

GARANTIA E CONTROLE DA QUALIDADE (QA/QC)

No processo de investigação ambiental em ecossistemas aquáticos, o controle de qualidade das atividades de campo e das análises químicas é necessário para verificar a conformidade dos resultados com os padrões e normas pertinentes. Como as tomadas de decisão são baseadas nos resultados analíticos, são importantes a credibilidade e a confiança nos resultados obtidos. Desta forma, para a investigação da área em questão, preocupou-se, desde o início do trabalho, com o processo de aquisição de dados primários: amostragens sedimento, e com as análises químicas, conforme apresentados nos itens a seguir.

1. PROCEDIMENTOS DE DESCONTAMINAÇÃO

Dentre os diversos equipamentos utilizados nos trabalhos de campo desenvolvidos na área, a maioria deles é reutilizada com certa frequência, ou seja, não são descartados após o uso. Assim, a limpeza do equipamento é necessária para evitar contaminações de outras áreas (*sites* onde o equipamento foi utilizado anteriormente) e/ou interferências de locais mais contaminados para locais menos contaminados da área avaliada.

Para isto, foi estabelecido como procedimento interno da CPEA que todos os equipamentos de utilizados para a coleta de sedimento (dragas, bandejas de aço inoxidável, etc.) e para os ensaios *in situ* (medidores de pH, E_H e temperatura), quando não descartáveis, devem ser lavados com sabão neutro e água três vezes e enxaguado com água reagente antes do próximo uso.

2. PROCEDIMENTO DE COLETA E MEDIÇÃO IN SITU

O trabalho de campo foi realizado por uma equipe da CPEA, ficando a cargo desta a manipulação do material de coleta e medição dos parâmetros físico-químicos *in situ* (pH, E_H e temperatura).

Os procedimentos adotados foram conforme declarado no escopo de acreditação da CPEA na norma NBR ISO/IEC 17.025:2005, disponível no site do INMETRO. A CPEA pertence à Rede Brasileira de Laboratórios Ensaio (RBLE), sob número CRL0402.

3. PREPARAÇÃO DO MATERIAL DE COLETA

Para realização das atividades de campo, foram utilizadas dragas *Van Veen*. Estes e os demais equipamentos utilizados (sondas de medição físico-química, bandejas de aço inoxidável, etc.) foram submetidos a um rigoroso procedimento de descontaminação antes do seu uso em cada ponto amostral.

Os frascos de coleta para sedimento foram fornecidos pelo laboratório *Analytical Technology*, definidos de acordo com os parâmetros de interesse.

As amostras foram enviadas ao laboratório logo após o encerramento das atividades de campo. Todos os frascos utilizados foram descartáveis e os preservantes adicionados, de alto grau de pureza, excluindo-se, assim, a possibilidade de eventual contaminação oriunda de frascos ou reagentes.

As amostras obtidas foram acondicionadas em caixas térmicas, mantidas sob refrigeração a $\leq 6^{\circ}\text{C}$, evitando o congelamento, e enviadas ao laboratório para análise.

4. CONTROLE DE QUALIDADE DOS RESULTADOS ANALÍTICOS

Com o intuito de obter resultados fidedignos para as amostras de sedimento do projeto IDCPEA-2020, o laboratório contratado aplicou um Programa de Qualidade Assegurada/Controle de Qualidade por meio de atividades que demonstram exatidão (proximidade do valor verdadeiro) e precisão (reprodutibilidade dos resultados). Os seguintes controles de qualidade foram realizados:

4.1. Branco do Método

É uma amostra que é processada junto com o lote de amostras reais, passando por todas as etapas analíticas. O branco do método é fundamental para monitorar interferência analítica causada por uma possível contaminação proveniente do laboratório, que poderia induzir a resultados falsos positivos nas amostras reais. Esta contaminação pode ser proveniente da manipulação das amostras, dos reagentes utilizados (solventes, ácidos), da vidraria, do ambiente de laboratório, do equipamento analítico, etc. O valor encontrado para o branco do método deve ser menor que o limite de quantificação praticável.

4.2. Amostras de controle laboratorial (LCS - *Laboratory Control Sample*)

São brancos fortificados com uma quantidade conhecida de analitos-alvo. O desempenho de uma técnica analítica é avaliado pelos resultados de LCS. Se não se obtém resultados aceitáveis de LCS (dentro dos critérios de qualidade do laboratório), significa que os resultados das amostras reais são questionáveis e uma ação corretiva deve ser tomada imediatamente. O LCS é usado para testar a exatidão do método.

