa Nova 02R	Mantido	Linhares/ES	Ponto no meio da lagoa, em local mais profundo.	-	-	-19,401	-40,15759
	LVN 03R	Linhares - Lagoa Nova 03R	Mantido	Linhares/ES	Ponto coincidente ao E19 da cláusula 165.	-	-	-19,38798	-40,16859

Lagoa Juparanã	LJP 01	Linhares - Lagoa Juparanã 01	Mantido	Linhares/ES	Na lagoa, localizados mais ao norte do ponto LJP 2.	-	-	-19,3533	-40,0872
	LJP 02R	Linhares - Lagoa Juparanã 02R	Mantido	Linhares/ES	Ponto em área central da lagoa, com maior largura entre as margens.	-	-	-19,29595	-40,12109
	LJP 03	Linhares - Lagoa Juparanã 03	Mantido	Linhares/ES	Na lagoa, na área norte do corpo d'água.	-	-	-19,2199	-40,1908
Lagoa do Areal	LAL 01	Linhares - Lagoa do Areal 01	Mantido	Linhares/ES	Área sem zona morta ou interferência de lançamento de efluentes	-	-	-19,5855	-39,828
Lagoa do Areão (Pandolfi)	LAO 01R	Linhares - Lagoa do Areão 01R	Mantido	Linhares/ES	Ponto coincidente ao E23 da cláusula 165.	-	-	-19,57162	-39,84318
Lagoa Monsarás	LMN 01	Linhares - Lagoa Monsarás 01	Mantido	Linhares/ES	Próximo ao canal que liga a lagoa ao rio Doce.	-	-	-19,558868	-39,801404
	LMN 02R	Linhares - Lagoa Monsarás 02R	Mantido	Linhares/ES	Ponto no meio da lagoa.	-	-	-19,5541	-39,7711

Nota: O local de medição de vazão (RSA 01 M) e do ponto RSA 01 é coincidente com estação fluviométrica da Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico (ANA) (Naque Velho - código 56825000).

1.4.3. Pontos de amostragem em estuários e zona costeira

A malha amostral da zona costeira e estuarina é composta por 28 (vinte e oito) pontos distribuídos a norte e sul da Foz do rio Doce, a saber:

- Estuários: Corresponde a 14 (quatorze) pontos amostrais localizados em 7 (sete) estuários ao longo da costa central e norte do ESTADO DO ESPÍRITO SANTO, considerando a realocação do ponto do estuário rio Doce, chamado ERD 02, e a inclusão de um ponto no estuário do rio Piraquê Açu, no rio Piraquê Mirim (EPA 03).
- Zona Costeira: Corresponde a 14 pontos amostrais localizados ao longo da isóbata de 10 m (dez metros) na plataforma continental a norte e a sul da Foz do rio Doce, entre os Municípios de Serra e Conceição da Barra, no ESTADO DO ESPÍRITO SANTO.

Os pontos da zona costeira e estuarina são apresentados no **Quadro 1-4**.

Quadro 1-4 – Pontos de amostragem, municípios, descrição e coordenadas geográficas do monitoramento da zona costeira e estuários.

CURSO D'ÁGUA	CÓDIGO DO PONTO	NOME DO PONTO DE AMOSTRAGEM	MUNICÍPIO	SITUAÇÃO APÓS 2a. REVISÃO PMQQS	COORDENADAS GEOGRÁFICAS	
					LATITUDE	LONGITUDE
Estuários	EIT 01	Estuário Itaúnas 01	Conceição da Barra/ES	Mantido	-18,534681	-39,731657
	EIT 02R	Estuário Itaúnas 02R	Conceição da Barra/ES	Mantido	-18,525	-39,732
	ECR 01R	Estuário Cricaré 01R	Conceição da Barra/ES	Mantido	-18,6	-39,731
	ECR 02	Estuário Cricaré 02	Conceição da Barra/ES	Mantido	-18,597237	-39,752879
	EBN 01R	Estuário Barra Nova 01R	São Mateus/ES	Mantido	-18,955	-39,74
	EBN 02R	Estuário Barra Nova 02R	São Mateus/ES	Mantido	-18,86372	-39,75816
	ERI 01	Estuário Rio Ipiranga 01	Linhares/ES	Mantido	-19,102633	-39,721465
	ERI 02R	Estuário Rio Ipiranga 02R	Linhares/ES	Mantido	-19,16318	-39,72239
	ERD 01R	Estuário Rio Doce 01R	Linhares/ES	Excluído (Realocado)	-19,6391	-39,8194
	ERD 02	Estuário Rio Doce 02	Linhares/ES	Ponto adicionado - Realocação do ponto ERD 01R	-19,6518	-39,8197
	ERR 01R	Estuário Rio Riacho 01R	Aracruz/ES	Mantido	-19,787492	-40,054842

	ERR 02	Estuário Rio Riacho 02	Aracruz/ES	Mantido	-19,82503	-40,059012
	EPA 01R	Estuário Piraquê-Açú 01R	Aracruz/ES	Mantido	-19,950567	-40,156586
	EPA 02R	Estuário Piraquê-Açú 02R	Aracruz/ES	Mantido	-19,92863	-40,17543
	EPA 03	Estuário Piraquê-Mirim	Aracruz/ES	Ponto adicionado	A informar	A informar
Zona Costeira	ZCS 01	Refúgio	Aracruz/ES	Mantido	-19,99534	-40,13492
	ZCS 02	Padres	Aracruz/ES	Mantido	-19,94143	-40,11398
	ZCS 03	Barra do Riacho	Aracruz/ES	Mantido	-19,82618	-40,05026
	ZCS 04	Comboios	Aracruz/ES	Mantido	-19,728258	-39,966213
	ZCS 05	Regência	Linhares/ES	Mantido	-19,67695	-39,8812
	ZCS 06	Regência	Linhares/ES	Mantido	-19,66055	-39,82539
	ZCS 07	Jacaraípe	Serra/ES	Mantido	-20,14541	-40,16949
	ZCS 08	Manguinhos	Serra/ES	Mantido	-20,20791	-40,18317
	ZCN 01	Povoação	Linhares/ES	Mantido	-19,58418	-39,77687
	ZCN 02	Vila de Cacimbas	Linhares/ES	Mantido	-19,3712	-39,69029
	ZCN 03	Pontal do Ipiranga	Linhares/ES	Mantido	-19,19572	-39,7012
	ZCN 04	Urussuquara	São Mateus/ES	Mantido	-19,01171	-39,72445

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

	ZCN 05	Guriri	São Mateus/ES	Mantido	-18,72408	-39,74225
	ZCN 06	Itaúnas	Conceição da Barra/ES	Mantido	-18,42006	-39,68565

1.4.4. Estações de monitoramento automático

O PMQQS conta também com uma rede de alerta com monitoramento em tempo real, composto por estrutura fixa no local de medição, onde estão instalados equipamentos para medição de nível d'água, medição contínua de parâmetros de qualidade da água e parâmetros meteorológicos. Foram definidos dois tipos de estações automáticas, a saber:

- Estação TIPO I: estação telemétrica de monitoramento de nível cota do rio, precipitação pluviométrica e temperatura do ar. Em 4 (quatro) pontos das estações TIPO I também há medição de turbidez (RGN 01, RGN 06, RGN 08, RCA 01).
- Estação TIPO II: estação telemétrica de monitoramento de nível cota do rio, precipitação pluviométrica, temperatura do ar e sonda multiparamétrica para medição parâmetros de qualidade de água (temperatura da água, turbidez, pH, oxigênio dissolvido e condutividade). Além desses parâmetros, nas estações RDO 05, RDO 08 e RDO 12 deverão possuir sensor para medição de clorofila-a e ficocianina.

Ressalta-se que os dados de clorofila-a e cianobactérias coletados por meio das estações automáticas são destinados à avaliação qualitativa para identificação de possíveis situações emergenciais e cujos sensores não necessitam de calibração. Portanto, não devem ser comparados com os limites de classe de enquadramento, a fim de evitar interpretações equivocadas dos resultados.

O **Quadro 1-5** resume os parâmetros monitorados e a faixa de medição em cada tipo de estação automática.

Quadro 1-5 - Parâmetros de qualidade de água monitoradas pelas Estações Automáticas TIPO I e II.

PARÂMETRO	FAIXA DE MEDIÇÃO	ESTAÇÃO	
		TIPO I	TIPO II
Temperatura do ar	-5 até 50°C	x	x
Precipitação pluviométrica		x	x
Nível da água		x	x

Clorofila-a	0 até 400 $\mu\text{g.L}^{-1}$		x**
Cianobactérias	0 até 100 $\mu\text{g.L}^{-1}$ (Ficocianina)		x**
Condutividade	0 até 200 mS.cm^{-1}		x
Turbidez	0 até 4.000 NTU	x*	x
Oxigênio dissolvido	0 até 50 mg.L^{-1}		x
Oxigênio dissolvido saturado	0 a 100%		x
pH	0 a 14		x

Nota: Faixas de medição baseadas no equipamento EXO1 e EXO2 (Marca YSI).

* somente em 4 pontos das Estações Tipo I – RGN 01, RGN 06, RGN 08, RCA 01.

** medição somente nas estações RDO 05, RDO 08 e RDO 12.

O **Quadro 1-6** apresenta a descrição das treze estações automáticas do Tipo I e das nove estações automáticas do Tipo II, bem como as suas localizações.

Quadro 1-6 - Descrição das estações automáticas dos Tipos I e II

CÓDIGO NOVO	MEDIÇÃO DE NÍVEL	COORDENADAS GEOGRÁFICAS		LOCALIZAÇÃO
		LATITUDE	LONGITUDE	
Tipo I				
RMA 01	Radar na estrutura da ponte. Fita métrica (retrátil) presa na ponte.	-20,0998	-42,4491	A estação está localizada dentro da cidade de Raul Soares, na parte inferior da cabeceira de ponte que passa pelo rio Matipó.
RDO 07	Sensor de pressão. Réguas linimétricas.	-18,9708	-42,0883	PCD instalada na margem esquerda do rio.
RSG 01	Sensor de pressão. Réguas linimétricas.	-18,84994	-41,784831	PCD instalada na margem esquerda, dentro do terreno do DER-MG.
RDO 09	Sensor de pressão. Réguas linimétricas.	-18,9708	-41,64165	PCD instalada na margem esquerda do rio, no lado oposto a Tumiritinga.
RCR 01	Radar instalado no canal de aproximação da ETA. Réguas linimétricas.	-19,0636	-41,5311	A estação está localizada dentro da estação de tratamento de água da SAAE, em Barra do Cuieté.
RMH 01	Radar na estrutura da ponte. Fita métrica (retrátil) presa na ponte.	-19,4837	-41,0941	PCD está localizada ao lado de uma linha férrea em um terreno particular e sensores na ponte férrea sobre o rio Manhuaçu
RDO 11	Radar na estrutura da ponte. Fita métrica (retrátil) presa na ponte.	-19,506486	-41,013980	A estação está localizada na ponte Jones dos Santos Neves no município de Baixo Guandu/ES.

RDO 14	Radar em poste. Réguas linimétricas.	-19,5106	-40,5549	A estação está localizada dentro de uma área de extração de areia próximo à rodovia ES-248.
RDO 15	Radar na estrutura da ponte. Fita métrica (retrátil) presa na ponte.	-19,4078	-40,0646	A estação está localizada dentro de um espaço público ao lado de uma pista de skate da prefeitura da cidade de Linhares-ES. O sensor de nível radar está localizado a 50 metros da cabeceira da ponte.
Tipo I com turbidez				
RGN 01M	Sensor de pressão a montante da cachoeira. Instalação de réguas linimétricas.	-20,285	-43,47721	A estação está localizada próxima a Rodovia Samarco na MG-129, em Antônio Pereira - Ouro Preto/MG, próximo a uma pequena estrada de terra.
RGN 06	Radar embaixo da ponte. Fita métrica (retrátil) presa na ponte.	-20,3037	-43,2495	A estação está localizada às margens de uma estrada próximo de uma ponte, sendo que o sensor radar está instalado no meio da ponte.
RCA 01	Sensor de pressão. Instalação de réguas linimétricas.	-20,3471	-43,1127	A estação está localizada às margens de uma estrada próximo de uma ponte, em frente a uma pequena fazenda em um terreno particular, 4 Km a jusante da Cidade de Acaiaca/MG
RGN 08	Radar embaixo da ponte. Fita métrica (retrátil) presa na ponte.	-20,2861	-43,0658	A estação está localizada às margens de uma estrada próximo de uma ponte, passando por Gesteira.
Tipo II				
RCA 02M	Radar em poste. Instalação de réguas linimétricas.	-20,28241	-43,04488	PCD está na margem direita, no centro da cidade de Barra Longa-MG, próximo ao campo de futebol do time local.
RDO 01J	Estação realocada do ponto RDO 01 (NT 55). Radar em poste. Instalação de réguas linimétricas.	-20,25597	-42,91041	A estação foi realocada no município de Santa Cruz do Escalvado

RDO 02J	Estação realocada para coincidir com ponto RDO 02J (NT 55). Radar em poste. Instalação de réguas linimétricas.	-20,20025	-42,83206	A estação foi realocada para, aproximadamente, 5 km a jusante do barramento da UHE de Candonga percorridos por estrada local. Na margem esquerda em terreno próxima a igreja católica da Comunidade de Santana do Deserto, município de Rio Doce- MG
RDO 03	Sensor de pressão a montante da cachoeira. Instalação de réguas linimétricas.	-20,0144	-42,7446	Estação localizada no município de São Domingos do Prata, dentro de área de extração de areia.
RDO 04	Radar na estrutura da ponte. Fita métrica (retrátil) presa na ponte.	-19,5542	-42,5214	A PCD está instalada na estrutura da ponte, no Centro de Pesquisa Ponte Perdida do IEF. A sonda de qualidade está instalada em tubo metálico fixado na ponte.
RDO 05*	Radar em poste. Réguas linimétricas.	-19,3207	-42,3646	Estação localizada ao lado do porto da balsa que atravessa o Rio Doce em Cachoeira Escura.
RDO 08*	Radar em poste. Réguas linimétricas.	-18,8833	-41,9505	Estação localizada na margem direita do rio a jusante da ponte sobre o Rio Doce (BR-116), nos fundos da SAAE – ETA Vila Isa.
RDO 12*	Sensor de pressão. Réguas linimétricas.	-19,4993	-40,7587	Estação localizada na margem esquerda do Rio Doce junto à estação de bombeamento do Instituto Federal do Espírito Santo – IFES, no distrito de Itapina, município de Colatina-ES.
RDO 16	Sensor de pressão. Réguas linimétricas	-19,6464	-39,8232	A estação está localizada no porto de Regência-ES, instalada em um dos postes de iluminação do porto e sonda de qualidade instalada em boia 250 metros a montante do porto.

*As estações automáticas RDO 05, RDO 08 e RDO 12 são as únicas que terão sensores específicos para medição de clorofila-a e ficocianina (cianobactéria).

1.4.4.1. Níveis de alerta

Os níveis de alerta serão considerados para alteração da frequência de amostragem dos parâmetros de qualidade de água. Foram estabelecidos níveis de alerta para os parâmetros: turbidez (>1.050 NTU), condutividade elétrica ($>150 \mu\text{S}.\text{cm}^{-1}$) e oxigênio dissolvido ($<3,5 \text{ mg}.\text{L}^{-1}$). Estes níveis de alerta foram determinados, considerando 10% (dez por cento) acima do máximo (mínimo para o oxigênio dissolvido) histórico registrado no Programa Águas de Minas do IGAM para as estações RD033, RD044, RD059 e RD071, excluindo-se os valores monitorados durante o período do ROMPIMENTO. Caso sejam observadas elevações acima dos níveis de alerta em duas ou mais estações automáticas consecutivas com sensor de qualidade de água (i.e., RCA 02, RDO 01J, RDO 03, RDO 04, RDO 05, RDO 08 e RDO 12), durante um período de 5 (cinco) dias consecutivos, a frequência de amostragem dos demais parâmetros de qualidade de água (i.e., parâmetros físicos, químicos e biológicos) deverá ser alterada para semanal nas seguintes estações:

- ESTADO DE MINAS GERAIS: RGN 08, RCA 02, RDO 01J, RDO 03, RDO 05, RDO 06, RDO 07; RDO 08; RDO 09J e RDO 10.
- ESTADO DO ESPÍRITO SANTO: RDO 11, RDO 12, RDO 14 e RDO 15.

Essa frequência semanal para coleta de amostras de água será mantida até que os níveis desses parâmetros retornem a valores inferiores aos níveis de alerta, no caso da turbidez (1.050 NTU) e da condutividade elétrica ($150 \mu\text{S}/\text{cm}$), e acima do nível de alerta do oxigênio dissolvido ($3,5 \text{ mg}/\text{L}$).

1.4.4.2. Manutenção das estações automáticas

Os dados medidos pelas estações automáticas serão armazenados em *datalogger* e enviados via telemetria para um banco de dados, a cada 1h (uma hora).

Nas estações TIPO II e TIPO I com turbidímetro, a frequência de visitas para manutenção das sondas será semanal no período chuvoso (de outubro a março) e quinzenal no período seco (de abril a setembro). Durante essas visitas, a calibração

das sondas será verificada por meio de comparação entre os valores reportados pela sonda instalada e aqueles reportados por uma sonda calibrada. Caso os valores reportados pelas sondas sejam diferentes (maior que 5% do valor medido na sonda padrão), a sonda instalada deve ser substituída por outra sonda calibrada ou por outros sensores calibrados, para garantir a confiabilidade dos dados monitorados. Especificamente para o parâmetro turbidez, deverá ser considerada a discrepância de 20% (vinte por cento) quando os resultados estiverem abaixo de 50 NTU, 10% (dez por cento) para valores entre 50 e 100 NTU e 5% (cinco por cento) para valores acima de 100 NTU. No caso do sensor de clorofila-a, não há necessidade de verificação semanal de erro. Este deverá ser calibrado juntamente com o sensor de turbidez quando a variação deste indicar.

A calibração da sonda ou dos sensores será feita, necessariamente, em local abrigado, sem incidência direta de luz solar e vento sobre os equipamentos e preferencialmente com temperatura estável.

Nas estações TIPO I sem turbidímetro, a frequência de visitas para manutenção dos equipamentos será quadrimestral.

As estações automáticas contarão com intervenções específicas de manutenção corretiva, remota ou presencialmente, sempre que houver interrupção na transmissão dos dados por período superior a 48 (quarenta e oito) horas. O período sem transmissão de dados não ultrapassará 7 (sete) dias. Em casos de eventos extremos e atípicos (grandes cheias, tempestades, danos aos componentes da estação por furto e/ou vandalismo, por exemplo) essa obrigatoriedade fica suspensa.

Caso a ausência de transmissão de dados ou de medição ultrapasse 7 (sete) dias consecutivos, a COMPROMISSÁRIA deverá reportar os esforços feitos para garantir a funcionalidade das estações. Deverá, ainda, fazer uma avaliação com ações necessárias caso a coleta e transmissão de dados seja impedida.

Todas as ocorrências relacionadas a problemas operacionais e manutenção dos equipamentos de medição automática deverão ser registradas, para que possam ser

avaliados quanto ao controle de qualidade dos resultados. Esses registros deverão ser feitos por meio de ofícios ou relatórios técnicos, com a devida justificativa.

1.4.5. Parâmetros a serem monitorados

Neste item são apresentados os parâmetros de qualidade de água e sedimentos avaliados no PMQQS. Os procedimentos de amostragem de água e sedimentos e análise de todos os parâmetros são apresentados no **Capítulo III**. As análises das amostras serão realizadas por laboratórios acreditados nos termos da ABNT NBR-ISO/IEC 17025:2017 junto ao Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO) e seguirão as instruções descritas no **Capítulo III**.

Ressalta-se que os limites de quantificação de cada parâmetro de qualidade de água avaliados deverão ser compatíveis com os padrões de qualidade definidos pela Resolução CONAMA nº 357/2005 e pela Deliberação Normativa Conjunta COPAM/CERH-MG nº 08/2022. Para amostras coletadas em rios e lagoas (com exceção dos pontos localizados na foz do rio Doce - RDO 16 e na lagoa Monsarás, pontos LMN 01 e LMN 02R) deverão considerar o LQ do método de análise compatível com os limites estabelecidos para águas doce classe 2. Os pontos localizados na lagoa Monsarás (LMN 01 e LMN 02R), RDO 16 e aqueles localizados nos estuários deverão considerar o LQ do método compatível com os limites estabelecidos para água salobra classe 1. Pontos localizados na zona costeira deverão apresentar LQ compatível com os limites estabelecidos para águas salinas classe 1. Além disso, os limites de quantificação para as análises de metais em sedimentos serão também compatíveis com os níveis de classificação estabelecidos na Resolução CONAMA nº 454/2012.

O laboratório responsável pelas análises deve emitir laudos individualizados para cada ponto de monitoramento, podendo cada laudo agrupar todos os parâmetros daquele ponto específico.

1.4.5.1. Água

O **Quadro 1-7** apresenta a lista de parâmetros que serão avaliados em campo nos 83 (oitenta e três) pontos de monitoramento de água, localizados nos rios, lagoas, zonas costeiras e estuarinas, descritos nos **itens 1.4.2 - Pontos de amostragem na bacia do rio Doce** e **1.4.3 - Pontos de amostragem em estuários e zona costeira**. Os parâmetros de qualidade da água a serem analisados incluem os físicos e químicos, biológicos, nutrientes, metais dissolvidos e totais.

Os limites de quantificação deverão ser iguais ou inferiores aos limites indicados nas legislações vigentes (CONAMA n. 357/2005 para água doce classe 2 ou água salina/salobra classe 1 e Deliberação Normativa COPAM/CERH-MG n. 08/2022 para água doce classe 2).

Ficaram definidas as técnicas de análises pelas quais os elementos Alumínio (Al), Antimônio (Sb), Arsênio (As), Bário (Ba), Boro (B), Cádmio (Cd), Chumbo (Pb), Cobalto (Co), Cobre (Cu), Cromo (Cr), Estrôncio (Sr), Fósforo (P), Ferro (Fe), Molibdênio (Mo), Manganês (Mn), Níquel (Ni), Selênio (Se), Vanádio (V) e Zinco (Zn), nas amostras de água doce, salobra e salgada deverão ser analisados na fração total e dissolvida, qual sejam: utilizando a metodologia de preparo de amostra EPA 3005A ou EPA 200.8/1994 ou metodologias de preparo acreditadas relacionadas à técnica utilizada, e a metodologia de análise, que deve ser a Espectrometria de massas com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-MS) – EPA 6020A.

Nas análises de Hg para a matriz água, devem ser consideradas técnicas de vapor frio que possuem LQs baixos, de forma a quantificar o elemento e atender a Resolução CONAMA n. 357/2005, ou o Hg poderá ser analisado por técnicas mais atualizadas, visando a redução do LQ.

Quadro 1-7- Parâmetros para monitoramento da qualidade de água superficial nos pontos amostrais indicados para cada ambiente, com as respectivas metodologias analíticas, bem como procedimento de preservação e armazenamento das amostras. Métodos entre parênteses referem-se a abertura da amostra.

PARÂMETRO (unidade)	LOCAL	RECIPIENTE	PRESERVAÇÃO	ARMAZENAMENTO	VALIDADE DA AMOSTRA	MÉTODO
Alcalinidade total (mg CaCO ₃ .L ⁻¹)	Rios, lagoas, zona costeira e estuarina (Todos)	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C	refrigeração entre 2 e 6°C	14 dias	EPA 310.1/SMEWW – 4500 CO ₂ D
Alumínio (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Arsênio	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Especiação de As ⁺³ e As ⁺⁵ (mg.L ⁻¹) (*)	Pontos do Trecho 1 e em RDO 11 e RDO 12	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	FDA 4.11.1
Antimônio (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Bário (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Boro (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Cádmio (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)

Cálcio (mg.L ⁻¹)	Rios e lagoas	P	HNO ₃ , para pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A
Carbono orgânico dissolvido (mg.L ⁻¹)	Todos	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C mais H ₂ SO ₄	-	28 dias	SMEWW – 5310/TOC-B
Carbono orgânico total (mg.L ⁻¹)	Todos	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C, mais H ₂ SO ₄	-	28 dias	SMEWW – 5310/TOC-B
Chumbo (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Cianeto livre (mg.L ⁻¹)	Rios e lagoas	P ou VdA	Refrigeração ≤6°C	refrigeração entre 2 e 6°C	14 dias	ISO14403-2
Cloreto total (mg.L ⁻¹)	Rios e lagoas	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C	refrigeração entre 2 e 6°C	28 dias	EPA 9056A/300.1
Clorofila-a e Feoftina (µg.L ⁻¹)	Todos	VdA	Refrigeração ≤6°C, protegida da luz	refrigeração inferior a 4°C sem filtrar ou -20°C filtradas, proteger da luz	24 horas	SMEWW - 10200H
Cobalto (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005)
Cobre (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Condutividade elétrica (µS.cm ⁻¹)	Todos	<i>in situ</i>				SMEWW - 2510B
Condutividade elétrica – laboratório (µS.cm ⁻¹)	Todos	P ou Vd	-	refrigeração entre 2 e 6°C	7 dias	SMEWW 2510 B
Cor verdadeira	Rios e lagoas	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C	refrigeração entre 2 e 6°C	48 horas	SMEWW – 2120
Cromo (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
DBO _{5, 20} (mg O ₂ .L ⁻¹)	Rios e lagoas	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C	refrigeração entre 2 e 6°C	48 horas	SMEWW - 5210B

Dureza total (mg CaCO ₃ .L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ ou H ₂ SO ₄ para pH <2	-	6 meses	SMEWW - 2340B
<i>Escherichia coli</i> (NMP.100 mL ⁻¹)	Todos	P	Refrigeração ≤6°C	-	24 horas	SMEWW - 9223B
<i>Enterococcus</i>	ZC e estuarina e ponto RDO 16	P	Refrigeração ≤6°C	-	24 horas	SMWW 9230
Ferro (mg.L ⁻¹)	Todos	P	Refrigeração ≤6°C HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A, (EPA 3005A)
Ferro - Especiação Fe ²⁺ (mg.L ⁻¹)	Todos	VdA	2 mL HCl	refrigeração entre 2 e 6°C	24 horas	SMEWW 3500Fe B
Ferro – Especiação Fe ³⁺ (mg.L ⁻¹)	Todos	P	2 mL HCl	refrigeração entre 2 e 6°C	24 horas	SMEWW 3500Fe B

Fosfato (mg.L ⁻¹)	Todos	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C	refrigeração entre 2 e 6°C	28 dias	EPA 9056A/300.1
Fósforo (mg.L ⁻¹)	Todos	P	Refrigeração ≤6°C, H ₂ SO ₄ para pH <2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Magnésio (mg.L ⁻¹)	Rios e lagoas	P	HNO ₃ , para pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Manganês (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Mercúrio (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	-	28 dias	EPA 7470A ou 7470B (vapor frio)
Molibdênio (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Níquel (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Nitrato (mg.L ⁻¹)	Todos	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C	refrigeração entre 2 e 6°C	48 horas	SMWW - 4500NO ₃ -C e E
Nitrito (mg.L ⁻¹)	Todos	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C	refrigeração entre 2 e 6°C	48 horas	SMWW - 4500NO ₂ —B
Nitrogênio amoniacal total (mg.L ⁻¹)	Todos	P ou Vd	-	refrigeração entre 2 e 6°C	28 dias	SMEWW - 4500NH ₃ F
Nitrogênio Kjeldahl total (mg.L ⁻¹)	Todos	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C, H ₂ SO ₄ para pH <2	refrigeração entre 2 e 6°C	28 dias	SMEWW - 4500 Norg
Nitrogênio orgânico (mg.L ⁻¹)	Rios e lagoas	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C, H ₂ SO ₄ para pH <2	refrigeração entre 2 e 6°C	28 dias	SMWW – 4500 Norg
Oxigênio dissolvido (mg.L ⁻¹ e%)	Todos	in situ				SMWW 4500 OG

pH- <i>in situ</i>	Todos	<i>in situ</i>				SMEWW - 4500 H+B
pH-lab (**)	Todos	P	-	refrigeração entre 2 e 6°C	7 dias	EPA 150.1
Polifosfatos (mg.L ⁻¹)	Todos	P ou Vd	-	refrigeração entre 2 e 6°C	48 horas	SMEWW 4500P-C
Potássio dissolvido (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , para pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Potencial Redox (mV)	Todos	<i>in situ</i>				SMEWW 2580 B - POP 112
Profundidade (m)	Todos	<i>in situ</i>				-
Salinidade (PSU)	ZC e estuarina e pontos LMN 02R e RDO 16	<i>in situ</i>				SMWW 2520 B
Selênio (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Sódio dissolvido (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , para pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Sódio total (mg.L ⁻¹)	Rios e lagoas	P	HNO ₃ , para pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Sólidos dissolvidos totais (mg.L ⁻¹)	Todos	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C	refrigeração entre 2 e 6°C	7 dias	SMEWW - 2540C/E
Sólidos sedimentáveis (mL.L ⁻¹)	Rios e lagoas	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C	-	48 horas	SMWW - 2540F
Sólidos suspensos totais (mg.L ⁻¹)	Todos	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C	refrigeração entre 2 e 6°C	7 dias	SMWW - 2540D

Sólidos totais (mg.L ⁻¹)	Rios e lagoas	P ou Vd	-	refrigeração inferior a 4°C sem filtrar ou -20°C filtradas, proteger da luz	7 dias	SMWW - 2540B/E
Sulfato (mg.L ⁻¹)	Todos	P ou Vd	Refrigeração ≤6°C	refrigeração entre 2 e 6°C	28 dias	EPA 4500 SO4 2-E
Sulfeto com H ₂ S não dissociado (mg.L ⁻¹)	Todos	Vd	Refrigeração ≤6°C, NaOH/ZnOAc para pH>9	refrigeração	7 dias	SMWW - 4500S2-D,H
Sulfeto total (mg.L ⁻¹)	Rios e lagoas	V	Refrigeração ≤6°C, NaOH/ZnOAc para pH>9	refrigeração	7 dias	SMWW - 4500S2-D,H
Temperatura ambiente (°C)	Rios e lagoas	in situ				SMWW 2550 B
Temperatura da água (°C)	Todos	in situ				SMEWW 2550 B
Transparência da água (m)	Lagoas	in situ				Profundidade de extinção do disco de Secchi POP 093
Turbidez (NTU)	Todos	in situ				SMWW 2130B
Turbidez – laboratório (NTU)	Todos	Vd	-	refrigeração entre 2 e 6°C	48h	SMEWW 2130 B
Vanádio (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)
Zinco (mg.L ⁻¹)	Todos	P	HNO ₃ , pH < 2	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6020A (EPA 3005A)

Nota: mg.L⁻¹ = miligramas por litro; µS.cm⁻¹ = microSiemens por centímetro; Pt = unidade de cor verdadeira; UV = ultravioleta; NTU = Unidade Nefelométrica de Turbidez; - = não aplicável.

