

DETALHAMENTO DO TEOR DE MERCÚRIO NO ENTORNO DOS
POÇOS DE MONITORAMENTO 01 E 02

SANTOS -SP

DEICMAR
ID CPEA 1038

SETEMBRO - 2010

SUMÁRIO

CAPÍTULO 1	4
Introdução	4
CAPÍTULO 2	5
Objetivos.....	5
CAPÍTULO 3	6
Histórico	6
CAPÍTULO 4	9
Metodologia.....	9
4.1. Sondagens e instalação de poços de monitoramento	9
4.2. Amostragem de solo.....	10
4.3. Amostragem de água subterrânea	11
4.4. Medidas físico-químicas realizadas <i>in-situ</i>	12
4.5. Tratamento e preservação das amostras de solo e água subterrânea.	13
4.6. Levantamento topográfico	13
CAPÍTULO 5	15
Garantia e controle da qualidade (QA/QC).....	15
5.1. Procedimentos de descontaminação	15
5.2. Procedimento de coleta e medição <i>in situ</i>	16
5.3. Preparação do material de coleta	17
5.4. Controle de qualidade dos resultados analíticos	17
5.5. Avaliação dos resultados obtidos nas amostras de controle de qualidade	18
5.6. Conclusão	20
CAPÍTULO 6	21
Legislação.....	21
6.1. Solo	21
6.2. Água subterrânea	23
CAPÍTULO 7	25
Resultados.....	25
7.1. Solo superficial	25
7.2. Água subterrânea	26
CAPÍTULO 8	28

Conclusões e considerações finais	28
CAPÍTULO 9	29
Bibliografia	29
CAPÍTULO 10	30
Equipe técnica.....	30
ANEXO 1	32
Figuras	32
ANEXO 2	33
Dossiê fotográfico	33
ANEXO 3	34
Perfis litológicos	34
ANEXO 4	35
Certificado de manutenção e calibração HANNA 9828 HM-01	35
ANEXO 5	36
Procedimento para calibração e manutenção do equipamento – HANNA HI-9828.....	36
ANEXO 6	40
Certificado de participação teste interlaboratorial	40
ANEXO 7	41
Laudos físico-químicos	41
ANEXO 8	42
Cadeias de custódia	42
ANEXO 9	43
Laudos analíticos	43
ANEXO 10	44
ART	44

CAPÍTULO 1

INTRODUÇÃO

Atendendo ao convite da DEICMAR S. A. (DEICMAR), a Consultoria Paulista de Estudos Ambientais (CPEA) apresenta este Relatório Técnico (IDCPEA-1038) com os resultados das atividades de investigação ambiental no entorno dos poços de monitoramento PM-01 e PM-02, localizados na área do Terminal Portuário da Deicmar no Porto de Santos – Cais Saboó – Ponto 1 – Saboó, município de Santos – São Paulo.

As atividades realizadas assim como as ações futuras têm como premissa atender as diretrizes constantes na Lei Estadual 13.577 de 08/julho/2009, que trata dos Procedimentos para Proteção da Qualidade do Solo e Gerenciamento de Áreas Contaminadas e às diretrizes do documento “Decisão de Diretoria nº. 103/2007/C/E”, de 22 de junho de 2007, estabelecido pela Companhia de Tecnologia de Saneamento Ambiental (CETESB), que se baseia na metodologia preconizada no “Manual de Gerenciamento de Áreas Contaminadas” (CETESB, 2001).

A **Figura 1, Anexo 1** apresenta a localização da área de estudo.

CAPÍTULO 2

OBJETIVOS

O objetivo deste trabalho foi o detalhamento das investigações nas áreas de entorno dos poços de monitoramento PM-01 e PM-02 que apresentaram concentrações de mercúrio (Hg) acima do valor de intervenção da CETESB (VI) durante a campanha de monitoramento realizada em março de 2010.