4.4.3. *Surrogates*

São traçadores adicionados às análises de compostos orgânicos (como HPA, PCB e POC). São compostos deuterados, bromados ou fluorados, com características químicas similares às dos analitos-alvo, mas que não estão presentes em amostras ambientais. Os resultados de *surrogates* devem estar dentro dos critérios de controle de qualidade do laboratório para serem considerados aceitáveis. Por meio de seus resultados é possível acessar exatidão por amostra e avaliar efeito de matriz na recuperação dos analitos-alvo.

4.4. Duplicata (D)

Uma amostra duplicata (D) é uma alíquota de uma mesma amostra preparada e analisada como se fossem amostras independentes. Os resultados da amostra duplicata são comparados com os resultados da amostra original para obter precisão. Estas passam por todo o processo analítico e os valores obtidos são comparados. A partir da determinação da diferença porcentual relativa (DPR) entre elas, acessa-se a precisão analítica. Quanto menor a DPR, maior a precisão analítica.

Neste trabalho, o laboratório preparou a amostra de sedimento PS-C1 em duplicata para o ensaio de metais, arsênio e fósforo totais, bifenilas policloradas (PCBs), hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) e pesticidas organoclorados (POC). Foram realizadas análises em duplicata nesta amostra nas campanhas de agosto (coletada em 02/09/2013), novembro (coletada em 11/11/2013) e fevereiro (coletada em 04/02/2014).

4.5. Amostras MS (*Matrix Spike*)

Uma amostra “*matrix spike*” (MS) é uma alíquota de uma amostra real na qual é adicionada uma quantidade conhecida de analito-alvo. São analisadas para acessar o efeito ou exatidão da matriz da amostra nos resultados analíticos.

Neste trabalho, o laboratório preparou MS para as amostras de sedimento PS-C1 para o ensaio de metais, arsênio e fósforo totais, bifenilas policloradas (PCBs), hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) e pesticidas organoclorados (POC). Foram realizadas análises de MS nas campanhas de agosto (coletada em 02/09/2013), novembro (coletada em 11/11/2013) e fevereiro (coletada em 04/02/2014).

Com a realização de ensaios químicos nas amostras de qualidade descritas acima, viabilizou-se o monitoramento da precisão e exatidão analíticas do laboratório contratado, bem como avaliação de possível interferência nos resultados por manipulação, transporte, preparação e análise das amostras.

A exatidão é definida como o grau de concordância de um valor medido com o valor verdadeiro. Esta foi obtida pela realização de análises de amostras LCS, *surrogates* e MS.

Já a precisão pode ser definida como a concordância entre medidas de uma mesma amostra obtidas em um mesmo dia, nas mesmas condições de rotina (repetitividade) ou em dias diferentes, com condições variáveis, tais como analista, temperatura, calibração (reprodutibilidade). Esta foi obtida pela realização de análises de amostras de duplicata.

E finalmente, pôde-se confirmar que não houve interferência na qualidade dos resultados obtidos nas amostras pela realização dos ensaios em provas de branco de método.

5. AVALIAÇÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS NAS AMOSTRAS DE CONTROLE DE QUALIDADE

5.1. Branco do método

Foi utilizada uma amostra de branco do método, sendo que esta foi processada juntamente com as amostras reais. Os métodos utilizados para a preparação dos brancos do método estão descritos no item material e métodos.

Os resultados analíticos das amostras de sedimento referentes aos brancos do método encontram-se nos relatórios de ensaio apresentados no **Anexo 17.8-4**.

Todos os resultados obtidos estiveram abaixo dos limites de quantificação do laboratório *Analytical Technology*, comprovando que não houve qualquer tipo de contaminação oriunda de procedimentos de manipulação, preparação e análise das amostras.

5.2. Amostra de controle laboratorial (LCS)

A um branco sintético adicionou-se quantidade conhecida de analitos-alvo. As amostras obtidas foram processadas juntamente com as amostras reais, assim como o branco do método.

Os resultados analíticos das amostras de controle laboratorial (LCS) encontram-se nos relatórios de ensaios apresentados no **Anexo 17.8-4**.

Todos os resultados obtidos estiveram dentro dos limites de controle de qualidade do laboratório, os quais são estabelecidos a partir de análise crítica das cartas-controle, comprovando, assim, a exatidão dos métodos analíticos empregados pelo laboratório.