P = plástico; Vd = vidro; VdA = vidro âmbar; ZC = Zona Costeira.

* As coletas e análises de especiação de Arsênio deverão ser realizadas somente nos meses de janeiro (período chuvoso) e agosto ou setembro (período seco).

** A avaliação do pH de laboratório é analisado apenas como um parâmetro de validação dos dados, porém não existe a necessidade de apresentação desses resultados no banco de dados.

Em todos os pontos de coleta serão realizadas medições de campo através de sondas multiparamétricas dos seguintes parâmetros: temperatura da amostra, turbidez, condutividade elétrica, oxigênio dissolvido (mg.L^{-1} e %), pH e potencial redox. Adicionalmente, será mensurada a salinidade nos pontos da zona costeira, estuarina, na Lagoa Monsarás (LMN 01 e LMN 02R) e no ponto RDO 16, conforme **Quadro 1-7**, e a temperatura ambiente deverá ser avaliada por termômetros, em ambientes sombreados, nos pontos de rios e lagoas. Amostras de água serão coletadas para avaliação dos parâmetros pH e condutividade elétrica também em laboratório, para que em seguida sejam utilizados nos critérios de validação.

Em cada ponto localizado no rio Doce e seus tributários serão realizadas medidas da condutividade ao longo da seção transversal da calha do rio. Nos casos em que for observada homogeneidade dos dados (variação de condutividade menor que 10%), uma amostra simples deve ser realizada. Quando a seção transversal apresentar resultados heterogêneos (variação de condutividade maior que 10%), uma amostragem composta deverá ser realizada (ver detalhes em **Capítulo III**). Os resultados dos perfis de condutividade das seções transversais deverão ser divulgados juntamente com os relatórios do Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC - **Capítulo II**).

Nos pontos localizados nas lagoas onde a profundidade for maior que 10 m (dez metros), serão realizadas perfilagens verticais, com medições a cada 1 m (um metro) ao longo de toda a profundidade, dos parâmetros temperatura da água, oxigênio dissolvido, percentual de saturação de OD, pH, condutividade elétrica, turbidez e potencial de oxirredução.

Nas coletas da zona costeira e estuarina (neste último caso, conforme critério de estratificação de condutividade, indicado abaixo) serão realizadas perfilagens verticais a cada 1 m (um metro), utilizando sonda multiparamétrica para medição dos parâmetros salinidade, condutividade elétrica, temperatura da água, profundidade, turbidez e oxigênio dissolvido.

Em estuários cuja profundidade for inferior a 2 m (dois metros), não haverá necessidade de realizar perfilagem e a coleta deverá ocorrer somente na profundidade de 0,5 m (cinquenta centímetros) do fundo (P50). Em estuários com profundidade superior a 2 m (dois metros) deverá ser investigada a variação da condutividade na coluna d'água. Quando a diferença dos resultados de condutividade for superior a $10.000 \mu\text{S}.\text{cm}^{-1}$, a coleta deverá feita na profundidade de 0,15 m (quinze centímetros) abaixo da superfície da água (P15) e a 0,50 m (cinquenta centímetros) acima do fundo (P50). Nesse caso deverá ser feita perfilagem vertical a cada 1 m (um metro). Caso a diferença seja inferior a $10.000 \mu\text{S}.\text{cm}^{-1}$, a coleta deverá acontecer somente na P50 e não haverá necessidade de realizar perfilagem.

1.4.5.2. Sedimento

Os procedimentos para amostragem de sedimentos deverão seguir as recomendações da ANA & CETESB (2012), e ABNT NBR-15469:2015 e podem ser consultados no **Capítulo III**. As amostragens deverão ser realizadas com um coletor do tipo draga, de preferência em áreas de deposição, identificadas pela presença de sedimento siltiloso, argiloso e arenoso mais fino. Para amostragens em pontos da zona costeira e estuarina sugere-se o uso de uma draga que possua janela de inspeção que permita a sub-amostragem de meiofauna sem abrir a draga e desmobilizar o sedimento.

Em trechos de rio e tributários com até 75 (setenta e cinco) metros de largura, será feita amostragem simples a partir de três réplicas, assim como nos ambientes de lagoa. Em pontos localizados nos trechos de rios com largura superior a 75 (setenta e cinco) metros, deve ser realizada a amostragem composta no canal, a partir de duas sub-amostragens (uma em cada margem), com três réplicas em cada margem, ao longo da seção do rio preferencialmente nos locais com depósito de material mais fino. As amostras coletadas serão homogeneizadas e quarteadas previamente à transferência para os frascos.

Os parâmetros analisados nas amostras de sedimento, as unidades de medida e o método para as variáveis medidas em campo e laboratório são apresentados no

Quadro 1-8. Os limites de quantificação dos métodos deverão ser iguais ou inferiores aos limites indicados na Resolução CONAMA n. 454/2012, quando cabível.

Nas matrizes de sedimentos para análise de metais, exceto o elemento Hg, o procedimento de preparo da amostra deve ser na metodologia EPA 3050B ou EPA 3051A. Em relação ao elemento Mercúrio (Hg) nas amostras de sedimento, deve-se seguir o mesmo procedimento utilizado para as amostras de água. A técnica utilizada para análise dos elementos Alumínio (Al), Ferro (Fe), Manganês (Mn), Bário (Ba), Cádmio (Cd), Chumbo (Pb), Cobalto (Co), Cobre (Cu), Cromo (Cr), Estrôncio (Sr), Fósforo (P), Níquel (Ni), Vanádio (V), Titânio (Ti), Silício (Si) e Zinco (Zn) deve ser, preferencialmente, a de Espectrometria de Emissão Óptica com Plasma Indutivamente Acoplado (ICP-OES) – EPA 6010C, visto que as concentrações desses elementos apresentam valores elevados na matriz sedimento.

As análises de especiação de Arsênio III, V e Metilmercúrio devem seguir metodologias de preparo que acompanham a técnica analítica aplicada de forma a eliminar interferências que possam ocorrer. A especiação de arsênio deve ser realizada, preferencialmente, pela técnica de Espectrometria de Massa Indutivamente Acoplado à Cromatografia Líquida de Alta Performance (HPLC-ICP-MS) e para a especiação de Metilmercúrio devem ser consideradas técnicas com baixos limites de quantificação como técnicas de vapor frio ou técnicas melhoradas com LQs menores de forma a quantificar o elemento e atender a legislação em relação ao limite de mercúrio total. Todas as análises granulométricas devem ser realizadas utilizando a metodologia de difração a laser, para as frações de tamanho abaixo da última peneira da série tyler.

Quadro 1-8 - Parâmetros para monitoramento da qualidade de sedimentos nos pontos amostrais, com as respectivas metodologias analíticas indicada para cada ambiente, bem como procedimento de preservação e armazenamento das amostras. Métodos entre parênteses referem-se a abertura da amostra.

PARÂMETRO (unidade)	LOCAL	RECIPIENTE	ARMAZENAMENTO	VALIDADE DA AMOSTRA	MÉTODO
Alumínio* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Antimônio* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Arsênio* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Especiação de As ⁺³ e As ⁺⁵ (mg.L ⁻¹) **	Rios, Lagoas e Estuários	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	Método de plasma indutivamente acoplado / Espectrometria de massa (ICP/MS) /SMWW 3114B
Bário* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Berílio (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Cádmio* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Carbono orgânico total* (%)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C/ausência de luz	28 dias	SMEWW 5310 B
Chumbo* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Cobalto (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Cobre* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Cromo* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Estrôncio (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Fenóis (mg.kg ⁻¹)	Todos	Vd	refrigeração entre 2 e 6°C	14 dias	EPA 8270D
Ferro* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Fósforo total* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Manganês* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Mercúrio* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C, ausência de luz	28 dias	EPA7471A
Molibdênio (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)

Metilmercúrio (µg.kg ⁻¹) **	Rios, Lagoas, Estuários	P	refrigeração entre 2 e 6°C, ausência de luz	28 dias	EPA 3200
Níquel* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Nitrogênio Kjeldahl total* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P ou Vd	refrigeração entre 2 e 6°C	-	EPA 351.3
pH	Todos	in situ			SMWW 4500 H ⁺ B
Potencial de oxi-redução (ORP) (mV)	Todos	in situ			SMWW 2580 B
Sólidos (%)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	SMWW 2540 G
Silício (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6010D (EPA 3051 e 3052)
Teor de Carbonatos (%)	ZC e estuários	P	refrigeração entre 2 e 6°C	14 dias	Suguio (1973)
Teor de umidade (%)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	SMWW 2540 G
Titânio (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA 6010D (EPA 3051 e 3052)
Selênio (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Vanádio* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Zinco* (mg.kg ⁻¹)	Todos	P	refrigeração entre 2 e 6°C	6 meses	EPA6010C (EPA3050B ou EPA3051A)
Distribuição granulométrica (%)	Todos	P	-	-	Difração a laser
PCB-Bifenilas policloradas (µg.kg ⁻¹)	Todos	V	refrigeração entre 2 e 6°C	14 dias	USEPA 8082 A
HPA-Hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (µg.kg ⁻¹)	Todos	V	refrigeração entre 2 e 6°C	14 dias	USEPA 8082 A

Nota: mg.kg⁻¹ = miligramas por quilograma; µg.kg⁻¹ = microgramas por quilograma; mV = milivolts; - = não aplicável; ZC = Zona costeira;

P = plástico; Vd = vidro.

* Método de análise para sedimento e para MPS (Material Particulado em Suspensão).

** Deverão ser analisados somente no testemunho de sedimento.

1.4.5.2.1. Testemunho de sedimentos

Coletas de testemunhos de sedimentos de fundo serão realizadas apenas nos rios, lagoas e estuários, conforme indicado pelo **Quadro 1-8**. A amostragem será feita pela técnica de “Gravity Core” ou “Kajak Core”, seguindo as premissas descritas em ANA

& CETESB (2012) e EPA (2001). Os testemunhos serão fatiados em camadas de 5 cm (cinco centímetros) até a profundidade de 10 cm (dez centímetros) e em camadas de 10 em 10 cm (dez em dez centímetros) até 1 m (um metro). Cada camada será analisada de acordo com os parâmetros estipulados no **Quadro 1-9**, com destaque para os parâmetros Metilmercúrio e especiação de arsênio (As^{+3} e As^{+5}). Maior detalhamento quanto ao procedimento de amostragem de testemunhos de sedimento pode ser visto no **Capítulo III**. Para o metilmercúrio deverá ser considerada técnica de vapor frio para análise.

1.4.5.3. Descarga líquida

As medições de descarga líquida serão mensais e ocorrerão no mesmo dia em que forem realizadas as determinações dos parâmetros de qualidade em campo e a coleta das amostras de água.

As medições de descarga líquida (vazão) deverão ser realizadas pelo método acústico (ADCP - *Acoustic Doppler Current Profiler*) utilizando equipamento e software de aquisição e processamento de dados adequados para as medições confiáveis e que se aproximem ao máximo da realidade de escoamento da seção. As medições serão realizadas em pontos de monitoramento localizados nos rios que atendam aos requisitos hidráulicos específicos, tais como: áreas sem interferência de afluentes e efluentes, trecho retilíneo, características do fundo do rio no trecho (fundo móvel), turbidez, entre outros. Nas situações em que não for possível a medição pelo método acústico, será empregado o método convencional, com molinete. Elevadas concentrações de sólidos em suspensão e/ou baixa profundidade são exemplos de interferências que poderão impossibilitar a utilização do método acústico.

A partir dos dados obtidos ao longo de todo o período de amostragem acumulado, serão geradas curvas-chave para cada ponto amostral, quando possível, e disponibilizadas na planilha geral de dados, de acordo com modelo adotado pela ANA (conforme NT nº 56).

Deverá ser desenvolvida uma metodologia para verificação se a vazão medida no início do período seco está congruente com a curva chave. Após essa avaliação, é possível que a medição de descarga líquida no período seco seja alterada para bimestral.

1.4.5.4. Descarga sólida

Para a determinação de descarga sólida em suspensão serão realizadas amostragens de sedimentos em suspensão para determinação das suas concentrações e para análise granulométrica pelo método de difração a laser. Todas as análises granulométricas devem ser realizadas utilizando a metodologia de difração a laser, para as frações de tamanho abaixo da última peneira da série tyler. Os procedimentos de medição de descarga sólida são apresentados em detalhes no **Capítulo III**.

1.4.5.5. Material particulado em suspensão (MPS)

Nos pontos em que a descarga sólida for avaliada serão realizadas também coleta e análise do Material Particulado em Suspensão (MPS) para os parâmetros marcados (*) no **Quadro 1-8**, considerando-se os métodos de amostragem e análise descritos no **Capítulo III**. Além dos pontos citados acima, a análise de MPS também deverá ser realizada nos pontos RDO 16 e ERD 02 (novo ponto que substituirá o ponto ERD 01R).

1.4.5.6. Bioindicadores (fitoplâncton e fauna bentônica)

Nos pontos localizados em rios, reservatórios e lagoas marginais serão avaliados bioindicadores que incluem fitoplâncton e macroinvertebrados bentônicos. Nos estuários e zona costeira será avaliada a fauna bentônica (meiofauna e macrofauna) (**Quadro 1-9**). O detalhamento da metodologia de amostragem e análise desses bioindicadores é apresentado no **Capítulo III**.

Quadro 1-9 - Bioindicadores a serem avaliados no PMQQS

BIOINDICADOR	AVALIAÇÃO
--------------	-----------

Fitoplâncton – qualitativo e quantitativo (cel.mL ⁻¹)	Avalia a diversidade de organismos fitoplanctônicos através de índices ecológicos e quantifica as espécies presentes, especialmente as cianobactérias que são potencialmente tóxicas.
Macroinvertebrados bentônicos – quantitativo (org.m ⁻²)	Avalia a diversidade de organismos bentônicos através de índices ecológicos, grupos indicadores, espécies exóticas e de interesse sanitário.

1.4.5.7. Ensaios ecotoxicológicos

Em pontos localizados em rios e nas lagoas marginais o monitoramento ecotoxicológico será realizado com organismos padronizados para ambientes dulcícolas. Em rios e reservatórios, as amostragens ocorrerão a 0,30 m (trinta centímetros) da superfície. Para os pontos de lagoas com mais de 3 m (três metros) de profundidade, a coleta de água será feita nas profundidades 1 (0,5 m – cinquenta centímetros – abaixo de superfície) e profundidade 3 (0,5 m – cinquenta centímetros – acima do substrato de fundo). Nos pontos de lagoas com profundidade igual ou inferior a 3 m (três metros), somente será coletada uma amostra de água na profundidade 1 (0,5 m – cinquenta centímetros – abaixo da superfície).

Nos rios e lagoas, quase todos os pontos deverão ter coleta de água e sedimento integral para avaliação ecotoxicológica crônica, exceto em RVD03, RVD04, RGN02M, RGN07M, RCA04 e RCA05J. As análises de elutriato de sedimento deverão ser feitas apenas para os pontos UHE CAN, RDO 02J, RDO 16 e ERD 02. Os pontos UHE CAN e RDO 02J serão submetidos às análises com daphnideos (*Ceriodaphnia spp.* e *Daphnia spp.*). O ponto ERD 02 será submetido às análises com *Echinometra lucunter* e Misidáceo. As análises do ponto RDO 16 irão depender da sua classificação de acordo com o resultado da salinidade: daphnideos caso a água esteja doce ou *Echinometra lucunter* e Misidáceo caso a água esteja salobra.

Os ensaios ecotoxicológicos agudos deverão ocorrer somente nos seguintes pontos de rios: RVD 03, RVD 04, UHE AIM, RGN 06, RGN 08, RCA 02, RDO 01J, RDO 11, RGU 01 e RDO 16. Nas lagoas, os ensaios agudos serão realizados nas lagoas do Limão (LLM 01, LLM 03R), do Areão (LAO 01R) e Monsarás (LMN 01 e LMN 02R).

Nos pontos localizados na zona estuarina a avaliação ecotoxicológica crônica e aguda será realizada com organismos padronizados para estes ambientes, nos pontos da foz do rio Doce (ERD 02), para os ensaios de água (somente na profundidade de 0,50 m – cinquenta centímetros – acima do substrato de fundo - P50) e sedimento integral. Os testes com elutriato de sedimento deverão ser feitos somente no ponto ERD 02, com *Echinometra lucunter* e Misidáceo.

Não serão realizados ensaios ecotoxicológicos para a zona costeira.

A periodicidade de coleta nos pontos RDO 16, LMN 01 e LMN 02R deverá ser a mesma prevista para rios e lagoas. A definição dos organismos para os ensaios crônicos e agudos nesses três pontos vai depender do resultado da salinidade e da classificação da água (doce ou salobra).

Na impossibilidade de realização dos ensaios de toxicidade de sedimentos com *Chironomideos* em ambientes dulcícolas em um laboratório acreditado, será justificável a contratação de um laboratório não acreditado, mas que tenha esse tipo de análise em sua rotina.

A relação dos organismos e o método aplicado para cada ensaio e ambiente estão especificadas no **Quadro 1-10** e **Quadro 1-11**.

O detalhamento de frequência amostral por ponto e tipo de ensaio aplicado está explicado no **item 1.4.6 - Frequência amostral** e de maneira resumida no **Quadro 1-12**.

Quadro 1-10 – Ensaios ecotoxicológicos definidos por ambiente, organismo e métodos.

ENSAIO	ÁGUA		ELUTRIATO DE SEDIMENTO		SEDIMENTO INTEGRAL	
	ORGANISMO	MÉTODO	ORGANISMO	MÉTODO	ORGANISMO	MÉTODO
Ambiente Dulcícola						
CRÔNICO	<i>Chlorophyceae</i> (algas verdes)	ABNT/NBR-12648:2018	<i>Ceriodaphnia</i> spp. (microcrustáceo)	ABNT/NBR-13373:2017	<i>Hyalella</i> spp (Amphipoda)	ABNT:NBR-15470:2013
	<i>Ceriodaphnia</i> spp. (microcrustáceo)	ABNT/NBR-13373:2017			<i>Chironomídeos</i>	CETESBSQ PR/LB 153: ensaio ecotoxicológico com <i>Chironomus sancticaroli</i> – sedimento. Versão 13. São Paulo, 2019b
AGUDO	<i>Daphnia</i> spp. (microcrustáceo)	ABNT/NBR-12713:2016	<i>Daphnia</i> spp. (microcrustáceo)	ABNT/NBR-12713:2016	<i>Hyalella</i> spp (Amphipoda)	ABNT:NBR-15470:2013
					<i>Chironomídeos</i>	CETESBSQ PR/LB 153: ensaio ecotoxicológico com <i>Chironomus sancticaroli</i> – sedimento. Versão 13. São Paulo, 2019b
Ambiente Salobro e Salino						
CRÔNICO	<i>Skeletonema costatum</i> (microalgas)	ABNT/NBR-16181:2013	-x-	-x-	<i>Nitokra</i> sp (microcrustáceo)	Lotufo & Abessa, 2002
	<i>Echinometra lacunter</i> -organismo (ouriço-do-mar)	ABNT/NBR-15350:2020	<i>Echinometra lucunter</i> -organismo (ouriço-do-mar)	ABNT/NBR-15350:2020		

	<i>Echinometra lacunter</i> -teste de fertilização (ouriço-do-mar)	Mastroti, 2002	<i>Echinometra lucunter</i> -teste de fertilização (ouriço-do-mar)	MASTROTI, 2002		
CRÔNICO	<i>Echinometra lacunter</i> -teste com gametas (ouriço-do-mar)	Mastroti, 2002	<i>Echinometra lucunter</i> -teste com gametas (ouriço-do-mar)	MASTROTI, 2002	<i>Nitokra</i> sp (microcrustáceo)	Lotufo & Abessa, 2002
AGUDO	Misidáceo (Crustacea)	ABNT/NBR: 15308:2017	Misidáceo (Crustacea)	ABNT/NBR-15308:2017	<i>Nitokra</i> sp (microcrustáceo)	Lotufo & Abessa, 2002

Quadro 1-11- Ensaios ecotoxicológicos definidos por ambiente, organismo e métodos aplicáveis ao Reservatório de Aimorés

ENSAIO	ÁGUA		ELUTRIATO DE SEDIMENTO		SEDIMENTO INTEGRAL	
	ORGANISMO	MÉTODO	ORGANISMO	MÉTODO	ORGANISMO	MÉTODO
Ambiente Dulcícola						
CRÔNICO	<i>Chlorophyceae</i> (algas verdes)	ABNT/NBR-12648:2018	<i>Ceriodaphnia</i> silvestre (microcrustáceo)	ABNT/NBR-13373:2017	<i>Hyalella</i> spp (Amphipoda)	ABNT/NBR-15470:2021
	<i>Ceriodaphnia</i> silvestre (microcrustáceo)	ABNT/NBR-13373:2017	<i>Hyalella</i> spp. (Amphipoda)	ABNT/NBR-15470:2021	<i>Chironomídeos</i>	CETESBSQ PR/LB 153: ensaio ecotoxicológico com <i>Chironomus sancticaroli</i> – sedimento. Versão 13. São Paulo, 2019b
			<i>Chironomidae</i> sancticaroli	CETESBSQ PR/LB 153: ensaio ecotoxicológico com <i>Chironomus sancticaroli</i> – sedimento. Versão 13. São Paulo, 2019b		
AGUDO	<i>Daphnia</i> spp. (microcrustáceo)	ABNT/NBR-12713:2016	<i>Daphnia</i> spp. (microcrustáceo)	ABNT/NBR-12713:2016	<i>Hyalella</i> spp (Amphipoda)	ABNT:NBR-15470:2013
			<i>Hyalella</i> spp. (Amphipoda)	ABNT/NBR-15470:2021		
			<i>Chironomidae</i> sancticaroli	CETESBSQ PR/LB 153: ensaio ecotoxicológico com <i>Chironomus sancticaroli</i> – sedimento. Versão 13. São Paulo, 2019b	<i>Chironomídeos</i>	CETESBSQ PR/LB 153: ensaio ecotoxicológico com <i>Chironomus sancticaroli</i> – sedimento. Versão 13. São Paulo, 2019b

Quadro 1-12 – Resumo dos pontos amostrais em que são coletadas amostras para ensaios ecotoxicológicos, por profundidade de coleta de água.

ENSAIO/FREQUÊNCIA	PONTOS	PROFUNDIDADE
Crônicos/Trimestral	RGN 01, RGN 04, RGN 06, RGN 08, RCA 01, RPG 01, RCA 02, RDO 01J, RDO 02J*, RDO 03, RDO 04, RDO 05, RDO 06, RDO 07, RDO 08, RDO 09, RDO 09J, RDO 10, RDO 11, RDO 12, RDO 14, RDO 15, RDO 16*, RPC 02, RPC 03J, RMA 01J, RSA 01, RSG 01, RCR 01, RMH 01, RGU 02, UHE CAN*, UHE BAG, UHE AIM, UHE MAS	30 cm abaixo da superfície
Crônicos/Quadrimestral	LLM 01, LLM 03R, LNV 01, LNV 02, RLNV 03R, LJP 01, LJP 02R, LJP 03, LAO 01R, LMN 01, LMN 02R,	50 cm abaixo da superfície (PI) e 50 cm acima do substrato de fundo (PIII)
Crônicos/Trimestral	ERD 02*	50 cm acima do substrato de fundo (P50)
Agudos/Semestral	UHE AIM, RGN 06, RGN 08, RCA 02, RDO 01J, RDO 11, RDO 16*	30 cm abaixo da superfície
Agudos/Quadrimestral	LLM 01, LLM 03R, LAO 01R, LMN 01	50 cm abaixo da superfície (PI) e 50 cm acima do substrato de fundo (PIII)
Agudos/Trimestral	ERD 02*	50 cm acima do substrato de fundo (P50)

*Pontos onde serão realizadas coletas para ensaios ecotoxicológicos de elutriato de sedimentos.

Os procedimentos de amostragem e análise para os ensaios ecotoxicológicos em água e sedimentos dos rios, lagoas, zona costeira e estuários são apresentados no **Capítulo III**.

1.4.6. Frequência amostral

Nos pontos de rios do PMQQS, o monitoramento de água terá frequência mensal e de sedimentos, trimestral. Conforme terceira revisão bianual do PMQQS, os parâmetros biológicos monitorados nos rios deverão ter frequência trimestral, como os organismos fitoplanctônicos e a densidade de cianobactérias. Os organismos bentônicos seguirão a frequência trimestral. Os ensaios ecotoxicológicos crônicos também serão realizados trimestralmente, já os ensaios ecotoxicológicos agudos

terão frequência semestral. Os parâmetros com frequência trimestral devem ser monitorados na mesma campanha amostral.

Nas lagoas e estuários e zona costeira a frequência de coletas para todos os parâmetros amostrados será trimestral. A coleta para todos os parâmetros deverá ser executada de forma simultânea. Nos estuários e na zona costeira as campanhas deverão ocorrer em cada região (norte e sul) no mesmo ciclo de marés, preferencialmente. Essas campanhas também deverão considerar a proximidade dos pontos em zona costeira e seu estuário correspondente, sendo as coletas feitas na mesma sequência. Não serão realizados ensaios ecotoxicológicos para a zona costeira.

Caso aconteçam condições metoceanográficas que prejudiquem o calendário de coletas na zona costeira, é aceitável que o intervalo da correspondência entre estuários e zona costeira seja maior. Porém, é recomendado que se faça em um primeiro momento os pontos de zona costeira sul (ZCS) seguidos pelos pontos de estuários localizados ao sul da foz do rio Doce. E em um segundo momento, os pontos de zona costeira norte (ZCN) seguidos pelos estuários ao norte do rio Doce. Não devem ser dado intervalos entre coletas de zona costeira e estuários de uma mesma região (S/N), no entanto, importante observar que mesmo que as coletas ao sul ou ao norte sejam prejudicadas e possuam um intervalo maior entre elas, devido à condição metoceanográfica desfavorável para coleta na zona costeira, as coletas de um mesmo bloco (zona costeira + estuário) devem ocorrer em um mesmo tipo de maré (quadratura/sizígia). Por fim, a sequência de coleta de estuários deverá seguir a mesma sequência/direção das coletas de zona costeira.

As estações automáticas estão distribuídas ao longo do rio Doce, de alguns de seus formadores e afluentes e terão transmissão de resultados dos parâmetros em tempo real com frequência de 60 (sessenta) minutos.

A amostragem de testemunhos de sedimento (i.e., perfil de 1,0 m) será realizada com frequência anual e essas amostras serão analisadas para os mesmos parâmetros de qualidade de sedimentos, acrescidos do metilmercúrio e da especiação do arsênio.

A frequência do plano de amostragem é apresentada de maneira resumida no **Quadro 1-13**.

Quadro 1-13 – Frequência de amostragem para qualidade de água e sedimento no rio Doce, tributários, lagoas, estuários e zona costeira, considerando a malha amostral da segunda revisão bianual.