A seguir são apresentadas as atividades desenvolvidas neste trabalho:

- Execução de 06 sondagens para coleta de amostras de solo e posterior instalação de poços de monitoramento no entorno dos poços PM-01 e PM-02;
- Instalação de 06 poços de monitoramento;
- Descrição litológica das sondagens executadas;
- Coleta de 06 amostras de água subterrânea nos novos poços de monitoramento (PM);
- Levantamento topográfico e georreferenciamento dos poços de monitoramento instalados;
- Análises químicas (mercúrio) das amostras de solo e das águas subterrâneas;
- Elaboração do relatório técnico.

CAPÍTULO 3

HISTÓRICO

A área de estudo foi arrendada da Companhia Docas do Estado de São Paulo (CODESP) pela DEICMAR na década de 80. Desde o arrendamento a DEICMAR nunca movimentou qualquer produto químico, ou quaisquer outros produtos que pudessem oferecer risco direto ao meio ambiente. A partir do levantamento histórico da área e de informações fornecidas pela própria empresa, relacionadas às atividades prévias ao início das operações da DEICMAR, foram identificadas as seguintes ocorrências:

- Aterramento da área com saibro de argila, areia e entulho de construção sem caracterização prévia; em meados da década de 80 a área foi pavimentada e atualmente grande parte da área encontra-se impermeabilizada com asfalto. Em alguns locais o piso é recoberto com bloquetes. Não há relatos sobre danos ao meio ambiente durante a instalação da DEICMAR;
- Existência de tubulações de petróleo e derivados que passam ao norte da DEICMAR/IPA sob responsabilidade da Companhia Docas de Santos. As operações com petróleo ocorreram nestas tubulações até 1969. A movimentação de aditivos para óleos lubrificantes continuou até o final da década de 80 e a de derivados (gasolina, querosene e diesel) até meados da década de 90;

- Ocorrência de vazamentos de petróleo e derivados das tubulações que atingiram a área onde atualmente está instalada a DEICMAR/IPA ao norte. A Companhia Docas de Santos instalou barreiras de contenção e remoção do material derramado. Ressalta-se que na época a área não era impermeabilizada. Não foram encontrados registros ou relatórios emitidos sobre tais medidas de contenção dos vazamentos.
- A partir da avaliação aerofotogramétrica realizada com fotos dos anos 1962, 1972, 1987, 1994, 2002 e 2009, foi possível identificar uma área de tancagem ao norte da deicmar com 02 tanques nos anos de 1962, 1972 e 1987, conforme a **Figura 2, Anexo 1**.

Em 2006 a DEICMAR contratou a Consultoria Paulista de Estudos Ambientais (CPEA) para realizar um diagnóstico ambiental inicial com o objetivo de levantar a presença de passivos ambientais e iniciar o processo de investigação de solo e águas subterrâneas em suas dependências. Foram realizadas oito sondagens (P0 a P7) na área e identificados os seguintes resultados:

- Bário: P-0, P-1 e P-7 acima do valor de prevenção da CETESB (VP) e P-6 acima do valor de intervenção da CETESB (VI);
- Cromo: P-3 acima do VP;
- PCB total: P-7 acima do VP;
- Benzo(a)antraceno: P-1 e P-3 acima do VP; e
- Naftaleno: P-5 acima do VP.

Ressalta-se que bário foi quantificado no ponto P0, local onde nunca houve nenhuma atividade da DEICMAR. Deste modo as concentrações de Bário acima dos valores orientadores podem não estar relacionadas às atividades da empresa. De acordo com os resultados obtidos foi proposto o detalhamento de alguns pontos conforme apresentado no relatório técnico “Plano de Ação - DEICMAR – IPA” entregue em maio de 2006.

Em maio de 2007 foram realizadas cinco sondagens adicionais de solo superficial (S01 a S05) e instalados quatro poços de monitoramento (PM-01 a PM-04), onde foram analisados solos e águas subterrâneas. Desta forma foram analisadas nove amostras de solos e quatro de águas subterrâneas em que foram identificados os seguintes resultados:

- Bário: S-04 e S-05 acima do VP;

- Indeno(1,2,3-cd)pireno, antraceno e benzo(g,h,i)perileno: S-01 , S-02 e S-03 acima do VP;
- Benzo(a)antraceno: S-03 acima do VP;
- PCB: PM-04 acima do VP.