5.3. Amostras MS

A amostra PS-C1 de sedimento foi eleita para preparação de MS (*Matrix Spike*) nas campanhas de amostragem realizadas em agosto (coletada em 02/09/2013), novembro (coletada em 11/11/2013) e fevereiro (coletada em 04/02/2014). Foram realizados ensaios de metais, arsênio e fósforo totais, bifenilas policloradas (PCBs), hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) e pesticidas organoclorados (POC).

Nas **Tabelas 5.3-1, 5.3-2 e 5.3-3** são apresentados os resultados obtidos para exatidão. Usaram-se como referência os intervalos estabelecidos pelo laboratório, comprovando a qualidade analítica e fidedignidade dos resultados.

A recuperação das análises de amostras de *Matrix Spike* apresentou-se sempre de acordo com os limites estabelecidos pelo laboratório para cada um dos parâmetros, ou seja, esteve dentro da faixa de 75 a 125% para metais, arsênio e fósforo totais, de 45 a 115% no caso dos PCB, 35 a 130% para HPA e finalmente, obedeceu ao intervalo de 40 a 95% no caso das análises de POC.

Tabela 5.3-1 - Resultados obtidos na avaliação de exatidão das amostras de sedimento do projeto IDCPEA-2020 - Campanha de Agosto/2013.

Parâmetros	EXATIDÃO				Intervalo de Aceitação
	PS-C1	PS-C1 MS	Spike Add	% Recuperação	
Data da coleta	2/9/2013				
Parâmetros inorgânicos, em mg/kg					
Arsênio Total	< 0,478	3,28	3,00	109,3	75-125
Cádmio total	< 0,318	24,8	30,0	82,7	
Cromo Total	2,32	29,6	30,0	90,9	
Chumbo total	2,47	31,6	30,0	97,1	
Cobre total	< 0,637	29,3	30,0	97,7	
Mercurio Total	< 0,013	1,060	1,00	106,0	
Níquel Total	< 0,637	25,5	30,0	85,0	
Zinco Total	8,32	34,4	30,0	86,9	
Fósforo Total	52,9	85,8	30,0	109,7	
Parâmetros orgânicos					
PCB em µg/kg					
2,4,4-tridorobifenil	< 0,0764	0,342	0,515	66,4	45-115
2,2,5,5-tetradorobifenil	< 0,0764	0,394	0,515	76,5	
2,2,4,5,5-pentadorobifenil	< 0,0764	0,366	0,515	71,1	
2,3,4,4,5-pentadorobifenil	< 0,0764	0,368	0,515	71,5	
2,2,4,4,5,5-hexadorobifenil	< 0,0764	0,383	0,515	74,4	
2,2,3,4,4,5-hexadorobifenil	< 0,0764	0,393	0,515	76,3	
2,2,3,4,4,5,5-heptadorobifenil	< 0,0764	0,402	0,515	78,1	
PCB Total	< 0,0764	2,646	3,604	73,4	
Hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) em µg/kg					
Acnaftileno	< 3,82	13,98	25,61	54,6	35 - 130
Acnafteno	< 3,82	14,31	25,61	55,9	
Antraceno	< 3,82	14,11	25,61	55,1	
Benzo(a)antraceno	< 3,82	15,78	25,61	61,6	
Benzo(a)pireno	< 3,82	17,30	25,61	67,6	
Criseno	< 3,82	15,42	25,61	60,2	
Dibenzo(a,h)antraceno	< 3,82	17,99	25,61	70,2	
Fluoranteno	< 3,82	14,47	25,61	56,5	
Fluoreno	< 3,82	14,72	25,61	57,5	
Naftaleno	< 3,82	13,18	25,61	51,5	
Fenantreno	< 3,82	15,16	25,61	59,2	
Pireno	< 3,82	15,47	25,61	60,4	
2-metilnaftaleno	< 3,82	15,50	25,61	60,5	
Benzo(b)fluoranteno	< 3,82	16,37	25,61	63,9	
Benzo(k)fluoranteno	< 3,82	16,68	25,61	65,1	
Benzo(g,h,i)perileno	< 3,82	18,07	25,61	70,6	
Indeno(1,2,3 cd)pireno	< 3,82	17,61	25,61	68,8	
HPA (somatória)	< 3,82	266,10	435,37	61,1	
Pesticidas Organoclorados (POC) em µg/kg					
alfa-BHC	< 0,0764	0,342	0,515	66,4	40-95
beta-BHC	< 0,0764	0,371	0,515	72,0	
delta-BHC	< 0,0764	0,315	0,515	61,2	
gama-BHC (lindano)	< 0,0764	0,352	0,515	68,3	
alfa-dordano	< 0,0764	0,320	0,515	62,1	
gama-dordano	< 0,0764	0,399	0,515	77,5	
DDD	< 0,0764	0,332	0,515	64,5	
DDE	< 0,0764	0,345	0,515	67,0	
DDT	< 0,0764	0,332	0,515	64,5	
Dieldrin	< 0,0764	0,352	0,515	68,3	
Endrin	< 0,0764	0,378	0,515	73,4	