Trecho	Curso hídrico	Nome do ponto de monitoramento	Código do ponto	Estação automática tipo i	Estação automática tipo i com turbidez	Estação automática tipo ii	Físico - químico água	Físico-químico sedimento	Físico-químico testemunho	Descarga líquida	Descarga sólida	Mps	Fitoplâncton	Bentos	Ecotoxicológicos água*	Ecotoxicológicos elutriato*	Ecotoxicológicos sedimento**
Trecho 1 - Mina Samarco até a UHE Risoleta Neves	Córrego Santarém																
		Mariana - Dique S3	RVD 03				Mensal										
		Mariana - Dique S4	RVD 04				Mensal										
	Rio Gualaxo do Norte	Mariana - Gualaxo Norte 01	RGN 01 M		60 minutos												
		Mariana - Gualaxo Norte 01	RGN 01				Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - Trimestral	Trimestral	Crônico – Trimestral		Crônico – Trimestral
		Mariana - Gualaxo Norte 02	RGN 02 M				Mensal			Mensal			Fitoplâncton - Trimestral	Trimestral			
		Mariana - Gualaxo Norte 04	RGN 04				Mensal			Mensal			Fitoplâncton - Trimestral	Trimestral	Crônico – Trimestral		Crônico – Trimestral
		Mariana - Gualaxo Norte 06	RGN 06		60 minutos		Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - Trimestral	Trimestral	Crônico – Trimestral, Agudo – Semestral		Crônico – Trimestral, Agudo – Semestral
		Mariana - Gualaxo Norte 07	RGN 07 M				Mensal			Mensal			Fitoplâncton - Trimestral	Trimestral			

	Rio Gualaxo do Norte	Barra Longa - Gualaxo Norte 08	RGN 08		60 minutos		Mensal	Trimestral	Anual	Mensal	Trimestral	Trimestral	Fitoplâncton - Trimestral	Trimestral	Crônico – Trimestral, Agudo – Semestral		Crônico – Trimestral, Agudo – Semestral
	Rio do Carmo	Barra Longa - Carmo 01	RCA 01		60 minutos		Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - Trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Barra Longa - Carmo 02	RCA 02			60 minutos	Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - Trimestral	Trimestral	Crônico – Trimestral, Agudo – Semestral		Crônico – Trimestral, Agudo – Semestral
		Rio Doce - Carmo 05	RCA 05J				Mensal			Mensal			Fitoplâncton - Trimestral	Trimestral			
	Rio Piranga	Ponte Nova - Piranga 01	RPG 01				Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - Trimestral	Trimestral	Crônico – Trimestral		Crônico – Trimestral
	Rio Doce	Rio Doce - Doce 01	RDO 01J			60 minutos	Mensal	Trimestral	Anual	Mensal	Trimestral	Trimestral	Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico – Trimestral, Agudo – Semestral		Crônico – Trimestral, Agudo – Semestral
		Rio Doce - UHE Candonga	UHE CAN				Mensal	Trimestral	Anual				Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico – Trimestral	Crônico - Trimestral	Crônico – Trimestral
	Trecho 02 – UHE Candonga até a UHE Baguari	Rio Doce	Rio Doce - Doce 02	RDO 02J		60 minutos	Mensal	Trimestral	Anual				Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral	Crônico - Trimestral	Crônico - Trimestral
			São Domingos do Prata - Doce 03	RDO 03		60 minutos	Mensal	Trimestral	Anual	Mensal	Trimestral	Trimestral	Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias – trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral

		Bom Jesus do Galho - Doce 04	RDO 04			60 minutos	Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Belo Oriente - Doce 05	RDO 05			60 minutos	Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Periquito - Doce 06	RDO 06				Mensal	Trimestral	Anual	Mensal	Trimestral	Trimestral	Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Periquito - UHE Baguari	UHE BAG				Mensal	Trimestral	Anual				Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Mariana - Piracicaba 02	RPC 02				Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Ipatinga - Piracicaba 03	RPC 03J				Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
	Rio Matipó	Raul Soares - Matipó 01	RMA 01	60 minutos													
		Raul Soares - Matipó 01	RMA 01J				Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
	Rio Santo Antônio	Naque - Santo Antonio 01	RSA 01				Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Belo Oriente - Santo Antonio 02	RSA01 M							Mensal							

Trecho 03 – UHE Baguari até a UHE Aimorés	Rio Doce	Governador Valadares - Doce 07	RDO 07	60 minutos			Mensal	Trimestral	Anual	Mensal	Trimestral	Trimestral	Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
	Rio Doce	Governador Valadares - Doce 08	RDO 08			60 minutos	Mensal	Trimestral					Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias – trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Tumiritinga - Doce 09	RDO 09	60 minutos			Mensal	Trimestral	Anual	Mensal	Trimestral	Trimestral	Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias – trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Conselheiro Pena - Doce 09J	RDO 09J				Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias – trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Resplendor - Doce 10	RDO 10				Mensal	Trimestral	Anual				Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Aimorés - UHE Aimorés	UHE AIM				Mensal	Trimestral	Anual				Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico – Trimestral, Agudo – Semestral	Crônico – Trimestral, Agudo – Semestral	Crônico – Trimestral, Agudo – Semestral
	Rio Suaçui Grande	Governador Valadares - Suacui 01	RSG 01	60 minutos			Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
	Rio Caratinga	Conselheiro Pena - Caratinga 01	RCR 01	60 minutos			Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral

	Rio Manhuaçu	Aimores - Manhuacu 01	RMH 01	60 minutos			Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
Trecho 4 - UHE Aimorés até a Foz	Rio Guandu	Baixo Guandu - Guandu 02	RGU 02				Mensal	Trimestral	Anual				Fitoplâncton - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
	Rio Doce	Baixo Guandu - UHE Mascarenhas	UHE MAS				Mensal	Trimestral	Anual				Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Baixo Guandu - Doce 11	RDO 11	60 minutos			Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral, Agudo - Semestral		Crônico - Trimestral, Agudo - Semestral
	Rio Doce	Colatina - Doce 12	RDO 12			60 minutos	Mensal	Trimestral	Anual	Mensal	Trimestral	Trimestral	Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Colatina - Doce 14	RDO 14	60 minutos			Mensal	Trimestral	Anual	Mensal			Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Linhares - Doce 15	RDO 15	60 minutos			Mensal	Trimestral	Anual	Mensal	Trimestral	Trimestral	Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral		Crônico - Trimestral
		Linhares - Doce 16	RDO 16			60 minutos	Mensal	Trimestral	Anual			Trimestral	Fitoplâncton - trimestral; Cianobactérias - trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral, Agudo - Semestral	Crônico - Trimestral	Crônico - Trimestral, Agudo - Semestral
Trecho 4 - UHE Aimorés até a Foz	Canal Caboclo Bernardo	Linhares - Canal Caboclo Bernardo 01	CCB 01				Mensal	Trimestral	Anual	Mensal	Trimestral	Trimestral	Fitoplâncton - Trimestral	Trimestral	Crônico - Trimestral	Crônico - Trimestral	Crônico - Trimestral

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

		Aracruz - Canal Cabocio Bernardo 02	CCB 02				Mensal	Trimestral	Anual	Mensal	Trimestral	Trimestral	Fitoplâncton - Trimestral	Trimestral	Crônico – Trimestral	Crônico – Trimestral	Crônico – Trimestral
Lagoas	Lagoa do Limão	Colatina - Lagoa do Limao 01	LLM 01				Trimestral	Trimestral	Anual				Trimestral	Trimestral	Agudo e crônico - trimestral		Agudo e crônico - trimestral
		Colatina - Lagoa do Limao 03	LLM 03R				Trimestral	Trimestral	Anual				Trimestral	Trimestral	Agudo e crônico - trimestral		Agudo e crônico - trimestral
Lagoas	Lagoa Nova	Linhares - Lagoa Nova 01	LVN 01				Trimestral	Trimestral	Anual				Trimestral	Trimestral	Agudo - trimestral		Crônico - trimestral
		Linhares - Lagoa Nova 02	LVN 02R				Trimestral	Trimestral	Anual				Trimestral	Trimestral	Agudo - trimestral		Crônico - trimestral
		Linhares - Lagoa Nova 03	LVN 03R				Trimestral	Trimestral	Anual				Trimestral	Trimestral	Agudo - trimestral		Crônico - trimestral
	Lagoa Juparanã	Linhares - Lagoa Juparana 01	LJP 01				Trimestral	Trimestral	Anual				Trimestral	Trimestral	Agudo - trimestral		Crônico - trimestral
		Linhares - Lagoa Juparana 02	LJP 02R				Trimestral	Trimestral	Anual				Trimestral	Trimestral	Agudo - trimestral		Crônico - trimestral

		Linhares - Lagoa Juparana 03	LJP 03				Trimestral	Trimestral	Anual				Trimestral	Trimestral	Agudo - trimestral		Crônico - trimestral
	Lagoa do Areão	Linhares - Lagoa do Areao 01	LAO 01R				Trimestral	Trimestral	Anual				Trimestral	Trimestral	Agudo e crônico - trimestral		Agudo e crônico - trimestral
	Lagoa do Areal	Linhares - Lagoa do Areal 01	LAL 01				Trimestral	Trimestral	Anual				Trimestral	Trimestral	Agudo - trimestral		Crônico - trimestral
	Lagoa Monsarás	Linhares - Lagoa Monsarás 01	LMN 01				Trimestral	Trimestral	Anual				Trimestral	Trimestral	Agudo e crônico - trimestral		Agudo e crônico - trimestral
		Linhares - Lagoa Monsarás 02	LMN 02R				Trimestral	Trimestral	Anual				Trimestral	Trimestral	Agudo e crônico - trimestral		Agudo e crônico - trimestral
Estuários	Estuários	Conceição da Barra - Estuário Itaúnas 01	EIT 01				Trimestral	Trimestral	Anual					Trimestral			
		Conceição da Barra - Estuário Itaúnas 02	EIT 02R				Trimestral	Trimestral	Anual					Trimestral			
		Conceição da Barra - Estuário Cricaré 01	ECR 01R				Trimestral	Trimestral	Anual					Trimestral			
		Conceição da Barra - Estuário Cricaré 02	ECR 02				Trimestral	Trimestral	Anual					Trimestral			
		São Mateus - Estuário Barra Nova 01	EBN 01R				Trimestral	Trimestral	Anual					Trimestral			

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

		São Mateus - Estuário Barra Nova 02	EBN 02R				Trimestral	Trimestral	Anual					Trimestral			
		Linhares - Estuário Rio Ipiranga 01	ERI 01				Trimestral	Trimestral	Anual					Trimestral			
		Linhares - Estuário Rio Ipiranga 02	ERI 02R				Trimestral	Trimestral	Anual					Trimestral			
		Linhares - Estuário Rio Doce 02	ERD 02				Trimestral	Trimestral	Anual			Trimestral		Trimestral	Agudo e crônico - Trimestral	Agudo e crônico - Trimestral	Agudo e crônico - Trimestral
		Aracruz - Estuário Rio Riacho 01	ERR 01R				Trimestral	Trimestral	Anual					Trimestral			
		Aracruz - Estuário Rio Riacho 02	ERR 02				Trimestral	Trimestral	Anual					Trimestral			
		Aracruz - Estuário Piraque-Acu 01	EPA 01R				Trimestral	Trimestral	Anual					Trimestral			
		Aracruz - Estuário Piraque-Acu 02	EPA 02R				Trimestral	Trimestral	Anual					Trimestral			
Região Costeira e estuarina	Zona Costeira	Aracruz - Refúgio	ZCS 01				Trimestral	Trimestral						Trimestral			
		Aracruz - Padres	ZCS 02				Trimestral	Trimestral						Trimestral			
		Aracruz - Barra do Riacho	ZCS 03				Trimestral	Trimestral						Trimestral			
		Aracruz - Comboios	ZCS 04				Trimestral	Trimestral						Trimestral			
		Linhares - Regência 01	ZCS 05				Trimestral	Trimestral						Trimestral			
		Linhares - Regência 02	ZCS 06				Trimestral	Trimestral						Trimestral			

		Serra - Jacaraípe	ZCS 07				Trime stral	Trimestr al						Trimestral			
		Serra - Manguinhos	ZCS 08				Trime stral	Trimestr al						Trimestral			
Trecho 4 - UHE Aimorés até a Foz	Zona Costeira	Linhares - Povoação	ZCN 01				Trime stral	Trimestr al						Trimestral			
		Linhares - Vila de Cacimbas	ZCN 02				Trime stral	Trimestr al						Trimestral			
		Linhares - Pontal do Ipiranga	ZCN 03				Trime stral	Trimestr al						Trimestral			
		São Mateus - Urussuquara	ZCN 04				Trime stral	Trimestr al						Trimestral			
		São Mateus - Guriri	ZCN 05				Trime stral	Trimestr al						Trimestral			
		Conceição da Barra - Itaúnas	ZCN 06				Trime stral	Trimestr al						Trimestral			

* Não serão realizados ensaios ecotoxicológicos para a zona costeira.

1.4.7. Comunicação e gestão de informações

1.4.7.1. Documentação de campo

Os formulários de cadeia de custódia, as fichas e os relatórios de campo devem ser utilizados para relatar as condições de campo identificadas no momento da coleta, registro dos resultados das análises de campo, além de rastrear o transporte das amostras até o laboratório. Os procedimentos de amostragem serão registrados de maneira sistemática em formulários específicos (fichas de campo), preenchidos no momento da amostragem. As fichas devem ser elaboradas por matriz e por ponto de amostragem, contendo, no mínimo: registros das observações sobre as condições de amostragem, equipamentos utilizados, as não conformidades ou anomalias verificadas durante o processo de amostragem, frascos e preservantes utilizados e resultados dos parâmetros físicos e químicos medidos *in situ*. As fichas de campo devem ser validadas pelos fiscais de campo.

As amostras serão entregues ao laboratório respeitando as condições de preservação da amostra recomendadas para cada parâmetro e os prazos mínimos de validade de cada uma das amostras (**Capítulo III**), devidamente identificadas e acompanhadas das cadeias de custódias ou fichas de campo corretamente preenchidas, conforme apresentado no **Capítulo II**.

1.4.7.2. Gestão de Informações no Laboratório

A partir do recebimento das amostras no laboratório, as mesmas devem ser submetidas às respectivas análises conforme descreve o **Capítulo III**.

Todos os resultados das análises de campo e de laboratório serão fornecidos em laudos analíticos em PDF e arquivos com extensão “.CSV”, assim como detalhado no **Capítulo II**.

Todos os laudos originais de análises laboratoriais, atestados por profissional habilitado junto ao Conselho Regional de Química (CRQ) ou ao Conselho Regional

de Biologia (CRBio), bem como as memórias dos cálculos analíticos, devem ser arquivados pelo laboratório durante 05 (cinco) anos, de maneira acessível para eventuais avaliações técnicas dos órgãos competentes.

1.4.7.3. Comunicação dos Dados

Os dados medidos pelas estações automáticas TIPO I e TIPO II são transmitidos via rede de telefonia celular 3G, 4G ou via satélite (*General Packet Radio Services – GPRS*), a depender da disponibilidade de sinal na localidade, em intervalos de 60 (sessenta) minutos. Os dados medidos pelas estações são então armazenados localmente em *dataloggers* e enviados pela internet para um banco de dados brutos acessível via portal web com acesso mediante apresentação de usuário e senha, distribuídos aos órgãos ANA, IGAM, IEMA, IBAMA, ICMBio e AGERH.

O processo de gestão de dados implementado como parte dos procedimentos de QA/QC deverá ser feito por um sistema de banco de dados que receberá os dados das estações automáticas e das coletas manuais. Os dados das coletas manuais reportados pelos laboratórios no arquivo PDF devem ser digitalizados sem interferência humana para arquivos no formato CSV. Um processo de conferência manual faz parte do fluxo de trabalho do banco de dados. Após todas as etapas, os resultados do arquivo CSV são importados para um banco de dados e ficam disponibilizados aos órgãos ambientais e demais entidades cujo usuário e senha são disponibilizados pela COMPROMISSÁRIA.

Após a importação com êxito dos dados para um banco de dados serão aplicados validadores e qualificadores aos dados. A conferência dos dados validados e qualificados é realizada através da elaboração de planilhas eletrônicas com escopo definido de QA/QC, conforme descrito no **Capítulo II**. A partir da finalização dos protocolos de garantia e controle de qualidade, o banco de dados é disponibilizado na plataforma on-line do PMQQS (www.monitoramentoriodoce.org).

Para os dados das estações automáticas, sempre que um alerta permaneça pelo período superior a 3 (três) horas, os seguintes atores deverão ser cientificados das violações via e-mail: GOVERNANÇA, prestadores de serviços responsáveis pelo abastecimento público municipal da localidade em que estiver a estação; defesas civis municipais e estaduais da localidade em que estiver a estação; órgãos de meio ambiente e gestão de recursos hídricos estaduais da localidade em que estiver a estação e federais. Para os responsáveis pela operação dos sistemas de abastecimento, os alertas deverão ser encaminhados também para os celulares, por *Short Message Service* (SMS), além dos e-mails.

1.4.7.4. Análise e divulgação dos resultados

O banco de dados contendo os resultados validados e qualificados (**Capítulo II**) será apresentado em relatórios de QA/QC, com frequência trimestral, de forma a garantir a qualidade dos dados gerados, ficando a análise sobre a qualidade da água na bacia do rio Doce e eventuais correlações com usos de recursos hídricos de atribuição dos órgãos competentes.

O encaminhamento à GOVERNANÇA do relatório de QA/QC trimestral, contendo os resultados validados dos parâmetros físicos, químicos, biológicos e ecotoxicológicos, deve ser feito em até 90 (noventa) dias corridos após o último dia da coleta do terceiro mês do trimestre.

1.4.7.5. Portal Monitoramento Rio Doce

Será mantida a atualização dos dados do PMQQS através do Portal Monitoramento Rio Doce, que contém os dados gerados pelo programa para amplo acesso ao público (www.monitoramentoriodoce.org). Esta plataforma agrega os dados brutos/validados gerados, com a possibilidade de visualização gráfica dos principais parâmetros da qualidade da água e sedimentos, bem como de índices de qualidade da água, e a possibilidade de download de toda a base de dados do PMQQS, tanto das coletas convencionais quanto das estações automáticas. Esta plataforma possui uma linguagem clara e acessível para os usuários com diferentes formações e necessidades de informação, bem como para tomadores de decisão e gestores de recursos hídricos. Também apresenta a equipe multidisciplinar envolvida no programa e algumas ações dele, além de conter links para assuntos e organizações correlatas ao monitoramento e sites relacionados.

Esta plataforma possui um “fale conosco” para receber reclamações, sugestões e dúvidas, de forma a permitir a elaboração de estatísticas relativa aos usuários e melhoria do conteúdo.

1.4.8. Duração do PMQQS e revisões periódicas

O programa de monitoramento implementado deverá ser revisto pela GOVERNANÇA a cada 02 (dois) anos para eventual redução dos pontos de coleta e periodicidade, a partir de proposta da COMPROMISSÁRIA. O monitoramento será encerrado pela COMPROMISSÁRIA quando alcançado o prazo de 10 (dez) anos da HOMOLOGAÇÃO JUDICIAL deste ACORDO. O encerramento da obrigação se dará mediante entrega dos resultados do último ciclo à GOVERNANÇA, não havendo etapa de avaliação dos dados pela GOVERNANÇA para fins desse encerramento e da respectiva quitação da obrigação.

1.5. Referências bibliográficas

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA). **Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater**, 23rd Edition. Washington, DC, USA. 2017.

ANA, CETESB. Agência Nacional de Águas, Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. Guia nacional de coleta de preservação de amostras: água, sedimento, comunidades aquáticas e efluentes líquidos. Brasília, DF: ANA, São Paulo: CETESB, 2012.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA (ABNT). **NBR-15.469:2015**. Ecotoxicologia - Coleta, preservação e preparo de amostras. 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR-9.898:1987**. Preservação e técnicas de amostragem de efluentes líquidos e corpos receptores. 1987.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (ABNT). **NBR-ISO/IEC 17025:2017**. Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. 2017.

CPRM - Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais. Monitoramento especial da bacia do rio Doce. **Relatório 04: Hidrometria, sedimentometria e qualidade da água nas estações fluviométricas da RHN após a ruptura da barragem de rejeito quarta campanha de campo**. Belo Horizonte/MG, 2016.

MASTROTI, R. Testes de toxicidade com gametas de ouriço do mar (fertilização). In: Nascimento, I.A., Souza, E.C.P.M., Nipper, M.G. Métodos em ecotoxicologia Marinha: aplicações no Brasil, artes gráficas e Indústria Ltda. São Paulo, 515. p.162. 2002.

ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY OF IRELAND (EPA). **Parameters of water quality: interpretation and standards**. Ireland, 2001. Disponível em: https://www.epa.ie/pubs/advice/water/quality/Water_Quality.pdf

MINAS GERAIS. CONSELHO ESTADUAL DE POLÍTICA AMBIENTAL (COPAM). **Deliberação Normativa Conjunta COPAM/CERH nº 08/2022** – Conselho Estadual de Política Ambiental (COPAM), Conselho Estadual de Recursos Hídricos do Estado de Minas Gerais (CERH-MG). Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências. Minas Gerais, 2022.

MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. **Resolução CONAMA 357/2005**. Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências, 2005.

MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. **Resolução CONAMA 454/2012**. Estabelece as diretrizes gerais e os procedimentos referenciais para o gerenciamento do material a ser dragado em águas sob jurisdição nacional, 2012.

RENOVA, 2018. Fundação Renova. Disponível em:
<http://www.fundacaorenova.org/manejo-de-rejeitos/>

SUGUIO, K. Introdução à sedimentologia. São Paulo. Ed. Edgard Blucher. EDUSP, 317 p. 1973.

TEIXEIRA, P. C., DONAGEMMA, G. K., FONTANA, A., & TEIXEIRA, W. G. Manual de métodos de análise de solo. Revista e Ampliada. 3. ed. Brasília, DF: Embrapa Solos. Rio de Janeiro, Embrapa. 573p. 2017

CAPÍTULO II

PROGRAMA DE GARANTIA E CONTROLE DE QUALIDADE (QA/QC)

2.1. Apresentação

Neste capítulo é apresentado o Programa de Garantia e Controle da Qualidade (QA/QC) adotado pelo Programa de Monitoramento Quali-quantitativo Sistemático de

Água e Sedimentos (PMQQS), seguindo os procedimentos adotados por organismos de referência e orientações contidas na 3ª revisão bianual do PMQQS.

2.1. Objetivo

Este programa de QA/QC tem como objetivo assegurar e garantir a precisão e acurácia dos resultados obtidos no âmbito do PMQQS, assim como garantir a integridade do banco de dados. Para isso, este programa fornece diretrizes gerais de garantia e controle de qualidade a serem observadas nos procedimentos de amostragem, preparação de amostras, medições de campo e análises químicas, cuja descrição é apresentada no **Capítulo III**, bem como informações sobre a gestão das informações geradas nesse processo e a divulgação dos dados.

2.3. Metodologia

As seguintes referências padrões devem ser utilizadas para validar os resultados das análises de laboratório:

- ANA e CETESB (2011): Guia nacional de coleta e preservação de amostras: água, sedimento, comunidades aquáticas e efluentes líquidos / Companhia Ambiental do Estado de São Paulo; Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico; Organizadores: Renan Lourenço de O. Silva ... [et al.] . – 2. ed. – São Paulo: CETESB; Brasília: ANA, 2023. 456 p.
- ABNT NBR-ISO/IEC 17025:2017 (ABNT, 2017a) - estabelece requisitos gerais para a competência de laboratórios em realizar ensaios e/ou calibrações, incluindo amostragem.
- DOQ-CGCRE-008/2011 (INMETRO, 2011) - compreende orientações sobre validação de métodos analíticos. Assegura que os laboratórios possuem características necessárias à obtenção de resultados com a qualidade exigida, pela validação dos métodos.
- ABNT NBR 16181:2013 (ABNT, 2013) - Ecotoxicologia aquática – Toxicidade crônica – Método de ensaio com microalgas marinhas.

-
- ABNT NBR 16435:2015 (ABNT 2015a) - estipula procedimentos para avaliar a qualidade de controle amostragem para fins de investigação de áreas contaminadas.
 - ABNT NBR 15.469:2015 (ABNT, 2015b) - Ecotoxicologia - Coleta, preservação e preparo de amostras.
 - ABNT NBR 12713:2016 (ABNT, 2016) - Ecotoxicologia aquática – Toxicidade aguda – Método de ensaio com *Daphnia* spp. (Crustacea, Cladocera); ABNT NBR 13373:2017 (ABNT, 2017b) - método de ensaio para avaliação da toxicidade crônica para *Ceriodaphnia dubia*.
 - ABNT NBR 13373:2017 (ABNT, 2017b) - método de ensaio para avaliação da toxicidade crônica para *Ceriodaphnia dubia*.
 - ABNT NBR 15308:2017 (ABNT, 2017c) - Ecotoxicologia aquática – Toxicidade aguda – Método de ensaio com misídeos (Crustacea).
 - ABNT NBR 12648:2018 (ABNT, 2018): método para avaliação da toxicidade crônica de amostras líquidas e substâncias químicas solúveis ou dispersas em água para as microalgas *Chlorella vulgaris*, *Desmodesmus subspicatus*, *Monoraphidium dybowskii*, *Raphidocelis subcapitata* (sinonímia *Pseudokirchneriella subcapitata*) e outras algas verdes unicelulares.
 - ABNT NBR 15350:2020 (ABNT, 2020) - Ecotoxicologia aquática – Toxicidade crônica de curta duração – método de ensaio com ouriço-do-mar (Echinodermata: Echinoidea).
 - ABNT NBR 15470:2021 (ABNT, 2021) - Ecotoxicologia aquática – Toxicidade aguda e crônica – Método de ensaio com *Hyalella* spp. (Amphipoda) em sedimentos.
 - USEPA-540-R-2017-001 (USEPA 2017) – National functional guidelines for inorganic superfund methods data review: descreve o programa de controle de qualidade (QA/QC) para análise de componentes inorgânicos pela U.S. Environmental Protection Agency (USEPA).

-
- USEPA-540-R-2017-002 (USEPA 2017) – National functional guidelines for organic superfund methods data review: descreve o programa de controle de qualidade (QA/QC) para análise de compostos orgânicos pela U.S. Environmental Protection Agency (USEPA).

2.3.1. Garantia da qualidade (QA)

A garantia da qualidade (QA) no processo de amostragem e análises laboratoriais é assegurada considerando:

- Contratação de laboratório acreditado pela NBR-ISO 17025 para os parâmetros que serão analisados no PMQQS. Quando as análises não são rotineiras nos laboratórios analíticos nacionais e ele não possui a certificação pelo INMETRO, este deverá prioritariamente subcontratar a análise com algum laboratório que possua a certificação, ou ao menos, possuir certificação que o qualifique para a respectiva análise, com uma justificativa técnica.
- Capacitação técnica da equipe responsável pelo monitoramento de água e sedimento, incluindo rotina de treinamentos a cada dois anos ou quando houver mudança de contrato.
- Participação rotineira dos laboratórios contratados e subcontratados em ensaios de proficiência (interlaboratoriais). Caso os resultados de participação não sejam positivos, o laboratório tem por obrigação melhorar a qualidade dos ensaios e participar de outro interlaboratorial para a mesma análise.
- Requisitos para os equipamentos de medição em campo nas campanhas de amostragem manual:

-
- ▶ Verificação ou ajuste: operação destinada a fazer com que um instrumento de medição tenha desempenho compatível com o seu uso. O ajuste será realizado diariamente antes de cada campanha de amostragem, com materiais de referência rastreáveis produzidos por laboratório acreditado pelo INMETRO e que possuam certificados de calibração válidos, em local abrigado, sem incidência direta de luz solar e vento sobre os equipamentos e preferencialmente com temperatura estável. Os registros dessa verificação deverão estar disponíveis nos relatórios de campo ou em relatórios adicionais.
 - ▶ Descontaminação dos equipamentos e instrumentos de coleta a cada ponto amostral. Os materiais de coleta deverão ser descartáveis, fabricados em material de polietileno (PE ou PEAD) ou polipropileno (PP). É vedada a utilização de polietileno de baixa densidade-PEBD, poliestireno-PS ou poliestireno expandido-PES, exceto para os sacos de coleta dos organismos bentônicos. Caso não seja possível a utilização de materiais descartáveis, deverão passar pela mesma rotina de descontaminação dos equipamentos, a fim de evitar contaminação cruzada. O procedimento mínimo para a limpeza de equipamentos e instrumentos de campo não descartáveis (garrafas, baldes, colheres e bandejas de inox) será: lavagem com detergente não fosfatado e posterior enxágue com água de boa qualidade (mineral ou deionizada). Esses instrumentos deverão ser substituídos em frequência a ser avaliada ou caso apresente evidências de contaminação (manchas, incrustações, sujeira aparente não removida com o processo de limpeza). Para as sondas multiparâmetros e demais equipamentos de medição, a limpeza deverá ocorrer conforme orientações do fabricante.
 - Não será permitido fumar ou o consumir alimentos ou bebidas durante a amostragem, a fim de evitar quaisquer outras fontes de contaminação das amostras.
 - A amostragem deve seguir a seguinte ordem: microbiológicos → amostras que não podem sofrer aeração → análises químicas (exceto metais) → metais dissolvidos → metais totais → ecotoxicológicos → comunidades biológicas.