A partir destes resultados foi recomendada a avaliação das águas subterrâneas, nas proximidades dos pontos de sondagem (S1 a S3) localizados na Área 2.

Em 2009 foi realizada a primeira campanha de monitoramento das águas subterrâneas para metais e semi-metais dissolvidos, hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPA) e bifenilas policloradas (PCB).

Como resultados, foram quantificados arsênio, cobalto, ferro e manganês na água subterrânea acima do VI. Nenhum HPA apresentou resultados acima dos VI e os PCBs analisados apresentaram resultados abaixo do limite de quantificação do laboratório.

Em campanha realizada em 2010, foi quantificado mercúrio acima do VI. Ressalta-se que o metal não havia sido quantificado na área até o momento. Recomendou-se um detalhamento no entorno dos poços onde o metal foi quantificado (PM-01 e PM-02), focando as diretrizes estabelecidas na Decisão de Diretoria n° 103/07 da CETESB.

CAPÍTULO 4

METODOLOGIA

Para o detalhamento das áreas foram realizadas 06 sondagens com a posterior instalação de 06 poços de monitoramento, conforme a **Figura 3, Anexo 1**.

O dossiê fotográfico com as atividades desenvolvidas encontra-se no **Anexo 02**.

4.1. SONDAGENS E INSTALAÇÃO DE POÇOS DE MONITORAMENTO

Os trabalhos de sondagens e instalação dos poços de monitoramento foram executados nos dias 14 e 15 de junho de 2010 pela empresa American Drilling do Brasil, sob a supervisão de um técnico qualificado da CPEA.

As sondagens (S-08 a S-13) foram realizadas obedecendo aos procedimentos preconizados pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) NBR 15492 “Sondagem de reconhecimento para fins de qualidade ambiental, Procedimentos”. Foi utilizado trado manual tipo concha de 04 polegadas de diâmetro.

Após a realização das sondagens foram instalados poços de monitoramento (PM-08 a PM-13) obedecendo aos procedimentos preconizados pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) NBR 15495-1 “Poços de monitoramento de águas subterrâneas em aquíferos granulares”.

Os poços de monitoramento foram instalados com tubos de PVC geomecânico, com diâmetro interno de 2 polegadas e filtros ranhurados com aberturas de 0,5 mm. Foi utilizada seção filtrante de 2 m de comprimento. O espaço anelar dos poços foi preenchido com pré-filtro de areia do tipo Jacareí, quartzosa, arredondada, pré-lavada de granulometria de 02 a 03 mm. Posteriormente, visando prevenir o aporte de eventuais contaminações superficiais, os poços foram preenchidos com selo de proteção de bentonita em *pellets*, e finalizados com calda de cimento e bentonita até o topo.

O material escavado foi caracterizado tátil-visualmente e descrito em fichas de acompanhamento de instalação dos poços. Posteriormente, estes dados foram tratados e utilizados para elaboração dos perfis litológicos que auxiliaram na caracterização geológica da área.

Ressalta-se que para as atividades de sondagem e instalação dos poços de monitoramento não foi utilizado qualquer fluido de perfuração e a lubrificação dos equipamentos com óleos ou mesmo a limpeza dos mesmos com qualquer tipo de solvente não foi permitida.

Após a instalação dos poços, a fim de promover a redução da turbidez na água da formação contida nos poços (remoção de finos da perfuração) os mesmos foram desenvolvidos obedecendo aos procedimentos preconizados pela Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) NBR 15495-2 “Poços de monitoramento de águas subterrâneas em aquíferos granulares-Parte 2: Desenvolvimento”. O desenvolvimento dos mesmos foi realizado utilizando mangueiras descartáveis de polietileno de ½ polegada de diâmetro, acopladas a uma válvula retentora.

A **Tabela 4.1-1** apresenta os dados das sondagens e dos poços instalados.

Tabela 4.1-1: Dados dos poços de monitoramento instalados.