Tabela 5.3-2 - Resultados obtidos na avaliação de exatidão das amostras de sedimento do projeto IDCPEA-2020 - Campanha de Novembro/2013.

Parâmetros	EXATIDÃO				Intervalo de Aceitação
	PS-C1	PS-C1 MS	Spike Add	% Recuperação	
Data da coleta	11/11/2013				
Parâmetros inorgânicos, em mg/kg					
Arsênio Total	< 0,486	5,11	4,66	109,7	75-125
Cádmio total	< 0,324	30,2	33,3	90,7	
Cromo Total	3,86	33,7	33,3	89,6	
Chumbo total	< 0,649	33,4	33,3	100,3	
Cobre total	2,4	32,8	33,3	91,2	
Mercurio Total	< 0,013	0,800	1,00	80,0	
Níquel Total	0,924	31,2	33,3	90,9	
Zinco Total	15	42,0	33,3	81,1	
Fósforo Total	62,1	103,4	33,3	124,0	
Parâmetros orgânicos					
PCB em µg/kg					
2,4,4-tridrobifenil	< 0,0778	0,3609	0,5326	67,8	45-115
2,2,5,5-tetradrobifenil	< 0,0778	0,3755	0,5326	70,5	
2,2,4,5,5-pentadrobifenil	< 0,0778	0,3430	0,5326	64,4	
2,3,4,4,5-pentadrobifenil	< 0,0778	0,3800	0,5326	71,3	
2,2,4,4,5,5-hexadrobifenil	< 0,0778	0,4075	0,5326	76,5	
2,2,3,4,4,5-hexadrobifenil	< 0,0778	0,3638	0,5326	68,3	
2,2,3,4,4,5,5-heptadrobifenil	< 0,0778	0,4056	0,5326	76,2	
PCB Total	< 0,0778	2,6000	3,7282	69,7	
Hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) em µg/kg					
Acenafileno	< 3,89	14,99	25,61	58,5	35 - 130
Acenafeno	< 3,89	14,49	25,61	56,6	
Antraceno	< 3,89	17,39	25,61	67,9	
Benzo(a)antraceno	< 3,89	18,30	25,61	71,5	
Benzo(a)pireno	< 3,89	19,12	25,61	74,7	
Criseo	< 3,89	18,70	25,61	73,0	
Dibenzo(a,h)antraceno	< 3,89	21,01	25,61	82,0	
Fluoranteno	< 3,89	17,15	25,61	67,0	
Fluoreno	< 3,89	16,96	25,61	66,2	
Naftaleno	< 3,89	13,87	25,61	54,2	
Fenantreno	< 3,89	18,08	25,61	70,6	
Pireno	< 3,89	16,30	25,61	63,6	
2-metilnaftaleno	< 3,89	16,32	25,61	63,7	
Benzo(b)fluoranteno	< 3,89	18,93	25,61	73,9	
Benzo(k)fluoranteno	< 3,89	20,32	25,61	79,3	
Benzo(g,h,i)perileno	< 3,89	21,01	25,61	82,0	
Indeno(1,2,3 cd)pireno	< 3,89	19,28	25,61	75,3	
HPA (somatória)	< 3,89	302,22	435,37	69,4	
Pesticidas Organoclorados (POC) em µg/kg					
alfa-BHC	< 0,078	0,370	0,533	69,4	40-95
beta-BHC	< 0,078	0,375	0,533	70,4	
delta-BHC	< 0,078	0,364	0,533	68,3	
gama-BHC (lindano)	< 0,078	0,405	0,533	76,0	
alfa-dordano	< 0,078	0,325	0,533	61,0	
gama-dordano	< 0,078	0,393	0,533	73,7	
DDD	< 0,078	0,391	0,533	73,4	
DDE	< 0,078	0,333	0,533	62,5	
DDT	< 0,078	0,413	0,533	77,5	
Dieldrin	< 0,078	0,367	0,533	68,9	
Endrin	< 0,078	0,397	0,533	74,5	

Tabela 5.3-3 - Resultados obtidos na avaliação de exatidão das amostras de sedimento do projeto IDCPEA-2020 - Campanha de Fevereiro/2014.