-
- Requisitos para os equipamentos de medição automáticos das Estações Telemétricas:
 - ▶ Nas estações TIPO II e TIPO I com turbidímetro, a frequência de visitas para manutenção das sondas será semanal no período chuvoso (de outubro a março) e quinzenal no período seco (de abril a setembro). Durante essas visitas, a calibração das sondas será verificada por meio de comparação entre os valores reportados pela sonda instalada e aqueles reportados por uma sonda calibrada. Caso os valores reportados pelas sondas sejam diferentes (maior que 5% do valor medido na sonda padrão), a sonda instalada deve ser substituída por outra sonda calibrada ou por outros sensores calibrados, para garantir a confiabilidade dos dados monitorados. Especificamente para o parâmetro turbidez, deverá ser considerada a discrepância de 5% (cinco por cento) apenas quando estiver acima de 100 NTU, de 20% (vinte por cento) para valores até 50 NTU e 10% (dez por cento) para valores entre 50 e 100 NTU. A calibração da sonda ou dos sensores será feita, necessariamente, em local abrigado, sem incidência direta da luz solar e vento sobre os equipamentos e preferencialmente com temperatura estável. No caso do sensor de clorofila-a, não há necessidade de verificação semanal de erro. Este deverá ser calibrado juntamente com o sensor de turbidez quando a variação deste indicar.
 - ▶ Nas Estações TIPO I sem turbidímetro, a frequência de visitas para manutenção dos equipamentos será trimestral.
 - ▶ As estações automáticas contarão com intervenções de forma remota ou presencial específicas de manutenção corretiva sempre que houver interrupção na transmissão dos dados por período superior a 48 (quarenta e oito) horas. O período sem transmissão de dados não ultrapassará 7 dias.
 - ▶ Em caso de eventos extremos e atípicos (enchentes, tempestades, danos aos componentes da estação por furto e/ou vandalismos, por exemplo), a obrigatoriedade de transmissão dos dados ficará suspensa, desde que com justificativa.
 - ▶ Todas as operações de manutenção ou ocorrências com as estações automáticas deverão ser registradas para acompanhamento e avaliação.
-

2.3.2. Controle de qualidade (QC)

O controle de qualidade (QC) se refere às técnicas internas usadas para medir e avaliar a qualidade dos dados. São coletadas amostras específicas para fins de QC (brancos diversos e duplicatas de amostras), as quais serão utilizadas para detectar e reduzir erros sistemáticos e aleatórios que possam ocorrer durante os procedimentos de laboratório e de amostragem no campo.

2.3.2.1. Controle de qualidade de campo

Abaixo são descritos os requisitos para o controle de qualidade da amostragem de água superficial e sedimento. Todas as descrições de brancos foram retiradas integralmente do Guia Nacional de Coletas e Preservação de Amostras (ANA, CETESB, 2011):

- Branco de campo e de viagem: O branco de campo é usado para a verificação de contaminações ambientais que podem ser adicionadas às amostras durante os procedimentos de coleta. O branco de viagem verifica a ocorrência de contaminação durante o transporte. São preparados no laboratório três frascos de branco (A, B e C) com água deionizada. O frasco A é encaminhado imediatamente para análise e os demais vão a campo. No ponto de coleta, o frasco B permanece na caixa de transporte, enquanto o frasco C é retirado, aberto e exposto ao ambiente durante todo o procedimento de coleta. Ao final, o frasco C é fechado, armazenado na caixa de transporte juntamente com as demais amostras coletadas e o frasco B, sendo todos submetidos ao processo analítico requerido (ANA, CETESB, 2011). Caso a análise não seja para substâncias voláteis os brancos de viagem não são aplicáveis (ABNT NBR-16435/2015).
- Branco de equipamento: Podem ser usados tanto para avaliar a eficiência da lavagem dos equipamentos de coleta em laboratório como em campo (“rinsagem”). No caso da realização em campo, serve para verificar a eficiência da lavagem realizada nos equipamentos entre os pontos de coleta, minimizando a possibilidade de contaminação cruzada. Para sua realização, utiliza-se água deionizada, que ao fim do processo de lavagem é usada como última água de enxágue do equipamento,

devendo ser coletada e analisada para os parâmetros de interesse. As amostras devem apresentar resultados abaixo do LQ (ANA, CETESB, 2011). Não há necessidade de analisar parâmetros de campo nos brancos de equipamento. O intuito desta amostra é verificar se o equipamento utilizado na amostragem foi efetivamente higienizado antes do procedimento de amostragem. Antes de iniciar as coletas do dia, o procedimento de lavagem do equipamento deverá ser realizado com o uso de água isenta das substâncias de interesse e com detergente não fosfatado. Entre os pontos coletados no mesmo dia pela mesma equipe de campo, a lavagem dos equipamentos pode ser feita pelo método de rinsagem.

- Monitoramento de temperatura: tem por objetivo avaliar se as amostras foram devidamente resfriadas na temperatura indicada pelo método de análise. Cada caixa térmica conterá um frasco contendo água deionizada para verificação de temperatura no momento de entrega das amostras ao laboratório, sendo registrada em formulário específico (ficha de campo ou cadeia de custódia). O termômetro utilizado para a medição deverá estar calibrado com certificação de fábrica ou em laboratórios metrológicos que integrem a rede brasileira de calibração (RBC).
- Duplicata de campo: amostra tratada nas mesmas condições da amostra original a fim de determinar a precisão do método. Amostras duplicatas também serão utilizadas para avaliar a variabilidade de um ponto de amostragem. As duplicatas e amostras originais, seja de água ou sedimento, devem ser encaminhadas ao laboratório para a análise das mesmas substâncias de interesse, com exceção dos parâmetros de campo. A diferença entre o resultado da amostra e sua duplicata de campo não deve exceder 20% (vinte por cento). Se a diferença for confirmada, o resultado não é retirado da planilha de banco de dados, mas será destacado no relatório como um indicador da qualidade analítica.

A quantidade de amostras de controle (brancos e duplicatas) realizadas por campanha deve representar 10% (dez por cento) do total de amostras monitoradas no PMQQS. As amostras QC serão tratadas da mesma forma que as demais amostras e enviadas para o laboratório para serem submetidas às mesmas análises. Para isso, estas serão

rotuladas com nomes que não permitam que o laboratório as identifique como brancos ou duplicatas.

As amostras de brancos deverão ser coletadas com alternância de pontos a cada campanha, considerando todos os ambientes amostrados. Diferentes técnicos de campo deverão executar as coletas de controle de qualidade nas diversas campanhas, ou seja, as coletas de QC devem ser alternadas por técnico.

2.3.2.2. Controle de qualidade laboratorial

O laboratório deverá apresentar os seguintes controles:

- Branco do método: amostra controle de laboratório que consiste em água de reagente sem contaminação, que passará pelos mesmos procedimentos de uma amostra real. Em certas situações, pode se tratar de um pano de limpeza ou filtro estéril processado através de procedimento de análise e preparação de amostras adequados. O laboratório contratado reportará no boletim de análise o branco do método de todos os parâmetros analisados naquele lote específico de amostras analisadas.
- Duplicata de laboratório: amostra controle de laboratório, submetida às mesmas condições de análise que determinada amostra. Avalia a eficiência na metodologia de preparação de amostras. O laboratório contratado reportará no boletim de análise ou em carta técnica o resultado da duplicata de todos os parâmetros analisados naquele conjunto específico de amostras analisadas. A diferença entre o resultado da amostra e sua duplicata não deve exceder 20% (vinte por cento). Caso isso ocorra e se a amostra ainda estiver no tempo previsto para análise, o laboratório deverá repeti-la.

-
- Amostra fortificada (*Matrix Spike*): amostra na qual uma concentração conhecida dos analitos de interesse é adicionada a fim de determinar a interferência da matriz sobre o sistema analítico. Quando dividida em duplicata (i.e., *matrix spike duplicate* - MSD) e analisada pelo mesmo processo analítico, a amostra *spike* pode ser usada para avaliar a precisão analítica associada. Será coletada uma amostra fortificada por matriz, em duplicata, a cada 20 (vinte) amostras. Estas amostras serão encaminhadas ao laboratório para a análise das mesmas substâncias de interesse.
 - Material de Referência Certificado (MRC): são usados para avaliar o desempenho do laboratório. Um MRC tem valor conhecido de concentração e incerteza relativa. O MRC será submetido ao laboratório como se fosse uma amostra; os resultados das análises serão comparados aos dados do material certificado.
 - Análise interlaboratorial: tem como objetivo verificar o desempenho do laboratório frente ao método analítico. O laboratório contratado participará de um programa interlaboratorial visando medir a qualidade dos resultados emitidos a partir de amostras devidamente preparadas. O interlaboratorial deverá ser realizado para os métodos contratados, e deverá seguir os procedimentos e cronogramas internos do laboratório, já acreditados pelo INMETRO. Além disso, o laboratório contratado deverá realizar ensaios interlaboratoriais adicionais sempre que solicitado pela contratante.

2.3.2.3. Fichas de campo e cadeias de custódia

Os procedimentos de amostragem são registrados de maneira sistemática em formulários específicos que serão preenchidos no momento da amostragem (fichas de campo). Os formulários são elaborados por matriz e ponto de monitoramento e conterão, no mínimo: identificação do projeto, empresa responsável pela amostragem, identificação da amostra, data e hora de coleta, analitos de interesse, identificação do técnico responsável pela coleta (com a respectiva assinatura), data e horário de entrega e recebimento das amostras no laboratório e temperatura de chegada ao laboratório. Deverá, ainda, conter os registros das observações sobre as condições de amostragem, equipamentos e frascos utilizados, as não conformidades ou

anomalias verificadas durante o processo de amostragem e resultados dos parâmetros físicos e químicos *in situ*. Nas áreas estuarinas, as fichas de campo deverão conter a condição visual da maré no momento da coleta (enchente, vazante e estofa). Preferencialmente, as fichas deverão conter código de barras a fim de se rastrear o material desde a sua coleta até o resultado final. Caso o laboratório seja subcontratado, ele deverá apresentar as cadeias de custódia contendo as mesmas informações das fichas de campo.

Para o preenchimento das fichas de campo e das cadeias de custódia devem-se evitar rasuras. Caso ocorra alteração de informações, estas serão claramente marcadas, rubricadas e assinadas. De maneira similar, o laboratório deve fornecer relatórios de campo, contendo as mesmas informações das fichas de campo, porém com clareza nos dados e ilustrados por registros fotográficos do momento da coleta, para cada ponto amostral.

As fichas de campo e cadeias de custódia poderão ser digitalizadas, considerando as mesmas informações registradas acima e incluindo registros fotográficos do momento da coleta.

2.3.2.4. Requisitos de amostragem e identificação das amostras

Os rótulos ou etiquetas das frascarias a serem utilizadas na amostragem serão resistentes à umidade e conterão as seguintes informações: identificação do projeto, da matriz e da amostra, analitos, preservantes, data e horário da amostragem. Preferencialmente, deverão possuir código de barras para garantir a rastreabilidade das amostras, similar às fichas de campo.

Serão utilizadas luvas nitrílicas (ou luvas de látex sem talco) durante a manipulação de todos os materiais utilizados na amostragem. As luvas deverão ser substituídas entre as atividades de coleta de água e de sedimentos e/ou sempre que necessário e, principalmente, na coleta de material para análise de branco de equipamentos. Os frascos e preservantes utilizados serão fornecidos pelos laboratórios responsáveis pelas análises físicas, químicas e biológicas, adequados para cada tipo de amostra e parâmetros analisados.

Deverão ser disponibilizados para as equipes de campo para verificação a qualquer tempo as FISPQ (Ficha de Informação de Segurança de Produtos Químicos) e o plano de segurança para produtos controlados, bem como 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 e os prazos de validade para cada amostra desde sua coleta.

O **Capítulo III** apresenta condições para preservação e transporte de amostras conforme especificado nos métodos analíticos de cada parâmetro selecionado para o PMQQS.

2.3.2.5. Laudos analíticos

Serão obedecidos todos os requisitos estabelecidos pela norma ABNT NBR-ISO/IEC 17025, como por exemplo, identificação do projeto, identificação da contratante, identificação do ponto amostral, coordenadas geográficas, identificação da amostra, matriz, unidade de medida coerente com a matriz, métodos de análise, e resultados dos parâmetros medidos *in situ*. Os laudos deverão incluir os limites de detecção e quantificação por parâmetro.

As informações sobre os controles de qualidade laboratoriais citados no **item 2.3.2.2 - Controle de qualidade laboratorial**, serão apresentadas nos laudos analíticos. Além disso, as amostras serão analisadas dentro do prazo de validade específico para cada parâmetro de interesse (**Capítulo III**). Caso contrário, os resultados deverão ser invalidados. A emissão dos laudos deverá ser imediata à geração dos resultados.

2.4. Sistema de gestão de dados

A gestão de dados do PMQQS é feita em um software de banco de dados contratado pela COMPROMISSÁRIA. Os resultados oficiais dos laboratórios contratados são reportados em arquivo PDF e são digitalizados sem interferência humana para arquivos no formato CSV, por ser mais adequado para ser processado computacionalmente. Um processo de análise crítica dos dados é realizado por uma

equipe de gestão do banco de dados, que atuam de forma integrada. Após todas as etapas de análises e conferências, os resultados ficam disponibilizados no sistema de banco de dados para os órgãos ambientais (IBAMA, ANA, IEMA, AGERH, IGAM e ICMBio) e demais entidades cujo *login* e senha são disponibilizadas pela COMPROMISSÁRIA.

Antes de serem carregados no software de banco de dados, os dados das análises laboratoriais passam por uma verificação manual de integridade e qualificação de resultados. Os laudos recebidos são conferidos por uma equipe de profissionais que identificam as inconsistências evidentes, tais como:

- Incompatibilidade entre os dados correspondentes contidos nos arquivos em PDF e CSV.
- Identificação incorreta dos pontos (código, coordenadas geográficas).
- Identificação incorreta da matriz (água, sedimentos, biota, etc).
- Falta de informações, campos incompletos ou em branco.
- Divergência de unidades de medida.
- Formatações de caracteres no arquivo CSV incompatíveis com o banco de dados, como por exemplo, substituição de ponto por vírgula.

Identificadas as inconsistências, elas são notificadas aos laboratórios emissores dos respectivos laudos, que são responsáveis pela correção e emissão de novos laudos revisados.

2.5. Validação e qualificação dos dados

Validadores e qualificadores pré-definidos devem ser aplicados aos dados das coletas manuais. Os validadores identificam situações não observadas na natureza, indicando erro na obtenção ou na transcrição do dado, enquanto os qualificadores avaliam a consistência do dado a partir de equações de balanço de massa, de cargas, da série histórica e das características do ambiente.

O sistema de banco de dados foi programado para aplicar automaticamente os validadores e qualificadores nos dados do PMQQS importados ao sistema. Os dados que não atendem os critérios de validação permanecem no software, a fim de garantir a integridade dos resultados, mas são removidos da planilha do banco de dados anexa ao relatório QA/QC e conseqüentemente do Portal Monitoramento Rio Doce. Já os dados que não atendem os critérios de qualificação são mantidos, porém ficam marcados no banco de dados e no Portal, a fim de permitir ao usuário a tomada de decisão quanto a utilização desse dado. No sistema de banco de dados é possível visualizar quais foram os respectivos validadores e qualificadores descumpridos para cada dado do PMQQS.

Foram definidos 8 validadores, indicados no **Quadro 2-1**, e a respectiva ação a ser tomada caso o dado seja considerado inválido.

Quadro 2-1 – Validadores aplicados ao Banco de Dados.

VALIDADOR/EQUAÇÃO	AMBIENTE E/OU MATRIZ	AÇÃO EM CASO DE DADO INVÁLIDO
V1) Limite de quantificação $\leq$ [Parâmetro dissolvido] $\leq 1,2 \times$ [Parâmetro total]	Todos os ambientes; matriz água	Descartar os dados inválidos de concentração do parâmetro dissolvido e do parâmetro total
V2) $ \text{pH}_{\text{campo}} - \text{pH}_{\text{lab}} \leq 1$	Todos os ambientes e matrizes	Descartar o dado inválido de pH_{lab}
V3) $0,85 \leq (\text{CE}_{\text{campo}}/\text{CE}_{\text{lab}}) \leq 1,15$ (*)	Todos os ambientes; matriz água	Descartar o dado inválido de CE_{lab}
V4) $0,92 \leq [(\text{Sólidos totais}/(\text{SST}+\text{SDT})) \leq 1,12$	Águas interiores; matriz água	Descartar dados de Sólidos dissolvidos totais
V5) $0 \leq \text{pH} \leq 14$	Todos os ambientes e matrizes	Descartar o dado inválido de pH
V6) [Oxigênio Dissolvido] $\leq 15 \text{ mg.L}^{-1}$	Todos os ambientes; matriz água	Descartar o dado inválido de oxigênio dissolvido
V7) Temperatura da água $\leq 35^{\circ}\text{C}$	Todos os ambientes; matriz água	Descartar os dados de campo de temperatura da água, OD, pH e condutividade elétrica
V8) Ensaios ecotoxicológicos:	Ensaios de toxicidade aguda e crônica	Descartar o dado inválido

<u>V8a - <i>Ceriodaphnia dubia</i></u> Final do ensaio: - Letalidade dos organismos adultos no controle $\leq 20\%$ - Número médio de neonatos no controle $\geq 15\%$	Ambiente dulcícola; matriz água e elutriato de sedimento (Ensaio de toxicidade crônica)	Descartar o resultado do ensaio de <i>C. dubia</i> para a amostra
<u>V8b – Chlorophyceae</u> a) o aumento da biomassa algácea média do controle for no mínimo: - 16 vezes superior à biomassa inicial, para 72 h ± 2 h de exposição; ou - 100 vezes superior à biomassa inicial, para 96 h ± 2 h de exposição; ou - 30 vezes superior à fluorescência inicial, para 72 h ± 2 h de exposição; b) o coeficiente de variação da biomassa algácea entre as réplicas do controle for menor ou igual a 20 %.	Ambiente dulcícola; matriz água e elutriato de sedimento (Ensaio de toxicidade crônica)	Descartar o resultado do ensaio que não atendeu aos critérios do V8b para a amostra
<u>V8c – <i>Daphnia similis</i></u> Final do ensaio: imobilidade no controle $\leq 10\%$	Ambiente dulcícola; matriz água e elutriato de sedimento (Ensaio de toxicidade aguda)	Descartar o resultado do ensaio de <i>D. similis</i> para a amostra
<u>V8d – <i>Hyalella</i> spp</u> Final da exposição: número de organismos-teste mortos no controle $\leq 20\%$	Ambiente dulcícola; matriz sedimento integral (Ensaio de toxicidade aguda e crônica)	Descartar o resultado do ensaio de <i>Hyalella</i> spp para a amostra
<u>V8e - <i>Skeletonema costatum</i></u> - densidade celular do controle for 16 vezes maior (crescimento específico maior que 0,9 d⁻¹) - o coeficiente de variação das taxas de crescimento do controle não exceder 7 %; - a variação do pH no controle não exceder mais de uma unidade.	Ambiente estuarino e zona costeira; matriz água e elutriato de sedimento (Ensaio de toxicidade crônica)	Descartar o resultado do ensaio que não atendeu aos critérios do V8e para a amostra

<u>V8f – Echinometra lacunter</u> Ao final do ensaio a porcentagem de <i>pluteus</i> normais deve ser superior ou igual a 80%	Ambiente estuarino e zona costeira; matriz água e elutriato de sedimento (Ensaio de toxicidade crônica)	Descartar o resultado do ensaio que não atendeu aos critérios do V8f para a amostra
<u>V8g – Misidáceo</u> Final do ensaio: letalidade no controle for $\leq 10\%$	Ambiente estuarino e zona costeira; matriz água e elutriato de sedimento (Ensaio de toxicidade aguda)	Descartar o resultado do ensaio que não atendeu aos critérios do V8g para a amostra
<u>V8h – Nitokra sp.</u> Letalidade dos organismos no controle for inferior ou igual a 30 %.	Ambiente estuarino e zona costeira; matriz sedimento integral (ensaio de toxicidade aguda e crônica)	Descartar o resultado do ensaio que não atendeu aos critérios do V8h para a amostra

(*) Para aplicação do V3, devem ser utilizados os dados de condutividade obtidos na temperatura de referência de 25°C, ou seja, os dados devem ser corrigidos para esta temperatura.

Os cinco qualificadores estão indicados no **Quadro 2-2**, bem como a respectiva ação a ser tomada caso o dado não atenda às fórmulas. As NT nº 16 e 80 do GTA-PMQQS definem como deve ser feita a apresentação dos dados que não atenderam os critérios de qualificação em planilhas de banco de dados.

Quadro 2-2 – Qualificadores aplicados aos resultados validados.

QUALIFICADOR	TIPO DE AMBIENTE E MATRIZ	EQUAÇÃO OU CRITÉRIO APLICADO	AÇÃO EM CASO DE NÃO ATENDIMENTO À FÓRMULA
Q1 – Série Histórica	Rios; matriz água	$[Parâmetro_{PMQQS}] < [Resultado\ Máximo\ do\ Parâmetro\ Série\ Histórica]$ ou $[Parâmetro_{PMQQS}] > [Resultado\ Mínimo\ do\ Parâmetro\ Série\ Histórica]$	Dado marcado com o respectivo qualificador
Q2 – Balanço de massas	Todos os ambientes; matriz água	$1,2 \times Parâmetro\ (total) \geq \Sigma (Parâmetro_{Fração\ 1} + Parâmetro_{Fração\ 2} + \dots)$	Dado marcado com o respectivo qualificador
Q3 – pH (valores encontrados na literatura)	Todos os ambientes e matrizes	$5 \leq pH_{\text{águas interiores}} \leq 10$ e $6,5 \leq pH_{\text{estuário e zona costeira}} \leq 8,5$	Dado marcado com o respectivo qualificador
Q4 – Balanço iônico (*)	Águas interiores; matriz água	Diferença percentual (mEq.L ⁻¹) < Critério de aceitação (mEq.L ⁻¹)	Dado marcado com o respectivo qualificador
Q5 – Ensaio interlaboratoriais	Todos os ambientes e matrizes	Resultado do último ensaio de proficiência for QUESTIONÁVEL ou INSATISFATÓRIO	Resultado do parâmetro deve ser marcado no Banco de Dados com “Q” (questionável) ou “I” (insatisfatório), até que seja apresentada evidência de solução da não conformidade ou da participação em novo ensaio de proficiência com resultados confiáveis para o parâmetro.

(*) As fórmulas do balanço iônico, que compõe o qualificador Q4, estão detalhadas na NT nº 16 e 80 – GTA – PMQQS.

Tanto para os validadores quanto para os qualificadores, caso não satisfaçam a regra, devem-se verificar as seguintes condições:

- A COMPROMISSÁRIA deve solicitar ao laboratório responsável para verificar se não houve erro de transcrição de dados na elaboração do laudo. Em caso de erro, o laboratório deve revisar o laudo analítico e reenviar para a COMPROMISSÁRIA, que por sua vez deve atualizar os dados revisados no sistema de banco de dados.
- Havendo tempo hábil considerando o prazo da análise, a amostra deverá ser reanalisada pelo laboratório responsável. Caso o resultado da nova análise seja diferente da anterior, o dado deverá ser atualizado no sistema de banco de dados com o novo valor.
- Em qualquer alteração no resultado, seja por erro de transcrição no sistema ou por reanálise da amostra, todo o processo de validação e qualificação deverá ser repetido.
- Para as estações automáticas, como os dados são em tempo real, ainda não existe um critério de validação. Os resultados são carregados no sistema de banco de dados integralmente, sendo excluídos somente os valores inválidos como: negativos ou pH fora da faixa de 0-14.

2.6. Relatórios de avaliação e consistência dos dados

Os relatórios de QA/QC serão encaminhados para a Governança trimestralmente, contendo a análise de consistência dos dados físicos e químicos (água e sedimento), biológicos, ensaios ecotoxicológicos, descarga líquida, descarga sólida, testemunho de sedimentos e material particulado em suspensão. Deverão informar todas as etapas citadas neste documento e caso alguma análise não tenha sido finalizada nesse período, deverá ser comunicada no relatório, incluindo os motivos de sua ausência no banco de dados.

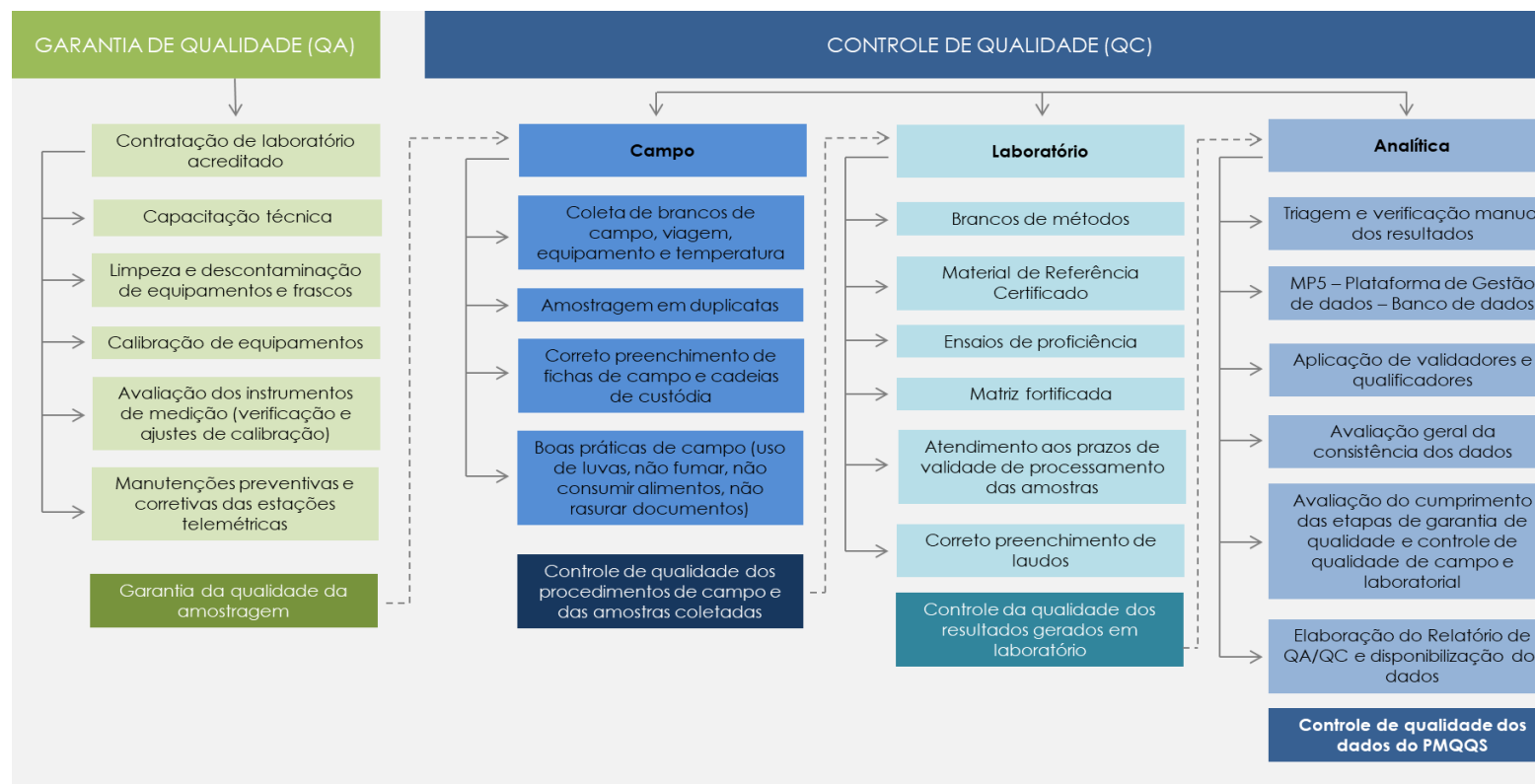
2.7. Considerações finais

Em resumo, o gerenciamento dos dados se inicia ainda nos cuidados de preparo das coletas, com a análise das fichas de campo, dos relatórios de campo e dos resultados *in situ* obtidos pelas sondas multiparamétricas. Os resultados das análises laboratoriais passam por critérios de validação e qualificação e, caso algum dado não atenda aos critérios, a reanálise deverá ser procedida pelo laboratório responsável, havendo tempo hábil de análise conforme a recomendação do parâmetro.

Em seguida, os dados extraídos do banco de dados passam por um processo de análise de consistência, onde se realiza a comparação dos dados com a série histórica, como também a avaliação dos brancos e duplicatas. Para garantir a consistência e integridade dos dados, realiza-se também a comparação dos dados extraídos do banco de dados com seus respectivos laudos analíticos. Caso os resultados não estejam congruentes, a COMPROMISSÁRIA deve solicitar ao laboratório a confirmação desses dados. Se houver revisão de resultados, o laboratório fica responsável por corrigir o respectivo laudo analítico e a COMPROMISSÁRIA corrigirá no sistema de banco de dados.

Por fim, para melhor esclarecimento dos trâmites envolvidos no QA/QC, a **Figura 2-1** apresenta um resumo dos procedimentos envolvidos na elaboração dos relatórios, desde as campanhas amostrais até o protocolo deles na Governança. Cabe ressaltar que os resultados gerados pelas estações automáticas não possuem um processo de validação e qualificação de dados, sendo gerado apenas os dados brutos. Ainda assim, a conferência do funcionamento das estações automáticas deverá ser incluída nos relatórios de QA/QC, indicando eventuais desvios.

Figura 2-1 – Fluxograma com as etapas metodológicas adotadas no Programa de Garantia e Controle de Qualidade (QA/QC).