Poço de Monitoramento	Data de Instalação	Profundidade (m)	Diâmetro da Perfuração (polegada)	Diâmetro do Poço Instalado (polegada)	Comprimento do filtro (m)	NA Instalação (m)
PM – 08	15/06/2010	3,00	4	2	2	1,50
PM – 09	15/06/2010	2,50	4	2	2	1,30
PM – 10	15/06/2010	3,00	4	2	2	1,30
PM – 11	14/06/2010	2,50	4	2	2	0,50
PM – 12	14/06/2010	2,50	4	2	2	0,80
PM - 13	14/06/2010	3,00	4	2	2	1,00

Durante a perfuração do PM-10 foi observado solo com vestígio de fase oleosa a aproximadamente 04 metros de profundidade.

Os perfis litológicos dos poços de monitoramento instalados encontram-se no **Anexo 3**.

4.2. AMOSTRAGEM DE SOLO

4.2.1. Amostras de Solos Superficiais

Foram coletadas 06 amostras de solo superficial (entre 0,80 m a 2,50 m de profundidade). A amostragem de solos foi realizada conforme o método US EPA (2000) *Standard operating procedures – soil sampling* (SOP 2012). Rev 00, U.S. EPA Contract 68-C4-0022, 13p e na metodologia preconizada pelo “Manual de Gerenciamento de Áreas Contaminadas” (CETESB, 2001).

A **Tabela 4.2-1** apresenta os dados das amostras de solo e as análises químicas realizadas.

Tabela 4.2-1 - Dados das amostras de solo superficial.

Sondagem	Data da coleta	Hora da coleta	Profundidade das amostras (m)	Análise química Realizada
S-08	15/06/2010	09:50	1,50	Mercúrio Total (Hg)
S-09	15/06/2010	08:25	1,00	Mercúrio Total (Hg)
S-10	15/06/2010	09:15	1,00	Mercúrio Total (Hg)
S-11	14/06/2010	15:50	0,80	Mercúrio Total (Hg)
S-12	14/06/2010	16:35	2,00	Mercúrio Total (Hg)
S-13	14/06/2010	15:13	2,50	Mercúrio Total (Hg)

A Tabela 4.2-2 apresenta os protocolos de preservação, armazenamento e as metodologias de análises empregadas pelos laboratórios nas amostras de solo.

Tabela 4.2-2 - Protocolos de preservação e armazenamento de amostras de solo superficial.

Parâmetros	Método de análise	Recipiente de armazenamento	Preservação	Quantidade de amostra	Prazo para análise
Mercúrio total	EPA7471A (preparação); EPA7471A (análise)	Frasco de vidro	Refrigerar a 4° C	100 gramas	28 dias (para análise)

4.3. AMOSTRAGEM DE ÁGUA SUBTERRÂNEA

4.3.1. Amostragem utilizando metodologia de baixa vazão

Foram coletadas 08 amostras, sendo seis amostras de água subterrânea proveniente dos poços de monitoramento, um branco de campo (PBC-01) e uma amostra duplicata (D) do PM-11.

A amostragem foi realizada com base nas recomendações constantes na norma CETESB de 2001 para Amostragem e Monitoramento de Águas Subterrâneas, constante no Manual de Gerenciamento de Áreas Contaminadas, Projeto CETESB - GTZ.

Antes da coleta das amostras, em cada poço de monitoramento, foi realizada medição de nível estático da água e a verificação da existência de fase livre não aquosa (NAPL) com equipamento do tipo interface 122-Mini da marca Solinst®.

Após esta tarefa, Os poços foram purgados e amostrados em “Baixa Vazão” (Low Flow) de acordo com procedimentos descritos na ASTM D-6771-02 - "*Standard Practice for Low Flow Purging and Sampling for Wells and Devices Used for Ground Water Quality Investigations*" de Janeiro de 2002, de modo que se obteve uma amostra representativa do aquífero com o mínimo de turbulência possível.

Em cada poço, posicionou-se uma bomba pneumática de bexiga na profundidade de sua secção filtrante, controlando-se as vazões da bomba de modo a causar um mínimo rebaixamento do nível

da água. Durante a micropurga, parâmetros como pH, condutividade elétrica, potencial de óxido-redução (E_{H}), temperatura e oxigênio dissolvido (DO) foram constantemente monitorados até sua estabilização, para posterior coleta das amostras em frascos apropriados.

A **Tabela 4.3-1** apresenta os dados das amostras de águas subterrâneas e as análises químicas realizadas.