Parâmetros	EXATIDÃO				Intervalo de Aceitação (%)
	PS-C1	PS-C1 MS	Spike Add	Recuperação (%)	
Data da coleta	4/2/2014				
Parâmetros inorgânicos, em mg/kg					
Arsênio Total	< 0,758	6,10	5,00	122	75-125
Cádmio total	< 0,505	43,0	50,0	86	
Cromo Total	4,45	51,4	50,0	94	
Chumbo total	3,76	46,8	50,0	86	
Cobre total	< 1,01	51,7	50,0	103	
Mercurio Total	< 0,020	0,950	1,00	95	
Níquel Total	1,13	45,9	50,0	90	
Zinco Total	58,6	107,8	50,0	98	
Fósforo Total	96,1	146,7	50,0	101	
Parâmetros orgânicos					
PCB em µg/kg					
2,4,4-tridlorobifenil (PCB 28)	< 0,1212	0,6380	0,8660	73,7	45-115
2,2,5,5-tetradlorobifenil (PCB 52)	< 0,1212	0,6048	0,8660	69,8	
2,2,4,5,5-pentadlorobifenil (PCB 101)	< 0,1212	0,6442	0,8660	74,4	
2,3,4,4,5-pentadlorobifenil (PCB 118)	< 0,1212	0,6489	0,8660	74,9	
2,2,4,4,5,5-hexadlorobifenil (PCB 153)	< 0,1212	0,6628	0,8660	76,5	
2,2,3,4,4,5-hexadlorobifenil (PCB 138)	< 0,1212	0,6814	0,8660	78,7	
2,2,3,4,4,5,5-heptadlorobifenil (PCB 180)	< 0,1212	0,6896	0,8660	79,6	
PCB Total	< 0,1212	4,5697	6,0620	75,4	
Hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) em µg/kg					
Acenaftileno	< 6,06	22,94	25,61	90	35 - 130
Acenafteno	< 6,06	22,77	25,61	89	
Antraceno	< 6,06	24,72	25,61	97	
Benzo(a)antraceno	< 6,06	26,02	25,61	102	
Benzo(a)pireno	< 6,06	27,84	25,61	109	
Criseno	< 6,06	26,54	25,61	104	
Dibenzo(a,h)antraceno	< 6,06	27,92	25,61	109	
Fluoranteno	< 6,06	25,50	25,61	100	
Fluoreno	< 6,06	25,11	25,61	98	
Naftaleno	< 6,06	22,16	25,61	87	
Fenantreno	< 6,06	23,94	25,61	93	
Pireno	< 6,06	25,71	25,61	100	
2-metilnaftaleno	< 6,06	27,01	25,61	105	
Benzo(b)fluoranteno	< 6,06	27,06	25,61	106	
Benzo(k)fluoranteno	< 6,06	28,48	25,61	111	
Benzo(g,h,i)perileno	< 6,06	29,13	25,61	114	
Indeno(1,2,3 cd)pireno	< 6,06	28,87	25,61	113	
Pesticidas Organoclorados (POC) em µg/kg					
alfa-BHC	< 0,121	0,6620	0,8660	76,4	40-95
beta-BHC	< 0,121	0,7070	0,8660	81,6	
delta-BHC	< 0,121	0,5580	0,8660	64,4	
gama-BHC (lindano)	< 0,121	0,6360	0,8660	73,4	
alfa-dordano	< 0,121	0,5610	0,8660	64,8	
gama-dordano	< 0,121	0,6440	0,8660	74,4	
DDD	< 0,121	0,7310	0,8660	84,4	
DDE	< 0,121	0,5930	0,8660	68,5	
DDT	< 0,121	0,6930	0,8660	80,0	
Dieldrin	< 0,121	0,6830	0,8660	78,9	
Endrin	< 0,121	0,6470	0,8660	74,7	

5.4. *Surrogates*

O laboratório adicionou a cada amostra de sedimento do projeto IDCPEA-2020, os seguintes traçadores para acessar exatidão por amostra e avaliar efeito de matriz na recuperação dos analitos-alvo:

- HPA: 2-fluorbifenil e terfenil-d14.
- PCB e POC: Tetracloro-m-xileno e decaclorobifenil

O laboratório opta por adicionar mais de um traçador por método analítico, visto que a análise cromatográfica destes compostos está susceptível a inviabilidade de quantificação por efeitos de matriz, tais como coeluição e formação de emulsão durante extração. O recomendável é que pelo menos um *surrogate* seja quantificado dentro dos limites de controle de qualidade estabelecidos pelo laboratório para que os resultados das amostras sejam considerados satisfatórios e tecnicamente válidos. Os resultados de recuperação de *surrogate* podem ser confirmados nos relatórios de ensaio (**Anexo 17.8-4**). Todos os resultados obtidos de *surrogate* nas amostras do projeto IDCPEA-2020 atenderam plenamente todos os requisitos de controle de qualidade.

5.5. *Duplicatas*

A amostra de sedimento PS-C1 foi analisada em duplicata para metais, arsênio e fósforo totais, bifenilas policloradas (PCBs), hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) e pesticidas organoclorados (POC) nas campanhas de amostragem realizadas em agosto (coletada em 02/09/2013), novembro (coletada em 11/11/2013) e fevereiro (coletada em 04/02/2014). As diferenças percentuais relativas variaram da seguinte maneira:

- Na campanha de agosto: a DPR variou de 0 a 7% para metais, arsênio e fósforo totais, e foi 0% para bifenilas policloradas (PCBs), hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) e pesticidas organoclorados (POC);
- Na campanha de novembro: a DPR variou de 0 a 19% para metais, arsênio e fósforo totais, e foi 0% para bifenilas policloradas (PCBs), hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) e pesticidas organoclorados (POC);
- Na campanha de fevereiro: a DPR variou de 0 a 7% para metais, arsênio e fósforo totais, e foi 0% para bifenilas policloradas (PCBs), hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) e pesticidas organoclorados (POC).

Esses resultados indicam, portanto, excelente precisão das análises realizadas. Os resultados da amostra e da duplicata são apresentados nas **Tabelas 5.5-1, 5.5-2 e 5.5-3** a seguir.

Tabela 5.5-1- Resultados analíticos das duplicatas da amostra de sedimento - Campanha Agosto/2013.

Parâmetros	PRECISÃO			Intervalo de Aceitação
	PS-C1	PS-C1 DUP	DPR (%)	
Data da coleta	2/9/2013			
Parâmetros inorgânicos, em mg/kg				
Arsênio Total	< 0,478	< 0,477	0	< 25
Cádmio total	< 0,318	< 0,318	0	
Cromo Total	2,32	2,17	7	
Chumbo total	2,47	2,52	2	
Cobre total	< 0,637	< 0,636	0	
Mercurio Total	< 0,013	< 0,013	0	
Níquel Total	< 0,637	< 0,636	0	
Zinco Total	8,32	7,81	6	
Fósforo Total	52,9	51,4	3	
Parâmetros orgânicos				
PCB Total em µg/kg				
2,4,4-tridorobifenil	< 0,0764	< 0,0763	0	< 25
2,2,5,5-tetradorobifenil	< 0,0764	< 0,0763	0	
2,2,4,5,5-pentadorobifenil	< 0,0764	< 0,0763	0	
2,3,4,4,5-pentadorobifenil	< 0,0764	< 0,0763	0	
2,2,4,4,5,5-hexadorobifenil	< 0,0764	< 0,0763	0	
2,2,3,4,4,5-hexadorobifenil	< 0,0764	< 0,0763	0	
2,2,3,4,4,5,5-heptadorobifenil	< 0,0764	< 0,0763	0	
PCB Total	< 0,0764	< 0,0763	0	
Hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) em µg/kg				
Acenafileno	< 3,82	< 3,82	0	< 25
Acenafteno	< 3,82	< 3,82	0	
Antraceno	< 3,82	< 3,82	0	
Benzo(a)antraceno	< 3,82	< 3,82	0	
Benzo(a)pireno	< 3,82	< 3,82	0	
Criseno	< 3,82	< 3,82	0	
Dibenzo(a,h)antraceno	< 3,82	< 3,82	0	
Fluoranteno	< 3,82	< 3,82	0	
Fluoreno	< 3,82	< 3,82	0	
Naftaleno	< 3,82	< 3,82	0	
Fenantreno	< 3,82	< 3,82	0	
Pireno	< 3,82	< 3,82	0	
2-metilnaftaleno	< 3,82	< 3,82	0	
Benzo(b)fluoranteno	< 3,82	< 3,82	0	
Benzo(k)fluoranteno	< 3,82	< 3,82	0	
Benzo(g,h,i)perileno	< 3,82	< 3,82	0	
Indeno(1,2,3 cd)pireno	< 3,82	< 3,82	0	
HPA (somatória)	< 3,82	< 3,82	0	
Pesticidas Organoclorados (POC) em µg/kg				
alfa-BHC	< 0,0764	< 0,0763	0	< 25
beta-BHC	< 0,0764	< 0,0763	0	
delta-BHC	< 0,0764	< 0,0763	0	
gama-BHC (lindano)	< 0,0764	< 0,0763	0	
alfa-dordano	< 0,0764	< 0,0763	0	
gama-dordano	< 0,0764	< 0,0763	0	
DDD	< 0,0764	< 0,0763	0	
DDE	< 0,0764	< 0,0763	0	
DDT	< 0,0764	< 0,0763	0	
Dieldrin	< 0,0764	< 0,0763	0	
Endrin	< 0,0764	< 0,0763	0	