2.8. Referências bibliográficas

Guia nacional de coleta e preservação de amostras: água, sedimento, comunidades aquáticas e efluentes líquidos / Companhia Ambiental do Estado de São Paulo; Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico; Organizadores: Renan Lourenço de O. Silva ... [et al.]. – 2. ed. – São Paulo: CETESB; Brasília: ANA, 2023. 456 p.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. ABNT NBR 16181:2013. Ecotoxicologia aquática – Toxicidade aguda – Toxicidade crônica – Método de ensaio com microalgas marinhas. Rio de Janeiro, RJ 27p. 2013.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS – ABNT. ABNT NBR-16435:2015. Controle de qualidade na amostragem para fins de investigação de áreas contaminadas – Procedimento. Rio de Janeiro, RJ. 10p. 2015a

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. ABNT NBR-15469:2015. Ecotoxicologia - Coleta, preservação e preparo de amostras. 16p. 2015b.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. ABNT NBR 12713:2016. Ecotoxicologia aquática – Toxicidade aguda – Método de ensaio com *Daphnia* spp. (Crustacea, Cladocera). Rio de Janeiro, RJ. 27p. 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. ABNT NBR-ISO/IEC 17025:2017. Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. Rio de Janeiro, RJ. 32p. 2017a.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. ABNT NBR-13373:2017 Ecotoxicologia aquática - Toxicidade crônica - Método de ensaio com *Ceriodaphnia* spp (Crustacea, Cladocera). Rio de Janeiro, RJ. 20p. 2017b.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. ABNT NBR 13308:2017 Ecotoxicologia aquática – Toxicidade aguda – Método de ensaio com misídeos (Crustacea). Rio de Janeiro, RJ. 20p. 2017c.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. ABNT NBR-12648/2018 - Ecotoxicologia aquática - Toxicidade crônica - Método de ensaio com algas (Chlorophyceae). Rio de Janeiro, RJ. 27p. 2018.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. ABNT NBR 15350:2020. Ecotoxicologia aquática – Toxicidade crônica de curta duração – método de ensaio com ouriço-do-mar (Echinodermata: Echinoidea) Rio de Janeiro, RJ. 31p. 2020.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS - ABNT. ABNT NBR 15470:2021. Ecotoxicologia aquática – Toxicidade aguda e crônica – Método de ensaio com *Hyalella* spp. (Amphipoda) em sedimentos. Rio de Janeiro, RJ 28p. 2021.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, QUALIDADE E TECNOLOGIA – INMETRO. Orientação sobre validação de métodos analíticos. Documento de caráter orientativo. DOQ-CGCRE-008. 19p. 2011.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY - USEPA. National Functional Guidelines for Organic. Superfund Methods Review. Washington, DC.: USEPA. (EPA-540-R-2017-002). Washington, DC.250p. 2017.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY - USEPA. National Functional Guidelines for Inorganic. Superfund Methods Review. Washington, DC.: USEPA. (EPA-540-R-2017-001). Washington, DC.138p. 2017.

CAPÍTULO III

DESCRIÇÃO DOS PROCEDIMENTOS DE AMOSTRAGEM E ANÁLISE

3.1. Apresentação

Neste Capítulo são descritos os procedimentos de amostragem e análise dos componentes do PMQQS do rio Doce, das lagoas adjacentes e da Zona Costeira e Estuários.

No **item 3.2 - Procedimentos de amostragem** são apresentados os procedimentos de amostragem, divididos entre aqueles pertinentes ao sistema fluvial e lacustre (**item 3.2.2 - Procedimentos específicos para a amostragem nos rios e lagoas**) e os que devem ser seguidos para a zona costeira e estuários (**item 3.2.3 - Procedimentos específicos para a amostragem na zona costeira e estuarina**). Os procedimentos de análise estão detalhados no **item 3.3 - Procedimentos de análise**.

3.2. Procedimentos de amostragem

São apresentados nesta seção os procedimentos gerais de amostragem (**item 3.2.1 - Procedimentos gerais de amostragem**), empregados nos rios e lagoas (**item 3.2.2 - Procedimentos específicos para a amostragem nos rios e lagoas**) e os que devem ser seguidos para a zona costeira e estuários (**item 3.2.3 - Procedimentos específicos para a amostragem na zona costeira e estuarina**). Os itens estão divididos em amostragens na água e no sedimento e nas demais abordagens específicas a cada ambiente, como descargas, comunidade hidrobiológica e ensaios ecotoxicológicos.

As coletas, análises das amostras e a calibração dos equipamentos serão realizadas por laboratório que possua reconhecimento de competência por meio de acreditação ou homologação (Rede Brasileira de Calibração – RBC ou Rede Brasileira de Laboratórios de Ensaio – RBLE), conforme disposto na Deliberação Normativa COPAM nº 216, de 27 de outubro de 2017.

Os procedimentos técnicos de amostragem e preservação das amostras de água e sedimentos estarão de acordo com as seguintes normas:

- Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) NBR9898/1987 – Preservação e técnicas de amostragem de efluentes líquidos e corpos receptores.
- Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras: água, sedimentos, comunidades aquáticas e efluentes líquidas da Agência Nacional das Águas (2ª edição) – ANA e CETESB (2023).
- 23rd Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, APHA (2017).
- Prescrições da USEPA - United States Environmental Protection Agency.

Para a realização das coletas de água superficial e sedimentos, o laboratório irá contar com pessoal qualificado com formação técnica em química ou área correlata, além de apresentar acreditação nos termos da ABNT NBR ISO/IEC 17025/2015 junto ao Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO).

São apresentadas a seguir informações sobre os procedimentos de amostragem que serão adotados. Informações adicionais podem ser encontradas nas referências indicadas acima.

3.2.1. Procedimentos gerais de amostragem

3.2.1.1. Garantia de qualidade de amostragem

De acordo com a ABNT 9898/1987, as práticas listadas abaixo são necessárias para a garantia da qualidade da amostragem. Maiores detalhes sobre o Programa de Garantia e Controle da Qualidade (QA/QC) são apresentadas no **Capítulo II**.

- Emprego de pessoal de campo experiente em amostragem de água e sedimento, registro de dados e operação dos equipamentos usados em amostragem de campo.
- Discussão e concordância entre todas as partes envolvidas na elaboração do plano de amostragem.

- Seleção prévia de equipamentos e materiais adequados considerando os aspectos de cada ponto de amostragem e as melhores práticas aplicáveis.
- Calibração dos equipamentos conduzida por laboratórios da Rede Brasileira de Calibração (RBC).
- O ajuste intermediário dos equipamentos deve ser feito com uso de materiais de referência certificados.
- Avaliação da acessibilidade aos pontos de amostragem e infraestrutura disponível.
- Avaliação e implantação de adequada logística de armazenamento das amostras, transporte dos equipamentos.
- Uso de condições adequadas de limpeza, de descontaminação, de uso e de manutenção dos equipamentos e recipientes.
- A descontaminação dos equipamentos deve ser feita diariamente, utilizando água isenta de contaminantes e detergentes não fosfatados para a lavagem, embalados após a secagem, objetivando evitar a contaminação oriunda de outra fonte que não a amostra.
- Antes de sair para coleta, os equipamentos (garrafa de *Van Dorn*, draga, colher, balde, caneca e bandejas) deverão ser lavados com escova e sabão neutro e posteriormente embalados em sacos plásticos ou papel filme.

Em campo, lavar novamente os equipamentos com água deionizada ou ultrapura imediatamente antes da realização do branco; antes de iniciar a coleta propriamente, ambientar os equipamentos com a água do próprio corpo hídrico.

Além dos requisitos acima, as seguintes medidas serão implementadas como parte do sistema de garantia de qualidade do PMQQS:

- Entre os pontos coletados no mesmo dia pela mesma equipe de campo, a lavagem dos equipamentos pode ser feita pelo método de rinsagem.
- Atendimento aos requisitos de Saúde e Segurança da empresa responsável pela coleta.
- Observação frequente dos requisitos de Saúde e Segurança.
- Antes de efetuar a coleta, realizar a verificação das sondas em soluções padrão adequadas (as soluções deverão estar armazenadas em condições adequadas, não expostas a altas temperaturas e luz e não devem ser reutilizadas).
- Os resultados de calibrações/verificações de medidores e qualquer manutenção realizada nos equipamentos de campo deverão ser registrados e mantidos.
- Todas as notas e observações da amostragem serão registradas em fichas de campo e/ou documento equivalente.
- As fichas de campo e os rótulos das amostras serão checados ao final de cada dia de trabalho ou quando as amostras chegam ao laboratório para verificar sua completude e precisão.
- Serão registrados em campo todas as informações pertinentes, incluindo o nome do ponto de monitoramento, data e hora, assim como quaisquer outras observações pertinentes e tarefas não executadas e a razão pela qual elas não foram executadas. Da mesma forma, serão registrados quaisquer incidentes ou condições que possam afetar a integridade ou qualidade das amostras.
- Os formulários de cadeia de custódia serão preenchidos e enviados junto com as amostras (ver Capítulo 2 - QAQC).
- As localizações dos pontos de amostragem estão identificadas pelas coordenadas apresentadas nos **Quadro 1-3** e **Quadro 1-4** do Capítulo 1.

- As atividades de campo e os pontos de amostragem serão registradas com fotos e irão compor os relatórios mensais de monitoramento (relatórios de campo).
- Será certificado que todos os sacos, garrafas e recipientes de amostragem estejam rotulados, com o código da amostra e o ponto de amostragem. Preferencialmente, os rótulos deverão conter códigos de barras, a fim de que sejam rastreáveis.
- As baterias de todos os dispositivos serão carregadas totalmente antes dos eventos de amostragem de campo e deverão dispor de bateria ou equipamento reserva para uso imediato.
- Todas as medições de campo e amostras de água e de sedimentos serão coletadas voltando-se para montante (direção oposta ao fluxo da água) para evitar leituras imprecisas e/ou contaminação da amostra.
- As amostras de água e comunidades hidrobiológicas serão coletadas antes de coletar as amostras de sedimentos.
- Será feita limpeza, manutenção, verificação e ajustes de todos os equipamentos de campo antes da primeira amostragem de cada dia de coleta.
- Não será permitido fumo ou consumo de alimentos ou bebidas durante a amostragem. Serão evitadas quaisquer outras fontes de contaminação das amostras.
- O uso do protetor solar e repelentes de insetos e carrapatos deverá ser evitado durante a amostragem. Sugere-se o uso antes da saída para a coleta.
- O material coletado deverá ser colocado imediatamente no gelo.
- A bancada utilizada como base para coleta de brancos deverá ser higienizada, assim como deve se ter o cuidado com a limpeza da embarcação, diminuindo o risco de contaminação da amostra.

- Mangueiras, cordas, borrachas e outras partes dos equipamentos de coleta suscetíveis a acumular material devem ser trocadas constantemente.
- O profissional responsável pela coleta irá manter-se o mais limpo possível ao manusear os equipamentos e recipientes de amostragem, seguindo instruções que incluem:
 - ▶ Usar um novo par de luvas nitrílicas (ou luvas de látex sem talco) em cada ponto de amostragem e trocar as luvas entre as atividades de coleta de água e de sedimentos e/ou sempre que necessário.
 - ▶ Usar sacos, garrafas e recipientes fornecidos pelo laboratório.
 - ▶ Não tocar a parte interna dos recipientes, das tampas ou a sua boca.

3.2.1.2. Lista de documentos, equipamentos e materiais

São descritos abaixo os documentos, equipamentos e materiais mínimos necessários para a amostragem de água e sedimentos. Estes poderão ser adaptados pelo Laboratório Acreditado responsável pela amostragem, desde que justificado:

- Documentos de referência:
- ▶ Plano de saúde e segurança.
- ▶ Fichas de informação de segurança de material (MSDS ou FISPQ) dos preservantes utilizados na amostragem.
- ▶ Plano de trabalho com orientações sobre amostragem.
- ▶ Mapa das estações de amostragem com escala adequada às condições do campo.
- Documentos e formulários de trabalho:
- ▶ Formulário de cadeia de custódia de laboratório e/ou fichas de campo; Documentação exigida pela legislação brasileira de saúde e segurança do trabalho.
- Saúde e segurança:
- ▶ Kit de primeiros socorros.
- ▶ Telefone por satélite, telefone celular ou rádio.
- ▶ Macacões até a altura do peito (jardineira impermeável), quando necessário.
- ▶ Equipamentos de proteção individual: capacetes, colete de alta visibilidade, óculos de segurança, botas, colete salva-vidas, luvas nitrílicas ou de látex sem talco, calças e jaquetas impermeáveis.
- ▶ Proteção contra raios solares como protetor solar, uniforme de manga longa, chapéus, cobertura no barco, entre outros.
- ▶ Repelente para insetos diversos.
- ▶ Água potável com temperatura adequada para consumo e em quantidade suficiente para toda a equipe envolvida na amostragem.

- ▶ Sinalização de segurança (cones, placas, cavaletes, fitas entre outros).
- ▶ Condutor de barco habilitado e capacitado conforme Legislação vigente.
- Coleta e preparo das amostras:
 - ▶ Barco, acessórios e equipamentos de coleta e de segurança do barco (por exemplo, âncora, remo, boia, cabo, identificação de capacidade do barco).
 - ▶ Frascaria adequada para cada tipo de análise ou ensaio (ver **item 3.3.1.2 - Análises em laboratório**). O quantitativo de frascos a serem levados para cada campanha de amostragem deverá prever um excedente de pelo menos 20% (vinte por cento) em relação ao número de amostras a serem coletadas.
 - ▶ Caixas térmicas para armazenagem de amostras.
 - ▶ Água deionizada (tipo 1) para brancos de campo e limpeza dos equipamentos.
 - ▶ Sabão não fosfatado para limpeza dos equipamentos não descartáveis.
 - ▶ Gelo para a conservação de amostra.
- Outros:
 - ▶ GPS.
 - ▶ Cordas e fitas para equipamentos, amarração e tracionamento.
 - ▶ Câmera digital com pilhas/baterias ou celular com câmera de boa qualidade.
 - ▶ Material para escrita.
 - ▶ Veículo compatível com os tipos de acesso dos locais de amostragem, com acessórios adicionais para transporte de equipamentos e embarcação.

- ▶ Corda de nylon em comprimento adequado para uso em ancoragem e equipamentos de coleta como garrafa de amostragem e dragas.
- ▶ Medidor de profundidade portátil.
- ▶ Termômetro de bancada para verificação da temperatura do ar.

3.2.2. Procedimentos específicos para a amostragem nos rios e lagoas

3.2.2.1. Cuidados específicos para coletas de todas as matrizes

- Quando a profundidade do rio for baixa, as coletas deverão ser realizadas com calça bota. Neste caso específico, o técnico de campo deverá entrar no rio com cuidado para não ressuspender o fundo do rio e causar aumento de turbidez na água.
- Quando a profundidade do rio for baixa, mas as condições de entrada do técnico de campo com calça bota forem inviáveis por questões de segurança, deve-se utilizar uma embarcação menor ou caiaque para a realização da coleta e a ancoragem da embarcação ou caiaque deve ser feita no ponto de coleta.
- Se não for possível ancorar o barco para a realização da coleta, a mesma poderá acontecer com o motor ligado, desde que a proa do barco fique voltada contra a correnteza da água, de modo que a coleta aconteça sem sofrer influência dos óleos que, eventualmente, possam sair do motor do barco.

3.2.2.2. Amostragem de água

3.2.2.2.1. Lista de documentos, equipamentos e materiais

- Sonda multiparâmetros (temperatura da água, oxigênio dissolvido, pH, condutividade, turbidez e salinidade) calibrada, e verificada diariamente.
- Carta-controle contendo informações diárias sobre a verificação dos eletrodos anteriormente ao início das atividades de amostragem.
- Soluções de calibração e kit de manutenção da sonda multiparâmetro.

- Equipamento de filtragem manual para metais dissolvidos.
- Filtros descartáveis com porosidade de 0,45 µm, para filtração em campo de amostras a serem submetidas a análises das frações dissolvidas das substâncias de interesse.
- Baldes de aço inox AISI 316L polido em quantidades e de tamanhos adequados às amostragens.
- Garrafa de *Van Dorn* de fluxo horizontal em tamanho adequado às amostragens, aproximadamente 10 L (se for de aço inox, utilizar o AISI 316L polido).
- Garrafa de Niskin de fluxo vertical em tamanho adequado às amostragens em lagoas (se for de aço inox, utilizar o AISI 316L polido).

3.2.2.2. Procedimentos técnicos

Serão seguidos os procedimentos gerais de amostragem apresentados no **item 3.2.1** - conforme aplicável. Mais especificamente, serão seguidos os seguintes critérios:

- No local de coleta, preferencialmente à sombra, em superfície limpa, deverá ser feito o branco de equipamentos seguindo essas etapas : 1) colocar ou trocar luvas nitrílicas ou de látex sem talco no início do procedimento da coleta de brancos; 2) adicionar água deionizada ou ultrapura aos equipamentos de coleta simulando uma coleta de água, ou seja, deve passar por todos os equipamentos antes de ser adicionada aos frascos, inclusive passar pelo filtro com membrana para análise dos metais dissolvidos. Deve ser utilizada de uma única vez o volume suficiente de água para preencher toda a frascaria; 3) adicionar água ultrapura na garrafa de *Van Dorn*, despejar o conteúdo da garrafa nos frascos; caso sejam utilizados baldes ou canecas, o conteúdo da garrafa deverá passar por estes materiais antes de adicionar nos frascos; 4) parâmetros microbiológicos devem ser adicionados aos frascos diretamente pela garrafa de *Van Dorn*, sem passar pela mangueira; 5) demais parâmetros devem ser coletados com auxílio da mangueira da garrafa.

- Em cada ponto de monitoramento de rio deverá ser feita a verificação da homogeneidade da seção para definir o procedimento de coleta a ser adotado – amostragem simples ou composta (cinco amostras simples igualmente espaçadas na seção transversal do canal). A determinação da homogeneidade será feita através de uma travessia na seção transversal do ponto de monitoramento, determinando continuamente os resultados do parâmetro condutividade elétrica, obtidos com uma sonda multiparamétrica submersa a 0,30 m (trinta centímetros) da superfície. Caso os valores da condutividade elétrica sejam constantes ou apresentem variação igual ou inferior a 10% pode-se considerar a seção homogênea, e neste caso será seguido o procedimento descrito no **item 3.2.2.2.2.1 - Coleta simples**. Do contrário, serão seguidas as instruções para a coleta de amostras compostas no canal apresentadas no **item 3.2.2.2.2.2 - Coleta composta**. O cálculo do percentual (%) da variação da condutividade é obtido da seguinte forma: $\% \text{ variação} = (\text{condutividade maior} / \text{condutividade menor}) * 100 - 100$.

- Os dados de condutividade elétrica das seções dos rios monitorados devem ser salvos na memória da sonda, para depois serem disponibilizados no Banco de Dados (BD) que compõe o relatório QA/QC.

- No caso de pontos de amostragem localizados em lagoas, serão seguidas as instruções para amostragem apresentadas no **item 3.2.2.2.2.3 - Coleta de amostras em ambientes lênticos**.

3.2.2.2.2.1. Coleta simples em ambientes lóticos

- Antes de introduzir a sonda na água, deve-se realizar a leitura do parâmetro temperatura do ar (*in situ*), posicionando o termômetro portátil à sombra, podendo ser a do próprio corpo e aguardar até a estabilização do valor para realizar a leitura e registro.

- Para a leitura dos parâmetros na água, primeiramente será medida a profundidade (m), com uma sonda de profundidade, e na sequência serão realizadas as demais medições de campo através do uso das sondas em um ponto mais próximo do meio da largura do curso d'água, onde esteja localizado o canal central do rio, caso seja seguro fazê-lo. Caso o acesso à parte central do curso d'água não seja seguro, será coletada amostra em um ponto que possa ser acessado com segurança o mais próximo possível ao meio da largura do curso d'água.
- As medições de campo serão obtidas no mesmo ponto de coleta da amostra superficial, a 0,30 m (trinta centímetros) abaixo da superfície da água. A profundidade aproximada da medição (m) e as demais medições serão registradas na ficha de campo. A sonda permanecerá submersa durante, no mínimo, 5 (cinco) minutos ou durante o tempo necessário para a estabilização dos valores dos parâmetros. Após a estabilização, as medições deverão ser salvas na memória da sonda e preenchidas na ficha de campo.

O procedimento de coleta das amostras seguirá os seguintes passos:

- Voltando-se para montante, a amostra de água superficial será coletada com garrafa de fluxo horizontal, a 0,30 m (trinta centímetros) de profundidade. Esta é a profundidade considerada limite entre águas superficiais e profundas, segundo ANA e CETESB (2012).
- A amostragem deve seguir a seguinte ordem: microbiológicos → amostras que não podem sofrer aeração → análises químicas (exceto metais) → metais dissolvidos → metais totais → ecotoxicológicos → comunidades biológicas.
- Para variáveis que não podem sofrer aeração (sulfeto e DBO), a amostragem deverá ser realizada com o máximo de cuidado, a fim de evitar bolhas no momento da coleta ou fechamento do frasco. Esta amostragem pode ser realizada com o auxílio do batiscafo.

- Para amostras que não podem sofrer aeração, deve-se completar o volume do frasco, não deixando espaço vazio, com cuidado para não vazar o líquido coletado no frasco, para que o preservante/reagente não seja perdido ou a concentração final do preservante seja reduzida.
- Para amostras que podem sofrer aeração, o procedimento será repetido até que todos os frascos estejam com o volume de água necessário para os ensaios, tomando o cuidado de manter um espaço vazio no frasco, quando possível, para sua posterior homogeneização. Antes da coleta dessa sequência de amostras, a garrafa deverá ser homogeneizada com frequência, para evitar acúmulo de sedimentos em suspensão no fundo.

- Nas campanhas completas (com comunidades hidrobiológicas e ecotoxicológicas) a equipe de campo deverá contar com uma garrafa extra para a amostragem, exclusiva para essas análises, tendo em vista que o volume de água necessário para preencher todos esses frascos é praticamente o volume total da garrafa.

- Para os metais dissolvidos, a água do local será filtrada em campo. A filtração será realizada com bomba de vácuo (com compressor ou manual, em pressão adequada (10-30 mmHg) a passagem da amostra sem rasgar o filtro), considerando pré-condicionar a unidade filtrante a fim de prepará-la para receber a amostra. O pré-condicionamento consiste em:

- ▶ Ambientar o recipiente com água deionizada; dispor uma unidade filtrante (membrana) de 0,45 µm no aparelho filtrante.

- ▶ Passar um volume de 50 mL (cinquenta mililitros) de água deionizada pelo filtro e eliminar.

- ▶ Em seguida, passar o mesmo volume de água bruta do próprio local de amostragem pelo filtro, retirada da garrafa de coleta e eliminar.

Após o pré-condicionamento com água deionizada e água bruta do local de coleta, eliminar qualquer resíduo de água deionizada e de água bruta armazenada para iniciar a filtração e a coleta de amostra de água, como segue:

- ▶ Encher o receptor com o volume necessário de amostra.

- ▶ Filtrar a amostra no filtro pré-condicionado e armazená-la no frasco.

- ▶ Caso ocorra saturação, o filtro será substituído por outro novo, que será condicionado da mesma forma citada acima e o volume necessário para o ensaio será completado.

- ▶ Na ausência de bomba de vácuo manual, uma seringa com suporte de filtração (*swinnex*) poderá ser utilizado como método alternativo, seguindo o mesmo procedimento de pré-condicionamento, com filtro de porosidade 0,45 µm.
- Visando minimizar a possibilidade de contaminação, os frascos de amostra serão abertos imediatamente antes do seu enchimento e vedados imediatamente após o enchimento.
- Os frascos com as amostras serão colocados em caixas térmicas com gelo, e as caixas deverão ser mantidas fechadas durante o trajeto. Não devem ser utilizadas bolsas de gelo.
- Serão respeitados os procedimentos de preservação e os prazos de validade para todas as amostras coletadas, os quais são descritos no item **3.3 - Procedimentos de análise**.
- Os passos acima apresentados serão repetidos quando houver a coleta de duplicata, não sendo necessária a duplicata para amostras biológicas (ensaios ecotoxicológicos, fitoplâncton e organismos bentônicos).

Os reservatórios das UHE's monitorados no PMQQS funcionam a fio d'água e apresentam características de ambientes lóticos, portanto devem seguir as mesmas instruções de coleta de amostra, avaliando a condutividade na seção transversal. Caso seja constatado variação da condutividade acima de 10% (dez por cento), a amostragem deverá ser composta, descrita no tópico a seguir.

3.2.2.2.2. Coleta composta em ambientes lóticos

Caso não haja homogeneidade da seção transversal, será realizada uma amostragem composta. A amostra composta será obtida através da combinação de cinco amostras individuais simples de 1 L (sub-amostras) de água, ou o volume necessário de sub-amostras para encher todos os frascos, coletadas em pontos uniformemente espaçados ao longo da largura do rio, perpendicularmente à sua margem. As sub-amostras, que compreendem 1/5 (um quinto) da amostragem total para o ponto, serão

coletadas a uma profundidade de 0,30 m (trinta centímetros). Cada sub-amostra preencherá os frascos, diretamente da garrafa. Os parâmetros que não podem sofrer aeração ou fracionamento (sulfetos e DBO) serão coletados unicamente no ponto central da seção.

Dados de campo também deverão ser medidos em cada um dos 5 (cinco) pontos sub-amostrados que compuseram a amostra composta. Dessa maneira, os parâmetros serão determinados através do uso das sondas multiparamétricas no mesmo ponto de coleta da amostra superficial, a 0,30 m (trinta centímetros) abaixo da superfície da água. A sonda deverá permanecer submersa durante, no mínimo, 5 (cinco) minutos ou durante o tempo necessário para a estabilização dos valores dos parâmetros.

O procedimento de coleta das amostras compostas é descrito abaixo:

- Será feito o planejamento da localização dos pontos de coleta das sub-amostras. Os pontos de coleta de sub-amostras serão uniformemente espaçados através da largura do canal, incluindo 2 (duas) amostras a uma distância de 1 a 2 m (um a dois metros) a partir da margem/linha de água em movimento.
- No primeiro ponto de coleta de sub-amostra, e voltando-se para montante, serão registradas as medições de campo a uma profundidade de 0,30 m (trinta centímetros) abaixo da superfície da água, usando sonda multiparamétrica. Após a estabilização, os dados deverão ser salvos na memória da sonda e preenchidos na ficha de campo.
- Voltando-se para montante, será coletada uma sub-amostra de 1 L (1 litro) na superfície, ou em volume suficiente para todas as sub-amostras preencherem todos os frascos, com garrafa de fluxo horizontal e despejada no respectivo frasco de coleta.
- Para cada ponto de coleta de sub-amostra, deverão ser seguidos os passos descritos nos procedimentos técnicos para coleta de amostra simples, até que tenham sido coletadas as cinco sub-amostras.

- As sub-amostras deverão ser imediatamente transferidas para os frascos de amostras fornecidos pelo laboratório, tomando-se o cuidado para encher 1/5 (um quinto) de cada frasco em cada sub-amostragem. O procedimento será repetido até que todos os frascos estejam com o volume de água necessário para os ensaios, tomando o cuidado de manter um espaço vazio no frasco para sua posterior homogeneização (exceto para amostras que não podem sofrer aeração, que deverão ser coletadas na seção central do ponto amostral). Os frascos deverão ser abertos imediatamente antes do enchimento e fechados logo após, evitando que fiquem abertos sem coleta de água.

3.2.2.2.3. Coleta de amostras em ambientes lênticos

Nos pontos localizados nas lagoas, a profundidade máxima do ponto determinará o número de amostras de água a serem coletadas. A aferição da profundidade total deve ser feita com equipamento acústico.

Para os pontos com profundidade igual ou inferior a 3 m (três metros), será coletada apenas uma amostra de água na subsuperfície (profundidade I) a 0,5 m (cinquenta centímetros) abaixo da superfície.

Para os pontos com profundidades maiores que 3 m (três metros), serão realizadas, no máximo, 3 (três) coletas:

- Profundidade I (Subsuperficial): coleta a 0,5 m (cinquenta centímetros) abaixo da superfície.
- Profundidade II (1% da Radiação Fotossintética Ativa - RFA): determinada pela multiplicação da profundidade de transparência de Secchi por 3 (três).
- Profundidade III (Fundo): 0,5 m (cinquenta centímetros) acima do fundo. Antes da coleta da amostra na PIII, a profundidade total deverá ser verificada novamente, garantindo que o barco não se locomoveu.

Nas coletas da profundidade I e II a medida indicada deverá ser considerada a partir da boca superior da garrafa (ex. profundidade I, a boca superior da garrafa deverá estar numa profundidade de 0,5m – cinquenta centímetros – da superfície); nas coletas da profundidade III a medida indicada deverá ser considerada a partir da boca inferior e nesse caso, a boca inferior da garrafa deverá estar numa profundidade de 0,5m (cinquenta centímetros) do fundo. Para isso as equipes deverão conhecer as dimensões dos equipamentos e considerar estas na determinação da profundidade de coleta.

Caso haja dificuldades de coleta, respeitando as profundidades de 0,5m (cinquenta centímetros) da superfície e 0,5m (cinquenta centímetros) do fundo, a mesma deverá acontecer da melhor forma possível e as condições adversas de coleta deverão ser detalhada na ficha de campo.

Quando as profundidades II e III indicadas forem coincidentes ou ficarem até 0,5 m (cinquenta centímetros) de distância entre si, deverá ser eliminada a coleta na profundidade II e essa condição deverá ser justificada na ficha de campo.