Tabela 5.5-2- Resultados analíticos das duplicatas da amostra de sedimento - Campanha Novembro/2013.

Parâmetros	PRECISÃO			Intervalo de Aceitação
	PS-C1	PS-C1 DUP	DPR (%)	
Data da coleta	11/11/2013			
Parâmetros inorgânicos, em mg/kg				
Arsênio Total	< 0,486	< 0,504	0	< 25
Cádmio total	< 0,324	< 0,336	0	
Cromo Total	3,86	4,09	6	
Chumbo total	< 0,649	< 0,672	0	
Cobre total	2,4	2,38	2	
Mercurio Total	< 0,013	< 0,013	0	
Níquel Total	0,924	0,991	7	
Zinco Total	15	12,4	19	
Fósforo Total	62,1	71,0	13	
Parâmetros orgânicos				
PCB Total em µg/kg				
2,4,4-tridorobifenil	< 0,0778	< 0,0806	0	< 25
2,2,5,5-tetradorobifenil	< 0,0778	< 0,0806	0	
2,2,4,5,5-pentadorobifenil	< 0,0778	< 0,0806	0	
2,3,4,4,5-pentadorobifenil	< 0,0778	< 0,0806	0	
2,2,4,4,5,5-hexadorobifenil	< 0,0778	< 0,0806	0	
2,2,3,4,4,5-hexadorobifenil	< 0,0778	< 0,0806	0	
2,2,3,4,4,5,5-heptadorobifenil	< 0,0778	< 0,0806	0	
PCB Total	< 0,0778	< 0,0806	0	
Hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) em µg/kg				
Acnaftileno	< 3,89	< 4,03	0	< 25
Acnafteno	< 3,89	< 4,03	0	
Antraceno	< 3,89	< 4,03	0	
Benzo(a)antraceno	< 3,89	< 4,03	0	
Benzo(a)pireno	< 3,89	< 4,03	0	
Criseno	< 3,89	< 4,03	0	
Dibenzo(a,h)antraceno	< 3,89	< 4,03	0	
Fluoranteno	< 3,89	< 4,03	0	
Fluoreno	< 3,89	< 4,03	0	
Naftaleno	< 3,89	< 4,03	0	
Fenantreno	< 3,89	< 4,03	0	
Pireno	< 3,89	< 4,03	0	
2-metilnaftaleno	< 3,89	< 4,03	0	
Benzo(b)fluoranteno	< 3,89	< 4,03	0	
Benzo(k)fluoranteno	< 3,89	< 4,03	0	
Benzo(g,h,i)perileno	< 3,89	< 4,03	0	
Indeno(1,2,3 cd)pireno	< 3,89	< 4,03	0	
HPA (somatória)	< 3,89	< 4,03	0	
Pesticidas Organoclorados (POC) em µg/kg				
alfa-BHC	< 0,078	< 0,081	0	< 25
beta-BHC	< 0,078	< 0,081	0	
delta-BHC	< 0,078	< 0,081	0	
gama-BHC (lindano)	< 0,078	< 0,081	0	
alfa-dordano	< 0,078	< 0,081	0	
gama-dordano	< 0,078	< 0,081	0	
DDD	< 0,078	< 0,081	0	
DDE	< 0,078	< 0,081	0	
DDT	< 0,078	< 0,081	0	
Dieldrin	< 0,078	< 0,081	0	
Endrin	< 0,078	< 0,081	0	

Tabela 5.5-3- Resultados analíticos das duplicatas da amostra de sedimento - Campanha Fevereiro/2014.

Parâmetros	PRECISÃO			Intervalo de Aceitação (%)
	PS-C1	PS-C1 DUP	DPR (%)	
Data da coleta	4/2/2014			
Parâmetros inorgânicos, em mg/kg				
Arsênio Total	< 0,758	< 0,772	0	< 25
Cádmio total	< 0,505	< 0,514	0	
Cromo Total	4,45	4,61	4	
Chumbo total	3,76	3,84	2	
Cobre total	< 1,01	< 1,03	0	
Mercúrio Total	< 0,020	< 0,021	0	
Níquel Total	1,13	1,19	5	
Zinco Total	58,6	60,4	3	
Fósforo Total	96,1	97,8	2	
Parâmetros orgânicos				
PCB Total em µg/kg				
2,4,4-tridorobifenil (PCB 28)	< 0,1212	< 0,1235	0	< 25
2,2,5,5-tetradorobifenil (PCB 52)	< 0,1212	< 0,1235	0	
2,2,4,5,5-pentadorobifenil (PCB 101)	< 0,1212	< 0,1235	0	
2,3,4,4,5-pentadorobifenil (PCB 118)	< 0,1212	< 0,1235	0	
2,2,4,4,5,5-hexadorobifenil (PCB 153)	< 0,1212	< 0,1235	0	
2,2,3,4,4,5-hexadorobifenil (PCB 138)	< 0,1212	< 0,1235	0	
2,2,3,4,4,5,5-heptadorobifenil (PCB 180)	< 0,1212	< 0,1235	0	
PCB Total	< 0,1212	< 0,1235	0	
Hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) em µg/kg				
Acenaftileno	< 6,06	< 6,17	0	< 25
Acenafteno	< 6,06	< 6,17	0	
Antraçeno	< 6,06	< 6,17	0	
Benzo(a)antraçeno	< 6,06	< 6,17	0	
Benzo(a)pireno	< 6,06	< 6,17	0	
Criseno	< 6,06	< 6,17	0	
Dibenzo(a,h)antraçeno	< 6,06	< 6,17	0	
Fluoranteno	< 6,06	< 6,17	0	
Fluoreno	< 6,06	< 6,17	0	
Naftaleno	< 6,06	< 6,17	0	
Fenantreno	< 6,06	< 6,17	0	
Pireno	< 6,06	< 6,17	0	
2-metilnaftaleno	< 6,06	< 6,17	0	
Benzo(b)fluoranteno	< 6,06	< 6,17	0	
Benzo(k)fluoranteno	< 6,06	< 6,17	0	
Benzo(g,h,i)perileno	< 6,06	< 6,17	0	
Indeno(1,2,3 cd)pireno	< 6,06	< 6,17	0	
HPA (somatória)	< 6,06	< 6,17	0	
Pesticidas Organoclorados (POC) em µg/kg				
alfa-BHC	< 0,121	< 0,123	0	< 25
beta-BHC	< 0,121	< 0,123	0	
delta-BHC	< 0,121	< 0,123	0	
gama-BHC (lindano)	< 0,121	< 0,123	0	
alfa-dordano	< 0,121	< 0,123	0	
gama-dordano	< 0,121	< 0,123	0	
DDD	< 0,121	< 0,123	0	
DDE	< 0,121	< 0,123	0	
DDT	< 0,121	< 0,123	0	
Dieldrín	< 0,121	< 0,123	0	
Endrín	< 0,121	< 0,123	0	

6. CONCLUSÃO

Com base em todos os resultados de controle de qualidade apresentados, foi possível evidenciar que os resultados obtidos nas amostras de sedimento do projeto IDCPEA-2020 são fidedignos e tecnicamente válidos.

7. EQUIPE TÉCNICA DE CONTROLE DE QUALIDADE ANALÍTICA

Cristina Gonçalves, Química;

Clarice Yumi Hiramatsu, Química;

Débora Petzold Camargo, Oceanógrafa;

Flavia Belloni Passaglia Pereira, Oceanógrafa.