Os aparatos utilizados para a amostragem de água em corpos lênticos compreendem:

- Disco de Secchi para avaliação da transparência.
- Sondas multiparamétricas com cabos longos (> 30 m) para determinar os parâmetros pH, condutividade elétrica, oxigênio dissolvido, turbidez, temperatura da água e profundidade ao longo da coluna d'água (*in situ* e perfilagem a cada metro).
- Medidor portátil de profundidade (equipamento acústico-profundímetro).
- Termômetro portátil para medição de temperatura do ar.
- Amostradores de fluxo vertical, tipo garrafa de Niskin.

Para a amostragem em profundidade, os seguintes procedimentos serão seguidos:

- Após determinar a profundidade, coletar água com a garrafa no estrato de profundidade de interesse.
- Desconectar a mangueira da garrafa e desprezar a água contida na mangueira.
- Repetir o procedimento até que todos os frascos estejam com o volume de água necessário, tomando o cuidado de manter um espaço vazio para sua posterior homogeneização (exceto amostras que não podem sofrer aeração).
- No caso de amostras que não podem sofrer aeração (DBO e sulfetos), a mangueira deve ser introduzida estrangulada até a boca do recipiente, sem ter contato com o frasco, liberando-se lentamente o regulador de fluxo da mangueira e preenchendo completamente o volume do frasco, não deixando espaço vazio.
- Para os metais dissolvidos, a água do local será filtrada em campo, imediatamente após a coleta e antes de adicionar às garrafas de amostra contendo conservantes. Os procedimentos de coleta seguirão conforme indicado no item **3.2.2.2.2 - Procedimentos técnicos.**

3.2.2.3. Amostragem de sedimentos

3.2.2.3.1. Lista de documentos, equipamentos e materiais

- Equipamentos calibrados e verificados para as medições de pH e ORP *in situ* em sedimento.
- Carta-controle contendo informações diárias sobre a verificação dos eletrodos anteriormente ao início das atividades de amostragem.
- Soluções de calibração e kit de manutenção dos equipamentos de medição de pH e ORP.
- Draga manual *Van Veen* de aço inoxidável AISI 316L polido ou equivalente.
- Sacos plásticos e/ou recipientes de amostragem pré-rotulados.
- Colher de aço inoxidável.
- Bacias de aço inoxidável AISI 316L (para misturar amostras compostas de sedimento).
- Sifão (por exemplo, pedaço de tubo plástico ou frasco de compressão).

3.2.2.3.2. Procedimentos técnicos

Serão seguidos os procedimentos gerais de amostragem apresentados no **item 3.2.2 - Procedimentos específicos para a amostragem nos rios e lagoas**, incluindo procedimentos de branco dos equipamentos indicados em **3.2.2.2.2 - Procedimentos técnicos**, conforme aplicável. Mais especificamente, serão seguidos os seguintes critérios:

- A coleta de sedimentos ocorrerá somente após os procedimentos de coleta para qualidade de água. Será certificado que o equipamento de coleta de água tenha sido guardado, de modo que ele não seja contaminado por sedimentos suspensos durante a amostragem.
- No caso de pontos de amostragem localizados em rios com largura inferior a 75 metros (m) e em lagoas e reservatórios, serão seguidas as instruções para amostragem composta simples apresentadas no **item 3.2.2.3.2.1 - Procedimento para coleta de amostra composta única**.
- No caso de pontos de amostragem localizados em rios com largura superior a 75 m (setenta e cinco metros), serão seguidas as instruções para a coleta de amostras compostas no canal apresentadas no **item 3.2.2.3.2.2 - Procedimento para coleta de amostra composta através do canal**.
- No caso de amostragem de testemunhos de sedimento de fundo, a mesma será realizada através da técnica de amostragem por gravidade “Gravity Core” ou “Kajak Core”. Maiores detalhes estão apresentados no **item 3.2.2.3.2.3 - Procedimento para coleta de amostras em testemunhos de sedimento**.

3.2.2.3.2.1. Procedimento para coleta de amostra composta única

Será coletada uma amostra composta usando uma draga manual *Van Veen* em aço inox ou equipamento equivalente. A amostra composta irá conter os 5 cm (cinco centímetros) superiores da camada de sedimentos de pelo menos três amostras individuais coletadas em um ponto, em cada local de amostragem. As amostras serão coletadas de preferência em áreas de deposição (agradiação) identificadas pela presença de sedimento siltoso, argiloso e arenoso mais fino. O volume coletado para cada amostra será a quantidade de sedimento suficiente para encher todos os frascos, respeitando a capacidade em que foi acreditado segundo o INMETRO. Como procedimento geral, a água que cobre o sedimento será retirada por sifonamento ou vertendo cuidadosamente o equipamento de coleta. Os métodos de coleta de sedimento usando uma draga são descritos a seguir:

- Os equipamentos de amostragem de sedimento serão enxaguados duas vezes com água ambiente antes da amostragem para a remoção de qualquer material aderente.
- Voltando-se para montante, a draga aberta será baixada lentamente até o fundo do curso d'água, a uma velocidade de aproximadamente 0,5 m/s (cinquenta centímetros por segundo), até que ela atinja o fundo.
- Será certificado de que a linha esteja o mais vertical possível e então o coletor procederá com o fechamento da draga.
- A draga será puxada lentamente para a superfície.
- Quando a draga com o sedimento emergir da água, será verificado se as garras estão completamente fechadas. Caso haja alguma planta ou rocha presa nas garras que impeça o seu fechamento completo, a amostra será descartada e o processo será reiniciado. Se persistirem as dificuldades para a coleta de amostras adequadas, pode ser necessário mudar ligeiramente o local da amostragem.
- A draga deverá estar, pelo menos, 60% (sessenta por cento) cheia e apresentar uma superfície homogênea. Se o conteúdo da draga for aceitável, será usado um pedaço de tubo de plástico para formar um sifão e remover suavemente qualquer água remanescente sobre o sedimento, procurando não perturbar a camada superior de sedimento.
- Serão medidos imediatamente pH e ORP no sedimento coletado na primeira dragada, a fim de se minimizar os efeitos de oxidação da amostra após exposta ao ambiente.
- Será usada uma colher de aço inoxidável limpa para coletar o sedimento da superfície (minimamente, os 5 cm – cinco centímetros – superiores) de cada amostra e colocar em um recipiente de aço inoxidável limpo para criar a amostra composta única. Buscar-se-á não coletar o sedimento que tenha estado em contato com os lados

da draga, para minimizar potencial de contaminação por metal a partir do dispositivo de amostragem.

- Em algumas situações a coleta do material despejado na bandeja poderá ser completa. Isso ocorre quando não são observadas diferentes fases granulométricas e o conteúdo mínimo de 3 (três) dragadas é suficiente para ser homogeneizado na bandeja.
- Os passos acima apresentados serão repetidos tantas vezes quanto for necessário para atender a quantidade mínima para a amostra considerando também os ensaios ecotoxicológicos e, quando houver, a duplicata.
- Será tomado exatamente o mesmo volume de cada sub-amostra. Para evitar a oxidação e contaminação, os volumes das sub-amostras a serem misturados serão mantidos até o momento da homogeneização, em saco plástico ou bandeja de aço inox, de acordo com os ensaios a serem realizados.
- A amostra de sedimento composta única será misturada até que sua cor e textura fiquem homogêneas.
- Os recipientes de amostra de sedimento fornecidos pelo laboratório serão preenchidos com a amostra de sedimento composta. Os recipientes ou sacos plásticos serão cheios por completo, não deixando nenhum espaço vazio.
- Todo o equipamento será lavado com água ambiente entre as dragadas.
- Devem-se respeitar os procedimentos de preservação e os prazos de validade para todas as amostras coletadas, os quais são descritos no **item 3.3 - Procedimentos de análise**.

3.2.2.3.2.2. Procedimento para coleta de amostra composta através do canal

A amostra composta através do canal será formada por duas amostras compostas de sedimento (uma em cada margem), sendo que em cada uma haverá ao menos três

sub-amostras. As coletas serão realizadas por uma draga manual do tipo *Van Veen*, ou equipamento equivalente, em locais onde forem observadas zonas de deposição ao longo da largura do curso d'água, perpendicularmente à sua margem. Caso não existam zonas de deposição no canal, a coleta poderá ser realizada nas margens. Será guardada uma distância mínima de 2 m (dois metros) das margens e massas iguais das amostras individuais irão compor uma amostra única que será analisada.

As amostras serão coletadas de preferência em áreas de deposição identificadas pela presença de sedimento siltoso e arenoso mais fino, onde aplicável. O volume de amostras deverá obedecer ao mínimo estabelecido pelo laboratório de análise. Os métodos de coleta de sedimento usando uma draga manual de *Van Veen* são descritos a seguir:

- Será feito o planejamento da localização dos pontos de coleta das sub-amostras, observando o espaçamento e as zonas de deposição.
- Serão seguidos os passos indicados no **item 3.2.2.3.2.1 - Procedimento para coleta de amostra composta única**.
- Seguindo-se para o próximo ponto da coleta de amostra composta, as etapas acima serão repetidas até que tenham sido coletadas de três a cinco sub-amostras.

3.2.2.3.2.3. Procedimento para coleta de amostras em testemunhos de sedimento

Para realização da amostragem dos testemunhos de fundo, as seguintes premissas serão adotadas, baseado em ANA & CETESB (2012) e USEPA (2001):

- Caso a profundidade da água seja inferior a 2 metros ou um mergulhador esteja disponível para realização da amostragem, a coleta dos testemunhos deve ser realizada por meio de tubos (cilindros) de aço inoxidável ou de policloreto de polivinila (PVC) com diâmetro de 70 ou 75 mm. O material do tubo deve ser resistente e inerte.

- Deve ser utilizada, preferencialmente, uma membrana plástica (Polietileno) para revestir a cavidade interna dos tubos coletores de testemunho. Esta membrana dispensa a necessidade de descontaminação do tubo a cada amostragem, preserva a integridade do testemunho em sua abertura, e ainda possibilita seu transporte, caso seja necessário. Para inserir esta membrana no tubo coletor, utiliza-se uma vara onde se tem fixada em sua extremidade uma esfera de diâmetro um pouco inferior à abertura do tubo coletor. Após inserir a membrana, a extremidade superior é fechada e a inferior é fixada pelo lado de fora do tubo, com fita adesiva resistente (tipo “fita prata”).
- Se a utilização de membrana plástica como revestimento não for possível, a limpeza do tubo deverá ocorrer antes de cada amostragem.
- Caso a profundidade da água seja superior a 2 m (dois metros) e inferior a 20 m (vinte metros), a coleta dos testemunhos deve ser realizada através da técnica de mergulho ou utilizando um testemunho por gravidade "Gravity Core" ou “Kajak Core”, sendo esses 2 (dois) últimos também usados para profundidades superiores a 20 m (vinte metros).
- Quando da coleta, o amostrador deve causar menor turbulência possível na água, evitando ondas de pressão, bem como deve ser garantido que o amostrador seja inserido verticalmente. Quando retornado à superfície, o amostrador estará totalmente fechado.
- Antes de retirar a amostra, o exterior do amostrador será cuidadosamente enxaguado com a água do próprio ponto de amostragem.
- Entre cada evento de amostragem, o equipamento de amostragem será limpo no interior e exterior, seja mergulhando e retirando o equipamento rapidamente da água ou com água coletada do local a ser amostrado.

- Os testemunhos serão fatiados em camadas de 5 cm (cinco centímetros) até a profundidade de 10 cm (dez centímetros) e em camadas de 10 cm (dez centímetros) até pelo menos 1 m (um metro). Cada camada será analisada de acordo com os parâmetros estipulados no **Quadro 1-9** do Capítulo I.
- Para a medição dos parâmetros *in situ* de cada camada, as amostras não deverão ser homogeneizadas, para que não ocorra aeração do sedimento.
- Serão respeitados os procedimentos de preservação e os prazos de validade para todas as amostras coletadas, os quais são descritos no **item 3.3 - Procedimentos de análise**.

3.2.2.4. Descarga líquida

A medição de vazão, também chamada de descarga líquida, será realizada utilizando-se o método acústico, conhecido como ADCP – *Acoustic Doppler Current Profiler*, naqueles pontos de monitoramento localizados nos rios, que atendem a requisitos hidráulicos específicos tais como: áreas sem interferência de afluentes e efluentes, trecho retilíneo, características do fundo do rio no trecho, turbidez, entre outros. As medições serão mensais e ocorrerão no mesmo dia em que forem realizadas a determinação dos parâmetros de qualidade em campo e a coleta das amostras de água.

Nas situações em que não for possível a medição pelo método acústico, será empregado o método convencional, com molinete. Altas concentrações de sólidos em suspensão são um exemplo de interferência que poderá impossibilitar a utilização do método acústico.

Para cada uma das determinações efetuadas, uma ficha de medição de descarga líquida será apresentada com as informações utilizadas para o cálculo da medição efetuada, sendo que, para os métodos acústicos, esta ficha já é fornecida automaticamente pelo próprio equipamento. Ainda nos casos das medições dos métodos acústicos, o envio dos arquivos de medição dos equipamentos se faz necessário para atendimento das diretrizes da ANA.

Como referência para os procedimentos metodológicos serão utilizados documentos da Agência Nacional de Águas e Saneamento Básico (ANA 2011; 2012; 2014).

3.2.2.5. Descarga sólida em suspensão

Para a determinação da descarga sólida em suspensão, será utilizada a medição indireta pela amostragem da mistura água-sedimento. Já para a determinação da distribuição granulométrica dos sólidos suspensos será utilizado o método da granulometria a laser.

O amostrador a ser utilizado para a determinação da descarga sólida em suspensão será adequado às características da seção e do escoamento do curso d'água, conforme as especificações recomendadas pelo manual HidroSedimentos (ANA, 2013), reproduzidas na **Figura 31**.

Em campo, poderão ser feitas adaptações do volume do recipiente, desde que não haja perda metodológica. Todas as informações sobre mudanças e adaptações deverão ser indicadas nos relatórios de QA/QC.

Figura 31 - Amostrador indicado de acordo com as características do curso d'água

Denominação		Bicos	Volume	Velocidade (m/s)		Profundidade		Peso (kg)
EUA	Brasil			Mínima	Máxima	Máxima (m)	ho (cm)	
US DH-48	AMS-1	1/4	pint	0,46	2,71	2,74	8,9	1,8
US DH-59		3/16	pint	0,46	1,52	4,57	11,4	10,0
US DH-59	AMS-3	1/4	pint	0,46	1,52	2,74	11,4	10,0
US DH-76		3/16	quart	0,46	2,01	4,57	8,1	11,3
US DH-81		1/4	quart	0,46	2,01	4,57	8,1	11,3
US DH-81		3/16	liter	0,61	1,89	2,74	10,2	0,5
US DH-81		1/4	liter	0,46	2,32	2,74	10,2	0,5
US DH-81		5/16	liter	0,61	2,13	2,74	10,2	0,5
US DH-95		3/16	liter	0,64	1,89	4,57	12,2	13,2
US DH-95		1/4	liter	0,52	2,13	4,57	12,2	13,2
US DH-95		5/16	liter	0,64	2,26	4,57	12,2	13,2
US DH-2		3/16	liter	0,61	1,83	10,67	8,9	13,6
US DH-2		1/4	liter	0,61	1,83	6,10	8,9	13,6
US DH-2		5/16	liter	0,61	1,83	3,96	8,9	13,6
USD-49	AMS-2	1/8, 3/16 1/4	Pint quarter			5,5	0,10	27,5
US D-74		3/16	pint quart	0,46	2,01	4,57	10,4	28,1
US D-74		1/4	pint quart	0,46	2,01	2,74 4,57	10,4	28,1
US D-74A1		3/16	pint quart	0,46	1,80	4,57	10,4	19,1
US D-74A1		1/4	pint quart	0,46	1,80	2,74 4,57	10,4	19,1
US D-95		3/16	liter	0,52	1,89	4,57	12,2	29,0
US D-95		1/4	liter	0,61	2,04	4,57	12,2	29,0
US D-95		5/16	liter	0,61	2,04	4,57	12,2	29,0
US D-96		3/16	3 liters	0,61	3,81	33,53	10,2	59,9
US D-96		1/4	3 liters	0,61	3,81	18,29	10,2	59,9
US D-96		5/16	3 liters	0,61	3,81	11,89	10,2	59,9
US D-96A1		3/16	3 liters	0,61	1,83	33,53	10,2	36,3
US D-96A1		1/4	3 liters	0,61	1,83	18,29	10,2	36,3
US D-96A1		5/16	3 liters	0,61	1,83	11,89	10,2	36,3
US D-99		3/16	6 liters	1,07	4,57	67,06	24,1	124,7
US D-99		1/4	6 liters	0,91	4,57	36,58	24,1	124,7
US D-99		5/16	6 liters	0,91	4,57	23,77	24,1	124,7
US P-61A1		3/16	pint quart	0,46	3,05	54,86 36,58	10,9	47,6
US P-63		3/16	pint quart	0,46	4,57	54,86 36,58	15,0	90,7
US P-72		3/16	pint quart	0,46	1,62	21,95 15,55	10,9	18,6
USP-46	AMS-4	3/16				22	12	91
De saca	AMS-8	1,8 3/16 1/4				100	variável	14,4 (sem lastro)

(Fonte: Manual HidroSedimentos. ANA, 2013)

Para a amostragem da descarga sólida de sedimentos em suspensão, a integração vertical será considerada, seja no método de Igual Incremento de Largura (IIL) ou no método de Igual Incremento de Descarga (IID). O método de IID será utilizado nos casos em que houver um bom conhecimento da distribuição de vazões ao longo da seção transversal do curso de água e do histórico de vazões. O método de IIL será utilizado em cursos de água estreitos, que permitem a travessia a vau (atravessa-se andando – baixas profundidades) e /ou em cursos d'água com fundo de leito arenoso, onde a distribuição de vazões ao longo da seção transversal não é homogênea. O método a ser utilizado será mantido ao que vem sendo efetuado para cada estação amostral, que foram definidos a partir da primeira campanha de amostragem, quando foram conhecidas as condições de cada curso d'água.

Os seguintes documentos serão utilizados como referência de procedimentos metodológicos para medição da descarga sólida:

- Carvalho *et al.*, 2000. Guia de Práticas Sedimentométricas da ANEEL, disponível no site da instituição (http://www2.aneel.gov.br/biblioteca/downloads/livros/Guia_prat_port.pdf).
- Carvalho, 2008. Hidrossedimentologia Prática. Ed. Interciência. Rio de Janeiro. 599 p. 2008.
- ANA, 2013. HidroSedimentos: um programa para cálculo de tempo de amostragem de sedimentos em suspensão a partir da medição de vazão com equipamentos acústicos Doppler: versão 2.0 - 07/02/2012. Empresa de Pesquisa Agropecuária e Extensão Rural de Santa Catarina, elaboração dos originais: Álvaro José Back. – Brasília. 2013.

3.2.2.6. Amostragem de material particulado em suspensão (MPS)

Nos mesmos pontos de medição de descarga sólida, será feita a amostragem de MPS. Deverá ser coletado um volume de água necessário para a amostragem na profundidade de 0,3 m (trinta centímetros), mergulhando o recipiente diretamente no

corpo hídrico, com o objetivo de gerar massa suficiente de material particulado em suspensão para análise química de todos os parâmetros.

A amostra de água bruta deverá ser coletada, preservada e enviada ao laboratório em até 24 h a partir da coleta para início do processo de análise. A amostra, ao chegar no laboratório, será filtrada com o intuito de separar o material particulado em suspensão (ou sólidos totais em suspensão), que será posteriormente seco e analisado, conforme especificado nos respectivos métodos analíticos (**item 3.3.1.2 - Análises em laboratório**).

A filtração das amostras será realizada por meio de filtros tipo cápsulas descartáveis, utilizando-se membranas com as seguintes especificações:

- Para a análise de metais: Membrana com poro de 0,45 µm e 142 mm de diâmetro - Membrana Mista de Ésteres;
- Para as demais análises (p.e. Carbono, Nitrogênio, etc.): Membrana com poro de 0,45µm e 47 mm de diâmetro - Membrana em fibra de vidro 85/90 BF.

Um novo filtro descartável será usado a cada filtração de amostra, de modo a evitar a contaminação cruzada. Após a filtração total em que o material particulado ficou retido, o filtro é removido, rotulado e o procedimento de secagem deverá ser iniciado. Durante todo o procedimento deverá ser utilizada pinça para manuseio dos filtros, evitando o contato manual e a contaminação da amostra.

Caso haja obstrução do papel de filtro antes da conclusão da filtração total da amostra, este será substituído e o procedimento continuado em nova membrana. Neste caso, a unidade de filtração não precisa ser substituída (somente o papel filtro). Todos os papéis filtro coletados para cada amostra serão considerados na análise química como uma única amostra.

Caso necessário, pode ser realizada uma pré-filtração da amostra de água em um filtro de 1,2 µm (ou maior) para impedir a colmatação do filtro de 0,45 µm. Contudo, o

material retido no filtro utilizado na pré-filtração deve ser usado no cálculo de análise do MPS.

3.2.2.7. Amostragem de fitoplâncton

As coletas do fitoplâncton e/ou cianobactérias serão feitas juntamente com a coleta das amostras para análises físico-químicas da água, conforme descrito no **item 3.2.2.2 - Amostragem de água**, tomando o cuidado de distribuir alíquotas da mesma amostragem nos diferentes frascos. Para o estudo quantitativo do fitoplâncton, amostras de um litro serão acondicionadas fixadas com solução de lugol neutro ou acético. Para as análises qualitativas em rios, 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 µm e fixadas com formol a 5% (cinco por cento) ou solução de transeau, ou ainda a possibilidade de a amostra ser enviada viva ao laboratório, mas para isso o tempo em trânsito deve ser inferior a 24h (vinte e quatro horas). Para a coleta de amostras de fitoplâncton em lagoas, o arraste deverá ser vertical, partindo da profundidade máxima, inclusive quando houver medição de água em P1, P2 e P3.

Para amostragem qualitativa de organismos fitoplanctônicos em lagoas, deve-se utilizar a garrafa de *Van Dorn* para coletar água em um igual volume entre as profundidades e fazer a filtração em rede de 20 µm. Ou seja, em cada profundidade amostrada, a garrafa deverá ser lançada tantas vezes quantas forem necessárias para se obter o volume padronizado para todas as amostragens e filtração da água em rede. Os procedimentos de fixação são os mesmos utilizados para ambientes de rios.

3.2.2.8. Amostragem de macroinvertebrados bentônicos dulcícolas

A amostragem da comunidade de macroinvertebrados bentônicos será realizada nos mesmos pontos onde ocorre amostragem para análises físico-químicas da água (exceto nos diques). Os habitats para a coleta de amostras devem ser representativos das características físicas e ecológicas do trecho do rio a ser avaliado, sendo dependentes da largura do corpo hídrico e da variabilidade e disponibilidade de habitats.

Deverá ser utilizado um amostrador do tipo Surber (área 0,09 m²), em ambientes lóticos cuja profundidade é menor ou igual a 30 cm (trinta centímetros) (ou equivalente à altura do amostrador). Para tanto deverão ser tomados os seguintes cuidados:

- Posicionar o amostrador Surber em direção contrária ao fluxo da água.
- Evitar a perturbação do ambiente no local em que o amostrador for posicionado.
- O profissional responsável pela amostragem deve se posicionar sempre atrás do amostrador.
- Revolver o sedimento da área delimitada pelo amostrador de tal forma a desalojar todos os organismos.
- Evitar a perda de material pelas laterais da rede e pela face inferior dos delimitadores.
- Concentrar no fundo da rede (ou no copo do amostrador) o conteúdo aprisionado lavando pela parte externa da rede com a água do próprio ambiente e despejar o concentrado em frasco de coleta etiquetado.

Para a coleta em ambientes lênticos ou de profundidade superior a 30 cm (trinta centímetros) deverá ser utilizada uma draga do tipo Petersen (ou similar, com área de pegada mínima de 420 cm²). Para tanto, deverão ser considerados os seguintes critérios e cuidados:

- Amostras nas quais houver perda de material por transbordo ou vazamento serão descartadas.
- As dragadas devem estar preenchidas com no mínimo 3/4 de sua capacidade.
- Evitar a perturbação do substrato durante a amostragem. Caso não seja possível, o aparelho de amostragem deve ter sua descida controlada.
- É desaconselhável que a amostragem de organismos bentônicos seja realizada embaixo de pontes, uma vez que o sedimento sob as pontes pode não ser natural do curso do rio.

Para rios, nas duas situações (Surber ou draga) serão retiradas 9 amostras (réplicas) em cada ponto amostral. O procedimento de coleta das comunidades bentônicas deverá ser feito de tal forma a caracterizar a seção transversal do trecho do rio (margens e leito), contemplando os diferentes tipos de habitats disponíveis. Os coletores deverão tomar o cuidado de perturbar minimamente o ambiente e nunca dragar ou utilizar o Surber em local que já tenha sido perturbado/pisoteado, especialmente nas amostragens feitas “a pé”.

Para lagoas, a equipe se deslocará do ponto de coleta buscando a margem mais próxima do ambiente (área de maior prevalência destes organismos) para a amostragem da fauna bentônica. Serão coletadas 3 (três) réplicas, tomando-se o cuidado de alternar o lado da amostragem e/ou deslocar ligeiramente a embarcação para se evitar lançar a draga exatamente em um ponto já coletado.

Após a coleta os organismos serão acondicionados em sacos plásticos, devidamente identificados por local, data e hora da coleta, e fixados em formalina devidamente neutralizada (com bórax ou bicabornato de sódio) entre 4 e 10% (quatro e dez por cento). Para posterior conservação, os organismos podem ser mantidos em formol ou transferidos para álcool 70% (setenta por cento).

3.2.2.9. Amostragem para ensaios ecotoxicológicos

As amostras serão coletadas usando os mesmos procedimentos descritos para coleta de água superficial (**item 3.2.2.2 - Amostragem de água**) e sedimento (**item 3.2.2.3 - Amostragem de sedimentos**), sendo este em sua integralidade ou o elutriato de acordo com a norma NBR15469:2015 (ABNT, 2015), sempre levando-se em conta as especificidades do ambiente (lagoas ou rios). A amostragem para este estudo ocorrerá juntamente com a coleta das amostras para análises físico-químicas.

3.2.3. Procedimentos específicos para a amostragem na zona costeira e estuarina

3.2.3.1. Amostragem de água

3.2.3.1.1. Lista de documentos, equipamentos e materiais

Além dos itens indicados no **item 3.2.2.2.1 - Lista de documentos, equipamentos e materiais**, serão necessários, não limitados a estes:

- Sonda com sensor de profundidade.
- Garrafas de fluxo horizontais de Van Dorn de capacidade suficiente para uma amostragem completa (sem necessidade de compor amostra).
- Equipamento de filtragem manual.
- Filtros descartáveis com porosidade de 0,45 µm, para filtração em campo de amostras a serem submetidas a análises das frações dissolvidas das substâncias de interesse.
- Baldes de aço inox 316L polido em quantidade e tamanhos adequados às amostragens.
- Canecas de aço inox 316L polido em quantidade e tamanhos adequados às amostragens.
- Sonda multiparâmetros adequada para perfilagem em águas salobras e salinas.

3.2.3.1.2. Procedimentos técnicos

A coleta de água na zona costeira deverá ocorrer a 0,15 m da lâmina d'água (P15), no qual os dados dos parâmetros de campo serão coletados *in situ* na camada superficial, enquanto a de fundo ocorrerá a 0,50 m da profundidade máxima (P50), evitando que o equipamento encoste no fundo, provocando a suspensão de sedimento. A profundidade máxima do ponto de amostragem é verificada em campo, com auxílio do ecobatímetro da embarcação e deverá respeitar a isóbata de 10 m.

Em estuários a profundidade total do ponto também será verificada com equipamento acústico portátil, e nos casos em que a profundidade for inferior a 2 metros, não haverá necessidade de realizar perfilagem e a coleta deverá ocorrer somente na profundidade P50. Para estuários com profundidade superior a 2 m deverá ser feita a investigação de condutividade, para avaliação da estratificação da coluna d'água. Neste caso, serão medidas as condutividades em P15 e em P50, sendo que os valores serão

anotados no campo de observações da ficha de campo. Quando a estratificação for inferior a $10.000 \mu\text{S}.\text{cm}^{-1}$, a coleta deverá ser realizada somente na profundidade P50 e nesse caso não haverá necessidade de realização da perfilagem. Caso a diferença de condutividade seja superior a $10.000 \mu\text{S}.\text{cm}^{-1}$, a coleta deverá ser realizada nas profundidades P15 e profundidade P50. Nesse caso deverá ser feita a perfilagem vertical a cada 1 metro.

As medições de parâmetros de campo ocorrerão concomitantemente com as coletas de água, usando garrafas *Van Dorn* horizontais (ou semelhantes) nas mesmas profundidades. As garrafas estarão lastreadas para evitar ao máximo que derivem em função das correntes locais, provocando amostragens em profundidades equivocadas. Caso seja observada uma deriva excessiva da garrafa, verificada através do ângulo do cabo (45°), será aumentada a quantidade de lastro utilizada.

A amostragem em estuários deverá ser feita, preferencialmente, na segunda metade do ciclo, na maré enchente, até a preamar. A informação da condição da maré no momento da coleta (vazante/enchente/estofo) deverá ser descrita nas fichas de campo. Tais informações poderão ser obtidas pelas tábuas de marés indicadas pela Marinha do Brasil (<https://www.marinha.mil.br/chm/tabuas-de-mare>). Não é

necessário informar a altura da maré, apenas informar a condição no momento da coleta.

A amostragem de água ocorrerá antes da amostragem de sedimentos, a fim de evitar que a ressuspensão de sedimentos causada pela utilização do amostrador de fundo interfira nos parâmetros de qualidade de água.

Os métodos de coleta são descritos a seguir:

- Confirmada a profundidade (m) local através do ecobatímetro da embarcação, os parâmetros de campo serão medidos usando uma sonda portátil de qualidade de água na sub-superfície (0,15 m abaixo da superfície) e no fundo (0,50 m acima do fundo). Concomitantemente à cada medição *in situ*, serão realizadas as coletas de água. As medidas de profundidade aproximadas (m) e medições de campo deverão ser registradas no caderno de campo e/ou na ficha de campo para eventuais consultas em nível de Controle de Qualidade (QC);
- Todas as amostras de água serão coletadas voltando-se a proa do barco para a direção oposta da corrente superficial, com o motor da embarcação desligado, para evitar leituras imprecisas e/ou contaminação da amostra. A garrafa de *Van Dorn* horizontal será inserida na água e mergulhada a, aproximadamente, 0,15 m abaixo da superfície, considerando o meio da garrafa. Será coletada a amostra de água superficial permitindo que a garrafa se encha completamente;
- Após a garrafa de *Van Dorn* ser trazida de volta à embarcação, desconectar a mangueira da garrafa e desprezar a água contida na mangueira;
- Distribuir seu volume proporcionalmente nos diversos frascos destinados aos ensaios químicos, como forma de garantir a homogeneidade da amostra;
- As primeiras alíquotas de água da garrafa de *Van Dorn* deverão ser para as amostras microbiológicas, que devem ser retiradas direto da garrafa (sem passar pela mangueira);

- Em seguida deverão ser retiradas as amostras que não podem sofrer aeração (oxigênio dissolvido, sulfeto e compostos orgânicos voláteis e fenóis), no qual a mangueira deve ser introduzida estrangulada na boca do recipiente, sem contato com o frasco, liberando-se lentamente o regulador de fluxo da mangueira e preenchendo completamente o volume do frasco, não deixando espaço vazio e nem bolhas;
- As amostras que podem sofrer aeração, repetir o procedimento até que todos os frascos estejam com o volume de água necessário, tomando o cuidado de manter um espaço vazio para sua posterior homogeneização;
- Para os metais dissolvidos, a água do local será filtrada em campo imediatamente após a coleta e antes de adicionar nos recipientes de amostra contendo conservantes específicos para cada parâmetro, conforme descritos no **Quadro 32**. A unidade filtrante passará por um pré-condicionamento antes da filtragem, como forma de prepará-la para receber a amostra. O pré-condicionamento deverá seguir os mesmos passos informados no item **3.2.2.2.1 - Coleta simples**;
- Após o pré-condicionamento, o seguinte procedimento será seguido:
 - ▶ Posicionar o filtro no local adequado, com o cuidado necessário para não haver contaminação;
 - ▶ Preencher a unidade filtrante com água suficiente para passar pelo filtro e encher o frasco destinado à amostra;
 - ▶ Proceder com a filtragem aplicando a pressão necessária à água para passar sem correr o risco de rompimento da membrana filtrante (entre 10 e 30 mmHg);
 - ▶ Repetir o procedimento até obter o volume necessário para o ensaio.
- Caso ocorra saturação, o filtro será substituído por outro novo e o volume necessário para o ensaio será completado;

- Visando minimizar a possibilidade de contaminação, as garrafas de amostra serão abertas somente no momento antes da coleta;
- Os frascos para análise laboratorial serão colocados em caixas térmicas ou isopores com gelo para preservação das amostras;
- Os passos anteriores serão repetidos, enchendo-se uma segunda série de garrafas de amostra de fundo (0,50 m do fundo);
- Serão respeitados os procedimentos de preservação e os prazos de validade para todas as amostras coletadas, os quais são descritos no **item 3.3 - Procedimentos de análise**;
- Os volumes de água necessários para análise de todos os parâmetros serão informados pelo laboratório contratado para realização das análises.

De modo a evitar contaminação cruzada durante a amostragem, os materiais de coleta devem ser lavados em campo com água destilada ou deionizada, após o término da coleta no ponto amostrado.

Além da observação das diretrizes detalhadas acima, deverão ser tomados os cuidados necessários ao se coletar água particularmente no ponto ERD 02 durante os períodos secos, de forma a garantir que a integridade dos dados coletados seja mantida mesmo em condições adversas.

3.2.3.1.2.1. Perfilagem

A perfilagem com sonda multiparâmetros será realizada em todos os pontos de monitoramento da zona costeira e deverá ser feito em intervalos de 1 m até o fundo marinho. O procedimento de perfilagem deverá ser realizado depois da amostragem de água e antes da amostragem de sedimentos, a fim de evitar alterações na coluna d'água causadas pela passagem e descarte de sedimentos coletados.

Antes de ter início o cruzeiro, a sonda que será utilizado terá sua calibração verificada e, caso seja necessário, o equipamento será recalibrado. Todos os registros de verificação e calibração serão mantidos e apresentados sempre que solicitados.

A sonda multiparamétrica deverá ser lastreada para evitar ao máximo que derive em função das correntes locais. Caso seja observada uma deriva excessiva, verificada através do ângulo do cabo (45°), será aumentada a quantidade de lastro utilizada.

Após a utilização do equipamento em cada ponto amostral, alguns cuidados devem ser tomados, conforme descrito por NONNATO (2004):

- Os sensores devem ser lavados com água doce, e caso seja observado presença de contaminação por algum tipo de óleo, os sensores deverão ser lavados com detergente não-iônico;
- Permitir que o equipamento seque totalmente antes de colocá-lo em sua embalagem. Deixar o equipamento secar naturalmente à sombra, sem utilizar nenhum tipo de papel absorvente ou pano, evitando a degradação dos sensores e criação de ambiente propício para o crescimento de fungos. Deve-se também evitar a exposição a excesso de calor no convés, onde será realizada a operação;
- Evitar que o instrumento sofra danos por choque mecânico durante o procedimento de perfilagem, transporte e estocagem;
- Verificar o estado dos conectores, sempre os mantendo em sua posição correta e o estado das baterias do equipamento;
- Quando apropriado, lubrificar os conectores dos sensores com o lubrificante indicado pelo fabricante.

3.2.3.2. Amostragem de sedimento

3.2.3.2.1. Lista de documentos, equipamentos e materiais

- Amostrador tipo Petersen, ou equivalente, com área amostral mínima de 0,1 m² e janela de inspeção para sub-amostragem da meiofauna.
- Guincho motorizado ou hidráulico para içamento dos amostradores.
- Espátulas e/ou colheres plásticas ou em aço inox descontaminados.
- Bandeja plástica ou em aço inox.
- Peneiras ou redes para separação da fauna bentônica (meiofauna e macrofauna).
- Recipientes plásticos ou de vidro pré-rotulados.
- Água deionizada para lavagem das espátulas.

3.2.3.2.2. Procedimentos técnicos

Os procedimentos para amostragem de sedimentos seguem as recomendações presentes nos documentos ANA (2012) e NBR15469:2015.

O lançamento do equipamento para coleta de sedimentos será feito após o término da coleta de água e após a perfilagem com sonda multiparâmetros. Por causarem ressuspensão de sedimentos durante a coleta, as amostragens de sedimentos podem afetar a qualidade da água no local.

Poderá ser utilizado um equipamento do tipo *box-corer* para a amostragem de sedimentos, que será manuseado por um profissional experiente e o seu uso exige muita atenção para evitar acidentes. Caso mostre-se inviável a utilização de *box-corer*, será utilizado, alternativamente, o amostrador de Petersen Modificado (e.g., nome comercial *Day Grab*), tendo em vista seu menor tamanho, que permite uso em embarcações menores equipadas com guincho de popa ou de bordo.

Para cada amostra de sedimento serão anotadas data e hora do momento da coleta, além de outras informações pertinentes sobre a coleta no caderno de campo/ficha de coleta.

O aceite das amostras coletadas seguirá alguns princípios básicos de amostragem de sedimentos. A amostra coletada deverá ser representativa do volume interno do amostrador, isto é, deverá representar pelo menos 60% do volume total do amostrador. Em campo deverão ser seguidas as seguintes recomendações para a validação de uma amostra:

- A superfície da amostra sofrerá mínima perturbação possível, evidenciando uma coleta eficiente e não perturbada do fundo submarino;
- Caso a amostra contenha buracos ou apresente sinais de lavagem durante a recuperação, a mesma será descartada e nova tentativa será realizada;
- O sedimento coletado terá, pelo menos, 10 cm de profundidade, a fim de evitar que a sub-amostra tenha entrado em contato com o fundo do amostrador;
- Será observado se houve arrasto dos sedimentos finos devido à lavagem da superfície dos sedimentos por vazamentos de água. Caso ocorra a perda dos sedimentos finos e/ou intensa erosão de paredes laterais a amostra deverá ser descartada e uma nova será coletada;
- Em cada ponto, serão coletadas, pelo menos, três amostras para sua caracterização, formando uma amostra composta ao final. Será observada a característica dos sedimentos coletados dentro do amostrador, levando em consideração o seguinte:

- ▶ Caso seja observada heterogeneidade dos sedimentos coletados dentro do amostrador, será usada uma colher de plástico ou aço inoxidável limpa para coletar o sedimento da superfície (no mínimo 5 cm superiores) de cada amostra e colocar em um recipiente de aço inoxidável limpo para compor a amostra composta;
- ▶ Se o sedimento coletado dentro do amostrador se apresentar totalmente homogêneo, todo seu volume poderá ser aproveitado para compor a amostra composta, desde que a parte coletada não tenha entrado em contato com o fundo do amostrador.
 - Em seguida, as amostras de sedimento serão misturadas até que sua cor e textura fiquem perfeitamente homogêneas e então a amostra será quarteada. Os frascos serão preenchidos preferencialmente com sedimento de um dos quadrantes e a duplicata, quando houver, será preenchida preferencialmente com o sedimento do quadrante oposto. Caso necessário, todo material homogeneizado poderá ser aproveitado;
 - Serão respeitados os procedimentos de preservação e os prazos de validade para todas as amostras coletadas, os quais são descritos no **item 3.3 - Procedimentos de análise**.

3.2.3.3. Amostragem da fauna bentônica estuarina e costeira

As amostras de fauna bentônica serão obtidas seguindo-se os mesmos procedimentos descritos no item **3.2.3.2 - Amostragem de sedimento**. Após identificação prévia da amostra obtida será realizada a amostragem da macrofauna e meiofauna da seguinte forma:

- Meiofauna bentônica (organismos < 63 μm): Com a draga ainda fechada, amostras para assembléias meiofaunais serão coletadas em cada réplica amostral em uma sub-amostra com tubo de acrílico ou tubo plástico com 5 cm de diâmetro e 3 cm de profundidade. A sub-amostragem da meiofauna se dará através da janela de inspeção da draga, antes da sua abertura. Serão coletadas 3 sub-amostras de meiofauna, uma de cada réplica. As sub-amostras serão diretamente preservadas com formol a 4% e conduzidas ao laboratório, onde serão peneiradas;

- Macrofauna bentônica (organismos entre 250 μm e 1 cm): Após a sub-amostragem da meiofauna, o restante da amostra dentro do amostrador irá constituir a amostra de macrofauna bentônica. A amostra para macrofauna será peneirada a bordo em malha de 250 micras, usando água do próprio local (evitando-se contaminação externa da amostra). Após peneiramento, as amostras retidas em cada peneira devem ser preservadas separadamente em recipientes com formol a 4% ou álcool 70% com rosa de bengala.

3.3. Procedimentos de análise

3.3.1. Parâmetros físicos, químicos e bacteriológicos

Neste item são apresentados os parâmetros de qualidade determinados em campo e/ou laboratório, tanto para amostras de água (doce, salobra e salina) quanto para amostras de sedimento. Os métodos apresentados são normalizados por referências técnicas especializadas em análises químicas. O laboratório contratado deverá comprovar que opera adequadamente os métodos normalizados propostos, fornecendo evidência de atendimento às especificações relativas aos parâmetros de

desempenho especificados no método de ensaio de acordo com as matrizes para as quais o método é aplicado. As evidências se darão por certificações como a ABNT NBR ISO/IEC 17025, ensaios interlaboratoriais, calibrações de equipamentos em laboratórios credenciados pela RBC, entre outros que comprovem o adequado desempenho do laboratório.

3.3.1.1. Medições em campo

Todas as medições efetuadas durante a realização dos serviços de amostragem serão provenientes do uso de equipamentos e instrumentos de medição com comprovada calibração, que deverá ser realizada por laboratórios externos acreditados à Rede Brasileira de Calibração (RBC). Todo certificado de calibração fornecido deverá ser analisado criticamente pelo responsável pela amostragem, quanto ao atendimento dos requisitos da norma ABNT ISO/IEC 17025 e aos requisitos metrológicos especificados pelo fabricante.

Além da calibração, todos os equipamentos e instrumentos de medição deverão ser verificados com Materiais de Referência (MR) ou, quando possível, Certificados (MRC) de acordo com a ABNT NBRISO 17034:2017.

3.3.1.1.1. Faixas de uso

Para os parâmetros físicos e químicos foram estabelecidas faixas de uso, que devem estar de acordo com os certificados de calibração dos equipamentos a serem utilizados. O **Quadro 31** apresenta as faixas de uso consideradas aptas a atender o PMQQS proposto e as respectivas metodologias. As medições em campo deverão ser realizadas, preferencialmente, por uma sonda multiparamétrica.

Quadro 3-1 - Faixas de uso para as análises em campo.

MENSURANDO	MATRIZ	MÉTODO	FAIXA DE USO
pH	Água e sedimento	SMWW 4500-H+ B	0 a 14
Condutividade	Água doce	SMWW 2510 B	0 a 200.000 µS.cm ⁻¹
	Água salobra/salina		
Oxigênio Dissolvido	Água	SMWW 4500-O G	0 a 15 mg.L ⁻¹
			0 a 100%

Potencial de oxirredução	Água e sedimento	SMWW 2580 B	-2000 a + 2000 mV
Turbidez	Água	SMWW 2130 B	0 a 4.000 NTU
Temperatura	Água	SMWW 2550 B	0 a 55°C
Salinidade	Água	SMWW 2520 D	0 a 70

Para o estabelecimento destas faixas foi realizada consulta em Manuais Técnicos ou de Operação das sondas multiparâmetros comercializadas e o conhecimento adquirido sobre as características do ambiente desde o ROMPIMENTO até o momento, conforme orientações dos documentos elaborados pela Comissão de Química para atendimento aos requisitos de amostragem para a NBRISO/IEC 17025.

Para a medição da transparência da água será utilizado o disco de Secchi. As leituras deverão ser feitas com a embarcação ancorada e sempre no mesmo ponto. No lado sombreado da embarcação, o disco de Secchi deverá ser descido lentamente na água até o ponto de seu desaparecimento por completo. Ao retornar com o disco de Secchi pela coluna d'água, o limiar entre sua extinção e seu reaparecimento é a transparência da água que deverá ser medida. Este parâmetro será feito somente nas lagoas.

As medições de profundidade deverão ser realizadas com o sensor de profundidade da sonda ou com ecobatímetro. A temperatura do ar deverá ser medida com termômetro ou com o sensor de temperatura da sonda posicionado na sombra, antes da sua utilização para registro de temperatura da água.

3.3.1.2. Análises em laboratório

As análises em laboratório devem ser realizadas por laboratórios acreditados nos termos da ABNT NBRISO/IEC 17025:2005 junto ao Instituto Nacional de Metrologia, Normalização e Qualidade Industrial (INMETRO). Caso a análise de determinado parâmetro não seja rotineira ou nenhum laboratório nacional possua acreditação, será necessário que o mesmo possua certificações que o qualifique para isso, ou esta análise deverá ser subcontratada.

O laboratório deverá manter em arquivo, por 5 (cinco) anos, os documentos pertinentes aos ensaios analíticos, tais como: cartas-controle, cromatogramas e resultados obtidos em ensaios de proficiência.

3.3.1.2.1. Limites de quantificação

Os limites de quantificação (LQ) praticados pelos laboratórios contratados para as análises propostas no PMQQS deverão ser iguais ou inferiores aos limites previstos nas seguintes resoluções:

- Resolução COPAM 01/2008.
- Resolução CONAMA 357/2005.
- Resolução CONAMA 454/2012.

Para aqueles parâmetros que não possuem limite nas resoluções do COPAM e da CONAMA, os limites de quantificação devem ser compatíveis com os valores reportados pela literatura científica. Assim, foram consultadas outras diretrizes do Brasil, como o Padrão de Potabilidade (Portaria GM/MS nº 888, de 04/05/2021), além de diretrizes internacionais como, por exemplo, do Canadá, dos Estados Unidos da América e da União Europeia.

3.3.1.2.2. Procedimentos analíticos

A metodologia de análise para cada parâmetro está disponibilizada no **Quadro 32**, incluindo os ambientes de água e sedimento: doce (rios, lagoas e reservatórios), salobra (pontos LMN 01 e LMN 02R, RDO 16 e estuários) e salina (zona costeira). Para os pontos LMN 01, LMN 02R e RDO 16, deve-se primeiro verificar a salinidade para depois ratificar se a classificação da água está como doce ou salobra. Uma avaliação resumida dos procedimentos de coleta e metodologia de todos os parâmetros avaliados em laboratório pode ser acompanhada no **Quadro 32**.

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

Quadro 3-2 – Resumo dos métodos de coleta e análise dos parâmetros avaliados em laboratório.

PARÂMETRO (unidade)	AMBIENTE	PROCEDIMENTOS DE COLETA (CETESB, 2012)				PROCEDIMENTOS DE ANÁLISE		
		RECIPIENTE*	QUANTIDADE	PRESERVAÇÃO	ARMAZENAMENTO	PRAZO DE VALIDADE (1)	MÉTODOS	PRINCÍPIO DO MÉTODO
Alcalinidade total (mg $\text{CaCO}_3\cdot\text{L}^{-1}$)	Água bruta (doce, salobra, salina)	P, V	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C $\pm 2^\circ\text{C}$	24h	USEPA 310.1/SMWW 2320	Titulação
Ânions - cloreto total, fluoreto total, nitrito, nitrato, fosfato, sulfato (mg.L ⁻¹)	Água bruta e filtrada (doce, salobra, salina)	P	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C $\pm 2^\circ\text{C}$	Cloreto, fluoreto e sulfato-28 dias, nitrato e nitrito-48h	EPA 300:1997	Cromatografia iônica - Supressora e Detector de condutividade
Carbono orgânico total (%)	Sedimento (doce, salobra, salina)	PVA (com tampa de rosca e septo teflon)	100g	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C $\pm 2^\circ\text{C}$	7 dias (máximo 28 dias)	SMEWW 5310-B	Analisador elementar/ Combustão analítica em alta temperatura
Carbono orgânico total e dissolvido (mg.L ⁻¹)	Água bruta e filtrada (doce, salobra, salina)	VDBO	300 mL	H ₂ SO ₄ 1:1 até pH≤2 (água doce) e HCl 1:1. Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C $\pm 2^\circ\text{C}$	7 dias	SMWW 5310-C/D	Método da oxidação com persulfato na presença de calor ou luz UV ou método de oxidação-úmida
Cianeto livre (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce)	P, V	250 mL	NaOH 10 m até pH>12. Resfriamento (gelo). Manter ao abrigo de luz	Refrigeração 4°C $\pm 2^\circ\text{C}$. Manter ao abrigo de luz	24h	ISO14403-2 ou SMWW 4500 CN-B, C (preparo) e F (análise)	Método colorimétrico - análise em fluxo segmentado ou Método eletrodo seletivo

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

Cloreto total (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce, salobra, salina)	P	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	28 dias	EPA 9056A/300.1 ou SMWW 4500 Cl ⁻	Cromatografia iônica - Supressora e Detector de condutividade ou Titulometria
Clorofila-a e Feoftina (µg.L ⁻¹) (2)	Água filtrada (doce, salobra, salina)	VA	1L	Resfriamento (em gelo). Proteger da luz (4)	Refrigeração entre 4°C e 10°C e manter ao abrigo da luz	48h	SMEWW - 10200H	Espectrofotometria
Clorofila-a e Feoftina (µg.L ⁻¹) (3)	Água filtrada (doce, salobra, salina)	VA	1L	Resfriamento (em gelo). Proteger da luz até o momento da filtração	após filtração a membrana deve ser colocada em um envelope de papel devidamente identificado. Refrigeração entre 4°C e 10°C	28 dias	SMEWW - 10200H	Espectrofotometria
Condutividade elétrica (µS.cm ⁻¹)	Água bruta (doce, salobra, salina)	P, V	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	28 dias	SMEWW 2510B	Equipamento (potenciômetro) com célula de condutividade e dispositivo compensador de temperatura
Cor verdadeira	Água bruta (doce)	P, V	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	48h	SMEWW 2120 C	Espectrofotometria
DBO ₅ , 20 (mg O ₂ .L ⁻¹)	Água bruta (doce)	P, V	2 frascos de 1L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	24h (máximo 28 dias)	SMEWW - 5210B	Ensaio em 5 dias - 20°C
Distribuição granulométrica (%)	Sedimento (doce, salobra, salina)	P	700 g (aprox)	Não requerida	Temperatura ambiente. Manter ao abrigo de luz	6 meses	ISO 13320:2020	Difração a laser, para as frações abaixo da última peneira da série tyler

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

Dureza total (mg CaCO ₃ .L ⁻¹)	Água bruta (doce, salobra, salina)	P, V	250 mL	HNO ₃ 1:1 até pH<2. Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	6 meses	SMEWW 2340	Titulométrico
<i>Enterococcus</i> (NMP.100 mL ⁻¹)	Água bruta (salobra e salina)	P, V (estéreis)	100 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração entre 2°C e 8°C e proteger da luz. Não congelar	24h	SMWW 9230	Técnica da membrana filtrante-presença/ausência em 100 mL
<i>Escherichia coli</i> (NMP.100 mL ⁻¹)	Água bruta (doce, salobra, salina)	P, V (estéreis)	100 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração entre 2°C e 8°C e proteger da luz. Não congelar	24h	SMEWW 9223 B	Técnica do substrato enzimático - presença/ausência em 100 mL
Especiação de As ⁺³ e As ⁺⁵ (mg.L ⁻¹)	Água doce - Pontos do Trecho 1 e em RDO 11 e RDO 12 . Testemunho de sedimento (rios, lagoas, estuários e zona costeira)	P	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	28 dias	FDA 4.11.1 (Kubachka <i>et al.</i> 2012) ou SMWW 3114B	Método de plasma indutivamente acoplado / espectrometria de massa (ICP/MS) acoplado a cromatografia líquida de alta performance (HPLC)
Fenóis (mg.kg-1)	Sedimento (doce, salobra e salina)	VA (boca estreita)	1L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	7 dias	EPA 8270D	Cromatografia gasosa
Ferro - Especiação Fe ²⁺ (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce, salobra e salina)	VA	250 mL	2 mL HCl. Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	24h	SMWW 3500 Fe B	Análise por ICP

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

Ferro - Especificação Fe ³⁺ (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce, salobra e salina)	P	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	24h	SMWW 3500 Fe B/EPA 6010C	Análise por ICP
HPA-Hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (mg.kg ⁻¹)	Sedimento (doce, salobra, salina)	V	100g (aprox)	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	14 dias	USEPA 8082 A	Cromatografia gaspsa (CG/ECF ou CG/ELCD)
Mercúrio (mg.kg ⁻¹)	Sedimento (doce, salobra, salina)	P	250 mL	Resfriamento (em gelo), ausência de luz	Refrigeração 4°C ±2°C	28 dias	EPA7471 B	Técnica de vapor frio e análise direta de mercúrio
Mercúrio (mg.L ⁻¹)	Água bruta e filtrada (doce, salobra, salina)	P, V	250 mL	HNO ₃ 1:1 até pH<2. Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	28 dias	EPA7470 A	Técnica de vapor frio e análise direta de mercúrio.
Metais e semimetais total e dissolvido (mg.kg ⁻¹) (7)	Sedimento (doce, salobra, salina)	P	250 g	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	6 meses	Preparo: EPA 3050 e 3052 ou EPA 3051A, Análise: EPA 6010	Análise por ICP
Metais, semimetais e selênio (mg.L ⁻¹) (6)	Água bruta e filtrada (doce, salobra, salina)	P, V	250 mL	HNO ₃ 1:1 até pH<2. Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	Boro e mercúrio-28 dias, demais: 6 meses	Preparo: EPA 3005, EPA 3010, SMWW 3030; Análise: EPA 6020, SMWW 3120, 3125	Análise por ICP
Metilmercúrio (5)	Sedimento (doce, salobra e salina)	P	250 mL	Resfriamento (em gelo), ausência de luz	Refrigeração 4°C ±2°C	28 dias	EPA7471 B ou EPA 3200	Técnica de vapor frio e análise direta de mercúrio

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

Nitrato (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce, salobra, salina)	P	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	48h	SMWW - 4500NO ₃ ⁻	Espectrofotométrico
Nitrito (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce, salobra, salina)	P	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	48h	SMWW - 4500NO ₂ ⁻	Espectrofotométrico
Nitrogênio amoniacal total (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce, salobra, salina)	P, V	250 mL	H ₂ SO ₄ até pH<2. Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	7 dias	SMEWW - 4500NH ₃ ou ISO11732	Espectrofotométrico ou Método colorimétrico - FIA
Nitrogênio Kjeldahl total (mg.kg ⁻¹)	Sedimento (doce, salobra, salina)	P, V	250 mL	H ₂ SO ₄ até pH<2. Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	7 dias	USEPA 351.3 ou SMWW - 4500 N _{org}	Destilação por potenciometria ou outro procedimento ou Espectrofotométrico
Nitrogênio orgânico (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce)	P, V	250 mL	H ₂ SO ₄ até pH<2. Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	7 dias	SMWW - 4500 N _{org}	Espectrofotométrico
pH (laboratório)	Água bruta (doce, salobra, salina)	P, V	250 mL	Frasco de amostra deve ser cheio completamente e mantido fechado até o momento da análise	Refrigeração 4°C ±2°C	7 dias	EPA 150.1 ou SMWW 4500 H+ B	Potenciômetro acoplado com eletrodos padrão e de referência e dispositivo compensador de temperatura
Polifosfatos (mg.L ⁻¹)	Sedimento (doce, salobra, salina)	P, V	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	48h	SMWW 4500P-E/4500 P-B (preparo)	Espectroscopia (colorimetria, fotometria)

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

Potencial de oxiredução (ORP) - ensaio em laboratório	Sedimento (todos os ambientes)	P	250 g	-	-	-	SMWW 2580 B	Diferença de potencial
Silício (mg.kg ⁻¹)	Sedimento (doce)	P	250g	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	6 meses	EPA 6010D (EPA 3051 e 3052)	Digestão ácida em microondas
Sílica dissolvida (mgSiO ₂ .L ⁻¹)	Água filtrada (doce, salobra, salina)	P	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	28 dias	SMWW 4500 SiO ₂ B/C	Espectrometria de absorção atômica ou Gravimetria
Sólidos (%)	Sedimento (doce, salobra, salina)	P	250g	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	7 dias	SMWW 2540 G	Evaporação e peso seco
Sólidos dissolvidos totais (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce, salobra, salina)	P, V	500 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	7 dias	SMWW 2540 C/E	Evaporação e peso seco
Sólidos sedimentáveis (mL.L ⁻¹)	Água bruta (doce)	P, V	1,5 L	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	24h	SMWW 2540 F	Evaporação e peso seco
Sólidos suspensos totais (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce, salobra, salina)	P, V	500 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	7 dias	SMWW 2540 D	Evaporação e peso seco
Sólidos totais (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce)	P, V	500 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	7 dias	SMWW 2540 B/E	Evaporação e peso seco
Sulfato (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce, salobra, salina)	P	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	28 dias	EPA 4500 SO ₄ ²⁻	Espectroscopia (colorimetria, fotometria)

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

Sulfeto com H ₂ S não dissociado (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce, salobra, salina)	V	300 mL	Refrigeração ≤6°C, NaOH/ZnOAc para pH>9 - refrigeração entre 2 e 6°C	Refrigeração 4°C ±2°C	7 dias	SMWW - 4500S ₂ -D,H ou EPA 9030B (preparo) e EPA 9034 (análise)	Espectrofotometria ou Método iodométrico
Sulfeto total (mg.L ⁻¹)	Água bruta (doce)	V	300 mL	Refrigeração ≤6°C, NaOH/ZnOAc para pH>9 - refrigeração entre 2 e 6°C	Refrigeração 4°C ±2°C	7 dias	SMWW - 4500S ₂	Espectrofotometria, titulação ou colorimétrico
Teor de Carbonatos (%)	Sedimentos (salobra, salina)	P	700 g (aprox)	-	-	-	Tessier <i>et al.</i> , 1979 ou Loring e Rantala, 1992	Extração sequencial seletiva ou Diferença de massas
Teor de umidade (%)	Sedimento (doce, salobra, salina)	P	250g	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	7 dias	SMWW 2540 G	Evaporação e peso seco
Titânio	Sedimento (doce)	P	250g	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	6 meses	EPA 6010D (EPA 3051 e 3052)	Digestão ácida em microondas, plasma acoplado indutivamente - espectrometria de emissão atômica
Turbidez (NTU)	Água bruta (doce, salobra, salina)	P, V	250 mL	Resfriamento (em gelo)	Refrigeração 4°C ±2°C	48h	SMWW 2130 B	Método nefolométrico

(1) Contado a partir da hora de coleta.

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

- (2) Filtrado em laboratório.
- (3) Filtrado em campo.
- (4) Caso o pH da água seja inferior a 6, a amostra pode ser preservada com carbonato de magnésio 1%, caso seja considerado necessário.
- (5) Análise deverá ser realizada somente no testemunho de sedimento.
- (6) Metais e semi metais (água): Alumínio, antimônio, arsênio, bário, boro, cádmio, cálcio*, chumbo, cobalto, cobre, cromo, ferro, fósforo, magnésio*, manganês, molibdênio, mercúrio, níquel, potássio**, selênio, sódio*, vanádio, zinco. (*) somente ambientes dulcícolas e (**) somente fração dissolvida.
- (7) Metais e semi metais (sedimento): Alumínio, antimônio, arsênio, bário, berílio, cádmio, chumbo, cobalto, cobre, cromo, estrôncio, ferro, fósforo, manganês, mercúrio, molibdênio, níquel, selênio, vanádio, zinco.

* Recipientes: P = Plástico, V = Vidro, VA = Vidro âmbar, VDBO = Frasco de vidro para DBO, PVA = Polímero polivinil acetato.

3.3.2. Parâmetros biológicos

3.3.2.1. Fitoplâncton

3.3.2.1.1. Procedimentos laboratoriais

Em laboratório o material coletado deve ser submetido à análise quantitativa com a contagem do fitoplâncton nas amostras que foram acondicionadas em frascos escuros e preservadas em lugol neutro ou acético, utilizando-se microscópio invertido, de acordo a metodologia descrita por Utermöhl (1958). Os organismos devem ser contados sob o aumento de 400 vezes, com o auxílio de retículo de Whipple aferido com régua micrométrica calibrada, com contagem em campos aleatórios ou transectos, garantindo a precisão dos resultados. Durante a contagem deve ser estabelecido um limite de precisão de duas maneiras, através da curva de rarefação das espécies, ou seja, adicionando novas unidades de contagem (campos ou transectos) até a estabilização de ocorrência de espécies na análise, bem como pelo estabelecimento de um número mínimo de 100 indivíduos da espécie dominante contados de modo a se determinar erro padrão de até 20% na contagem, obtido por meio da Equação 1 (APHA 2017, CETESB 2005):

$$E = (2/\sqrt{N}) * 10$$

Onde:

E = Erro na contagem, em%;

N = Número unidades constatadas.

**Equação
SEO**

As identificações dos organismos fitoplanctônicos deverão ser feitas em nível específico, sempre que possível. Os sistemas de classificação adotados devem ser: Round (1971) para as classes de Chlorophyta; Round (1990) para Bacillariophyta; Komárek & Anagnostidis (1989, 1998 e 2005) para Cyanobacteria; e Round (1965) para as demais classes.

3.3.2.1.2. Análise de dados

De posse dos dados, serão calculadas as seguintes métricas da comunidade fitoplanctônica:

- Espécies abundantes e dominantes: considerando espécies dominantes aquelas cujas densidades são maiores do que 50% da densidade total da comunidade e espécies abundantes aquelas cujas densidades superam a densidade média das populações de cada amostra, conforme Lobo & Leighton (1986);
- Frequência de Ocorrência: considerando a relação entre o número de ocorrências de uma dada espécie e o número total de amostras analisadas. As espécies constantes são aquelas onde $F > 50\%$; as comuns, $10\% < F < 50\%$; e as raras, quando $F < 10\%$ (Equação 2):

$$F = \frac{pi * 100}{P}$$

Onde:

F = frequência de ocorrência;

pi é o número de amostras contendo a espécie i;

P corresponde ao número total de amostras

**Equação
2**

- Índices biológicos (nível específico): devem ser calculados índices de diversidade de Shannon (bits.ind⁻¹; SHANNON & WEAVER, 1963), de equitatividade (LLOYD & GHELARDI, 1964), de dominância (SIMPSON, 1949) e de riqueza (ODUM, 1983). Dessa forma, as equações 3, 4 e 5 apresentam o cálculo para os índices de Diversidade de Shannon, Equitabilidade, e Dominância de Simpson, respectivamente. Além disso, avaliar a associação de espécies bioindicadoras: com base nas análises qualitativas e quantitativas da comunidade e com uso de literatura especializada, como Tucci (2002);

- Diversidade de Shannon (H')

$$H' = - \sum_{i=1}^S (p_i \log_2 p_i)$$

Onde:

H' = índice de diversidade de Shannon-Wiener;

S é o número total de táxons;

p_i = **n_i** / **N**;

n_i corresponde ao número de indivíduos da espécie

i presente na amostra;

N representa o número total de organismos na amostra.

Equação 3

- Equitabilidade (J')

$$J' = H' / \log_2 S$$

Onde:

J' = índice de equitabilidade de Pielou;

H' = índice de diversidade de Shannon;

S = número total de táxons presente na amostra

Equação 4

- Dominância de Simpson (D)

Onde:

$$D = \sum \left(\frac{n_i}{N} \right)^2$$

D = Índice de dominância de Simpson;

Equação 5

n_i = Densidade relativa de cada táxon na unidade amostral;

N = Número total de indivíduos na amostra.

$$D = \sum \left(\frac{n_i}{N} \right)^2$$

- Riqueza (R)

Número total de táxons encontrados em uma amostra.

3.3.2.2. Macroinvertebrados bentônicos dulcícolas

3.3.2.2.1. Procedimentos laboratoriais

Em laboratório as amostras de sedimento deverão ser lavadas com água corrente em rede com malha 0,25 mm, reduzindo o volume da amostra ao eliminar partículas orgânicas e inorgânicas finas. Após a lavagem o material será triado sobre bandejas de luz e em seguida identificado com o auxílio de lupa e microscópio óptico até o nível taxonômico de famílias utilizando chaves taxonômicas específicas. Organismos de interesse sanitário (p. ex. *Biomphalaria* sp.) e espécies exóticas (p. ex. *Corbicula fluminea*) deverão ser preferencialmente identificados até a menor resolução taxonômica possível.

3.3.2.2.2. Análise de dados

De posse dos dados, serão calculadas as seguintes métricas da comunidade bentônica:

- Riqueza taxonômica: número de diferentes táxons presentes nas amostras;
- Densidade de indivíduos: número de indivíduos por metro quadrado (ind.m^{-2});
- Índice de diversidade de Shannon (descrito no **item 3.3.2.1 - Fitoplâncton**);
- Índice de diversidade de Simpson (descrito no **item 3.3.2.1 - Fitoplâncton**);
- Equitabilidade de Pielou;
- Índice BMWP (*Biological Monitoring Working Party*, JUNQUEIRA & CAMPOS, 1998; JUNQUEIRA *et al.* 2000; JUNQUEIRA *et al.* 2018): para o cálculo deste item, cada táxon recebe um escore de acordo com o seu grau de tolerância a impactos. A soma dos escores fornece a pontuação final do BMWP que é categorizada em classes de qualidade de água, sendo excelente (> 81 pontos), boa (entre 80 e 61 pontos), regular (entre 60 e 41 pontos), ruim (entre 40 e 26 pontos) e péssima (< 25 pontos);
- Quando pertinente, poderão ser consideradas ainda para discussão dos resultados métricas como percentual de espécies exóticas, percentual de EPT (Ephemeroptera, Plecoptera e Trichoptera), percentuais dos grupos tróficos funcionais, entre outros disponíveis na literatura.

3.3.2.3. Fauna bentônica estuarina e costeira

3.3.2.3.1. Procedimentos laboratoriais

Em laboratório, o procedimento analítico deve seguir padronizações de triagem e identificação taxonômicas.

As amostras de meiofauna ($< 63 \mu\text{m}$) preservadas em formol 4% devem ser elutriadas em laboratório seguindo os métodos de extração com sílica coloidal ou Ludox (BURGESS, 2001). O material separado com os animais será colocado em placa de Petri para centrifugação manual, sendo o sobrenadante vertido em placas de Dolffus, composta de 200 quadrados de $0,25 \text{ cm}^2$ cada. Em estereomicroscópio, será realizada a contagem dos grandes grupos zoológicos e separação de Nematoda, Tardigrada e Copepoda Harpacticoidea, com auxílio de estilete. Os espécimes serão quantificados e acomodados em tubos de Eppendorf® ou similar, com formol a 4%. A classificação taxonômica deverá ser baseada em referências usuais e chaves padronizadas, preferencialmente a nível taxonômico de gênero (SOMERFIELD & CLARKE, 1995; De LEY, 2006).

As amostras de macrofauna ($> 250 \mu\text{m}$ e $< 1,0 \text{ cm}$) preservadas em formol devem ser novamente lavadas em água corrente em laboratório e transferidas para álcool 70%. As amostras serão triadas por estereomicroscópio e os organismos triados e identificados ao nível de família (Filo Annelida e Filo Mollusca) e ordem (Sub-filo Crustacea e outros). Este nível de classificação é suficiente para análises estatísticas convencionais posteriores e elimina grande esforço taxonômico na identificação de espécies (SOMERFIELD & CLARKE, 1995). Diversos guias e chaves taxonômicas podem ser usadas para a identificação da macrofauna bentônica em nível de família, e muitas referências foram publicadas sob a forma de livro no Brasil ou em jornais especializados (e.g., FAUCHALD, 1977; AMARAL *et al.*, 2006).

Organismos pertencentes a grupos dominantes ou de especial interesse taxonômico, poderão ser encaminhados a especialistas para uma identificação ao menor nível possível, sendo mantidos em suas coleções, ou encaminhados para coleções cadastradas no CRIA (e.g., Museu de Zoologia da USP, UNICAMP).

3.3.2.3.2. Análise de dados

A análise dos dados de organismos da meiofauna e macrofauna bentônica deve considerar os seguintes parâmetros: i) a densidade e biomassa total de organismos (padronizada por metro quadrado m^2) e desvio padrão das réplicas num determinado sítio ou ponto amostral; ii) índices de diversidade (Simpson e Shannon H') e equitatividade de Pielou J' (e seus erros entre réplicas) (MAGURRAN, 2004); iii) a composição faunística predominante em cada área (e.g., ranque de dominância de grupos) com sua respectiva densidade. Devem ser realizadas também: (iv) comparações entre pontos e períodos amostrais a partir dos dados anteriores, em 2 ou mais áreas e/ou 2 ou mais períodos de tempo; e (v) analisadas relações entre a variação de densidade de organismos com variáveis ambientais.

Os dados de densidade e biomassa total de organismos devem ser obtidos pela contagem e medição de peso úmido de organismos presentes em cada amostra, separados por nível taxonômico (i.e., Família, Ordem). A densidade de cada área amostral (área superficial do amostrador utilizado) é convertida para 1 metro quadrado e a média das réplicas de cada ponto amostral são calculadas juntamente com seu desvio padrão. Ao se estimar a biomassa, deve-se utilizar balança analítica com precisão suficiente, e o peso úmido anotado após um intervalo de tempo pré-definido (e.g. 10 segundos). Tendo em vista que os organismos estarão condicionados em álcool 70%, o peso irá diminuir constantemente pela evaporação do álcool e não é desejável que os animais ressequem no processo. As amostras de meiofauna somente deverão ser quantificadas, sem necessidade de medida de biomassa.

3.3.3. Ensaios ecotoxicológicos

Os métodos para a realização dos ensaios de ecotoxicidade incluídos no programa de testes estão relacionados no Quadro 33, tanto para amostras de água quanto para amostras de sedimento, em ambiente dulcícola e salino/salobro. Deverá ser verificada a viabilidade de substituição do método de literatura do *Nitokra* spp. pela ABNT vigente.

Quadro 3-3 - Ensaios ecotoxicológicos propostos.

MATRIZ	ENSAIOS – ORGANISMO	MÉTODO
Água - ambiente dulcícola	Toxicidade crônica - Chlorophyceae (algas)	ABNT/NBR12648:2018
	Toxicidade crônica - <i>Ceriodaphnia</i> spp (microcrustáceo)	ABNT/NBR13373:2017
	Toxicidade aguda - <i>Daphnia</i> spp (microcrustáceo)	ABNT/NBR12713:2016
Elutriato de sedimento - ambiente dulcícola*	Toxicidade crônica - <i>Ceriodaphnia</i> spp (microcrustáceo)	ABNT/NBR13373:2017
	Toxicidade aguda - <i>Daphnia</i> spp (microcrustáceo)	ABNT/NBR12713:2016
	<i>Hyalella</i> spp. (Amphipoda)	ABNT/NBR15470:2021
	<i>Chironomidae sancticaroli</i>	CETESBSQ PR/LB 153: ensaio ecotoxicológico com <i>Chironomus sancticaroli</i> – sedimento. Versão 13. São Paulo, 2019b
Sedimento integral - ambiente dulcícola	Toxicidade aguda e crônica - <i>Hyalella</i> spp (Amphipoda)	ABNT/NBR15470:2013
	Toxicidade aguda e crônica - <i>Chironomidae</i>	CETESB SQ PR/LB 153: ensaio ecotoxicológico com <i>Chironomus sancticaroli</i> – sedimento. Versão 13. São Paulo, 2019b
Água e elutriato de sedimento – ambiente salobro/salino**	Toxicidade crônica - <i>Skeletonema costatum</i> (microalgas) – somente para água	ABNT/NBR16181
	Toxicidade crônica - <i>Echinometra lacunata</i> -organismo (ouriço do mar)	ABNT/NBR15350:2020
	Toxicidade crônica - <i>Echinometra lacunata</i> -teste de fertilização (ouriço do mar)	MASTROTI, 2002
	Toxicidade crônica - <i>Echinometra lacunata</i> -teste com gametas (ouriço do mar)	MASTROTI, 2002
	Toxicidade aguda - Misidáceo	ABNT/NBR: 15308:2017
Sedimento integral - ambiente salobro/salino	Toxicidade aguda e crônica - <i>Nitokra</i> sp (microcrustáceo)	LOTUFO & ABESSA

* elutriato de sedimento em ambiente dulcícola – somente nos pontos UHE CAN e RDO 02J.

**elutriato de sedimento em ambiente salobro/salino – somente nos pontos RDO 16 e ERD 02.

Após o período de exposição, que varia de acordo com o organismo e a norma aplicada (**Quadro 33**) deverá ser registrada a porcentagem de efeito tóxico medido em cada uma das diluições utilizadas para exposição dos organismos, conforme respectivas referências metodológicas. Em seguida, deverá ser calculado o resultado do ensaio ecotoxicológico, o qual deve ser expresso em CE_{50} (concentração efetiva que pode causar danos a 50% da população), CL_{50} (concentração letal que pode causar danos a 50% da população), CENO (concentração de efeito não observado) e CEO (concentração de efeito observado), em percentuais. Deverão ainda ser calculados: a letalidade no controle (%), a imobilidade no controle (%), o coeficiente de variação no controle (%), a taxa de crescimento em biomassa e a reprodução média no controle (número de organismos), para cada teste correspondente.

Estes valores deverão ser utilizados para estimar o potencial efeito tóxico da amostra analisada. Devem ainda serem apresentados os dados brutos referentes a cada ensaio, além dos respectivos dados iniciais e finais de pH e oxigênio dissolvido.

Os organismos utilizados para os ensaios de toxicidade deverão ser do mesmo lote. Caso não seja possível devido a capacidade de cultivo do laboratório, devem ser utilizados organismos-teste do mesmo lote nas amostras de água, elutriato de sedimento e sedimento de mesmo ponto, coletados na mesma data.

3.4. Referências bibliográficas

ANA – Agência Nacional de Águas. Manual HidroSedimentos 2.0. Brasília: ANA, 2013

ANA - Agência Nacional de Águas. Orientações para Operação de Estações Hidrométricas. Superintendência de Gestão da Rede Hidrometeorológica. Brasília: ANA, SGH, 2012.

ANA - Agência Nacional de Águas. Especificações Técnicas - Plataformas de Coletas de Dados – PCDs. Superintendência de Gestão da Rede Hidrometeorológica. Brasília: ANA, SGH, 2011.

ANA - Agência Nacional de Águas. Medição de Descarga Líquida em Grandes Rios – Manual Técnico. 2. ed. Agência Nacional de Águas - ANA, Brasília/DF. 2014.

ANA, CETESB. Agência Nacional de Águas, Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. Guia nacional de coleta de preservação de amostras: água, sedimento, comunidades aquáticas e efluentes líquidos. Brasília, DF: ANA, São Paulo: CETESB, 326p. 2012.

ANA, CETESB. Agência Nacional de Águas, Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. Guia nacional de coleta de preservação de amostras: água, sedimento, comunidades aquáticas e efluentes líquidos. Brasília, DF: ANA, São Paulo: CETESB, 456p. 2023.

AMARAL, A.C.Z., RIZZO, A.E., ARRUDA, E.P. Manual de identificação de invertebrados marinhos da região sudeste-sul do Brasil. EDUSP. 2006.

AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 23rd Edition. Washington, DC, USA. 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA (ABNT). NBR12648:2011. Ecotoxicologia aquática - Toxicidade crônica - Método de ensaio com algas (Chlorophyceae). 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA (ABNT). NBR12713:2016. Ecotoxicologia aquática - Toxicidade aguda - Método de ensaio com *Daphnia* spp (Crustacea, Cladocera). 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA (ABNT). NBR13373:2016. Ecotoxicologia aquática - Toxicidade crônica - Método de ensaio com *Ceriodaphnia* spp (Crustacea, Cladocera). 2016.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA (ABNT). NBR15088:2011. Ecotoxicologia aquática - Toxicidade aguda - Método de ensaio com peixes. 2011.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA (ABNT). NBR15469:2015. Ecotoxicologia - Coleta, preservação e preparo de amostras. 2015.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA (ABNT). NBR9898:1987. Preservação e técnicas de amostragem de efluentes líquidos e corpos receptores. 1987.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA (ABNT). NBRISO/IEC 17025:2017 Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração. 2017.

ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICA (ABNT). NBRISO/IEC 17034:2017. Requisitos gerais para a competência de produtores de material de referência. 2017.

BURGESS, R. An improved protocol for separating meiofauna from sediments using colloidal silica sols. Marine Ecology Progress Series, v. 214, p. 161-165, 2001.

CARVALHO, N. O. Hidrossedimentologia Prática. Editora Interciência, Rio de Janeiro; 599 p. 2008.

CARVALHO, N. D. O., FILIZOLA JÚNIOR, N. P., SANTOS, P. D., & LIMA, J. E. F. W. Guia de práticas sedimentométricas. Brasília: ANEEL. 2002.

CETESB (COMPANHIA DE TECNOLOGIA DE SANEAMENTO AMBIENTAL. Fitoplâncton de água doce: métodos qualitativo e quantitativo – Método de ensaio. São Paulo. Norma Técnica L5. 303. 23p. 2005.

DE LEY, P.A. A quick tour of nematode diversity and the backbone of nematode phylogeny. *In*: Workbook: The Online Review of *C. elegans* Biology. 2006.

FAUCHALD, K. The Polychaete worms: Definitions and keys to the orders, families and genera, Natural History Museum of Los Angeles County. 1977.

INSTITUTO NACIONAL DE METROLOGIA, NORMALIZAÇÃO E QUALIDADE INDUSTRIAL (INMETRO). Orientação sobre validação de métodos de ensaios químicos. DOQ-CGCRE-008 Revisão 05. 31p. 2016.

ISO 13320:2020 - Particle size analysis — Laser diffraction methods, 2020.

JUNQUEIRA, M. V., AMARANTE, M. C., DIAS, C. F. S., & FRANÇA, E. S. Biomonitoramento da qualidade das águas da Bacia do Alto Rio das Velhas (MG/Brasil) através de macroinvertebrados. *Acta Limnologica Brasiliensia*, v. 12, p.73-87. 2000.

JUNQUEIRA, M.V., ALVES, K.C., PAPROCKI, H., DE SOUZA CAMPOS, M., DE CARVALHO, M.D., MOTA, H.R. AND ROLLA, M.E. Índices Bióticos para avaliação de qualidade de água de rios tropicais—Síntese do conhecimento e estudo de caso: Bacia do Alto Rio Doce. *Revista Brasileira de Ciências Ambientais (Online)*, v. 49, p.15-33. 2018.

JUNQUEIRA, V. M.; CAMPOS, S.C.M. 1998. Adaptation of the “BMWP” method for water quality evaluation to Rio das Velhas watershed (Minas Gerais, Brazil). *Acta Limnologica Brasiliensia* v.10, n.2, p.125-135. 1998.

KOMÁREK, J.; ANAGNOSTIDIS, K. Cyanoprokaryota 1. Teil Chroococcales. *In* Süßwasserflora von Mitteleuropa (H.Ettl, G.Gärtner, H.Heynig & D.Möllenbauer eds.). Stuttgart: Gustav Fischer Verlag. v.19/1. 548 p. 1998.

KOMÁREK, J.; ANAGNOSTIDIS, K. Cyanoprokaryota 2. Teil: Oscillatoriales. *In* Süßwasserflora von Mitteleuropa (B. Büdel G. Gärtner, L. Krientitz & M. Schagerl eds.). Stuttgart: Gustav Fischer Verlag. v. 19/2. 759 p. 2005.

KOMÁREK, J.; ANAGNOSTIDIS, K. Modern approach to the classification system of cyanophytes, 4: Nostocales. *Algological Studies* v. 56 p.247-345. 1989.

KUBACHKA, K.M., SHOCKEY, N. V., HANLEY, T.A., CONKLIN, S.D., HEITKEMPER, D.T. Arsenic Speciation in Rice and Rice Products Using High Performance Liquid Chromatography Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometric Determination, *In*: Elemental Analysis Manual for Food and Related Products. U.S. Food and Drug Administration. 2012.

LLOYD, M.; GHELARDI, R.J. A table for calculating the equitability component of species diversity. *Journal of Animal Ecology*, v. 33, p. 217–225. 1964.

LOBO, A.E.; LEIGHTON, G. Estruturas de las fitocenosis planctônicas de los sistemas de desembocaduras de rios y esteros de la zona central de Chile. *Revista de Biología Marina* v.22, p.143-170. 1986.

LOTUFO, G.R., ABESSA, D.M.S. 2002. Testes de toxicidade com sedimentos total e água intersticial estuarinos utilizando copépodos bentônicos. *In*: Nascimento, I.A. Sousa, E.C.P.M., Nipper, M.G (Ed.), Métodos em Ecotoxicologia Marinha: Aplicações no Brasil. São Paulo: Artes Gráficas e Indústria Ltda, p. 151-162.

MAGURRAN, A. Measuring species diversity. Blackwell Science, Oxford. 2004.

MANCA, B. B.; RUSSO, A. Handbook of Method Protocols: Procedures on CTD Data Colection, Caliration and Processing. 11p. 2007.

MILLARD, R. C.; YANG, K. CTD calibration and processing methods used at WHOI. Technical Report n° 93-44, p 30. 1993.

MINAS GERAIS. CONSELHO ESTADUAL DE POLÍTICA AMBIENTAL (COPAM). Deliberação Normativa Conjunta COPAM/CERH n° 01/2008 – Conselho Estadual de Política Ambiental (COPAM), Conselho Estadual de Recursos Hídricos do Estado de Minas Gerais (CERH-MG). Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e

diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências. Minas Gerais, 2008.

MINAS GERAIS. CONSELHO ESTADUAL DE POLÍTICA AMBIENTAL (COPAM). Deliberação Normativa Conjunta COPAM/CERH nº 216/2017. Dispõe sobre as exigências para laboratórios que emitem relatórios de ensaios ou certificados de calibração referentes a medições ambientais a serem analisados pelos órgãos e entidades integrantes do Sistema Estadual de Meio Ambiente e Recursos Hídricos – SISEMA, 2017.

MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. Resolução CONAMA 357/2005. Dispõe sobre a classificação dos corpos de água e diretrizes ambientais para o seu enquadramento, bem como estabelece as condições e padrões de lançamento de efluentes, e dá outras providências, 2005.

MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. Resolução CONAMA 454/2009. Dispõe sobre critérios e valores orientadores de qualidade do solo quanto à presença de substâncias químicas e estabelece diretrizes para o gerenciamento ambiental de áreas contaminadas por essas substâncias em decorrência de atividades antrópicas, 2009.

NONNATO, L. V. CTD – Operação e pre-processamento de dados. Versão 1.1. Laboratório de Instrumentação Oceanográfica, Departamento de Oceanografia Física, Instituto de Oceanografia da Universidade de São Paulo (IOUSP). 2004. Disponível em: <<ftp://ftp.io.usp.br/lado/IOF5850/ApresCTD2005.pdf>>.

ODUM, E.G. Ecologia. Editora Guanabara, Rio de Janeiro. 434 p. 1983.

ROUND, F. E., CRAWFORD, R. M. & MANN, D. G. The diatoms: biology and morphology of the genera. Cambridge: Cambridge University Press. 1990.

ROUND, F.E. The biology of the algae. Edward Arnold, London. 1965.

ROUND, F.E. The taxonomy of the Chlorophyta II. British Phycological Journal v.6, n.2, p.235-264. 1971.

SHANNON, C.E.; WEAVER, W. The mathematical theory of communication. Urbana: Illinois University Press. 177p. 1963.

SIMPSON, E.H. Measurement of diversity. Nature p.163-688. 1949.

SOMERFIELD, P.J., CLARKE, K.R., Taxonomic levels in marine community studies, revisited. Marine Ecology Progress Series v.127, p.113-119. 1995.

SUGUIO, K. Introdução à sedimentologia. São Paulo. Ed. Edgard Blucher. EDUSP, 317 pp. 1973.

TEIXEIRA, P. C., DONAGEMMA, G. K., FONTANA, A., & TEIXEIRA, W. G. Manual de métodos de análise de solo. Revista e Ampliada. 3. ed. Brasília, DF: Embrapa Solos. Rio de Janeiro, Embrapa. 573p. 2017.

TESSIER, A.; CAMPBELL, P. G. C.; BISSON, M. Sequential extraction procedure for the speciation of particulate trace metals. Analytical Chemistry, v. 51, n. 7, p. 844–851, jun. 1979.

TUCCI, A. Sucessão da comunidade fitoplânctonica de um reservatório urbano e eutrófico, São Paulo, SP, Brasil. 2002. Tese de Doutorado, Universidade Estadual Paulista, Rio Claro. 2002.

UNESCO. The acquisition, calibration and analysis of CTD data. A Report of SCOR Working Grupo 51. Technical Paper in Marine Science, 38, 59 p. 1988.

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (USEPA). Handbook for sampling and sample preservation of water and wastewater. Cincinnati, Ohio, 1982. 402 p. (EPA-600/4-82-029).

UNITED STATES ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY (USEPA). Methods for Collection, Storage and Manipulation of Sediments for Chemical and Toxicological Analyses: Technical Manual. EPA-823-B-01-002. United States Environmental Protection Agency, Office of Water, Washington, DC, USA. 2001.

UTERMÖHL, H. Zur Vervollkomnung der quantitativen Phytoplankton: methodik. Mitteilungen Internationale Vereinigung fur Theoretische und Angewandte. Limnologie v. n. 9, p. 1-38. 1958.

ANEXO 17 – AÇÕES AMBIENTAIS DA UNIÃO FEDERAL

CAPÍTULO I

DISPOSIÇÕES GERAIS

Cláusula 1. Este ANEXO disciplina:

I. As ações assumidas pela UNIÃO FEDERAL em substituição total ou parcial aos programas socioambientais realizados pela FUNDAÇÃO RENOVA até a HOMOLOGAÇÃO JUDICIAL deste ACORDO, observado o disposto no ANEXO 19 – TRANSIÇÃO E ENCERRAMENTO DOS PROGRAMAS, MEDIDAS, RESPONSABILIDADES E OBRIGAÇÕES DECORRENTES DO ROMPIMENTO E SEUS DESDOBRAMENTOS.

II. As novas ações compensatórias a serem coordenadas e supervisionadas pela UNIÃO FEDERAL, que promovam benefícios socioambientais à Bacia Hidrográfica do rio Doce, bem como aos seus ecossistemas terrestres, marinhos e costeiros.

Parágrafo primeiro. Para as medidas e ações de que trata este ANEXO, a COMPROMISSÁRIA e/ou a FUNDAÇÃO RENOVA destinará o valor de R\$ 8.132.000.000,00 (oito bilhões e cento e trinta e dois milhões de reais) à instituição financeira federal, conforme ANEXO 22 – CRONOGRAMA DE DESEMBOLSO FINANCEIRO DA OBRIGAÇÃO DE PAGAR e Capítulo IV das CLÁUSULAS GERAIS deste ACORDO.

Parágrafo segundo. Não haverá qualquer responsabilidade da FUNDAÇÃO RENOVA, da COMPROMISSÁRIA e/ou das ACIONISTAS e suas PARTES RELACIONADAS (definição na Cláusula 94, parágrafo primeiro das CLÁUSULAS GERAIS deste ACORDO) com relação às decisões de investimento/objetivos/propósitos e demais ações da UNIÃO FEDERAL para o direcionamento dos recursos previstos neste ANEXO, tampouco qualquer compromisso ou obrigação de realizar novos aportes de valores para quaisquer das ações da UNIÃO FEDERAL com recursos deste ANEXO.