Tabela 4.3-1 - Dados das amostras das águas subterrâneas

Ponto Amostral	Data da coleta	Hora da coleta	Análise química Realizada
PM-08	16/06/2010	12:45	Mercúrio dissolvido (Hg)
PM-09	16/06/2010	11:33	Mercúrio dissolvido (Hg)
PM-10	16/06/2010	12:00	Mercúrio dissolvido (Hg)
PM-11	16/06/2010	10:45	Mercúrio dissolvido (Hg)
		10:55*	Mercúrio dissolvido (Hg)
PM-12	16/06/2010	10:15	Mercúrio dissolvido (Hg)
PM-13	16/06/2010	09:50	Mercúrio dissolvido (Hg)
PBC-01	16/06/2010	13:15**	Mercúrio dissolvido (Hg)

(*) Amostra duplicata

(**) Branco de Equipamento

A **Tabela 4.3-2** apresenta os protocolos de preservação e armazenamento das amostras de água subterrânea.

Tabela 4.3-2 - Protocolos de preservação e armazenamento das amostras de água subterrânea

Parâmetros	Método de análise	Recipiente de armazenamento	Preservação	Quantidade de amostra	Prazo para análise
Metais dissolvidos	EPA 6010C (análise)	Plástico	Refrigerar a 4°C; filtrar no campo; HNO ₃ (pH<2)	500 ml	6 meses (para análise)

(*) As amostras para análise de metais foram filtradas a 0,45micra em laboratório.

4.4. MEDIDAS FÍSICO-QUÍMICAS REALIZADAS IN-SITU

De acordo com os procedimentos descritos na ASTM D-6771-02 "*Standard Practice for Low Flow Purging and Sampling for Wells and Devices Used for Ground Water Quality Investigations*", durante a micropurga, foram realizadas em campo medidas físico-químicas das amostras de água subterrânea

para pH, oxigênio dissolvido, potencial de óxido redução (E_H), salinidade, condutividade elétrica e temperatura

Deste modo, antes do início das atividades, uma sonda multiparamétrica Hanna HI9828 foi calibrada conforme procedimentos específicos inerentes à CPEA. O **Anexo 04** apresenta uma cópia do certificado de calibração do equipamento utilizado em campo e o **Anexo 05** apresenta o protocolo de manutenção e calibração da sonda (HI 9828) conforme procedimentos específicos da CPEA.

O procedimento consistiu na medição diretamente em uma célula de fluxo acoplada ao sistema de coleta (baixa vazão). Para cada amostra as medidas foram realizadas em triplicata para cálculo da média reportada no relatório.

Como parte da validação de metodologia dos parâmetros medidos *in situ*, a CPEA regularmente participa de ensaios interlaboratoriais para evidenciar a proficiência dos técnicos na realização destes ensaios. No **Anexo 06** é apresentado o relatório de avaliação de desempenho emitido pela empresa RTC, nos Estados Unidos.

Os laudos das análises físico-químicas realizadas em campo são apresentados no **Anexo 07**.

4.5. TRATAMENTO E PRESERVAÇÃO DAS AMOSTRAS DE SOLO E ÁGUA SUBTERRÂNEA.

As amostras de água subterrânea e solo foram acondicionados em frascaria apropriada (descartáveis), cedidas pelo laboratório CEIMIC Análises Ambientais, com seus respectivos conservantes, conforme o parâmetro a ser analisado. Os frascos com as amostras foram armazenados em caixas térmicas com gelo e mantidos sob refrigeração de $4^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$, desde o momento da coleta até o seu processamento em laboratório. As cadeias de custódia e a confirmação de recebimento das amostras são apresentadas no **Anexo 08**.

4.6. LEVANTAMENTO TOPOGRÁFICO

O levantamento topográfico na área visou definir as coordenadas e cotas de boca dos PM instalados. As coordenadas UTM (*Datum SAD 69*) foram levantadas com auxílio de GPS da marca Garmim, modelo map 60CSx.

As cotas de boca dos PM e sondagens para amostras de solo superficial foram realizadas adotando referencial de nível arbitrário no terreno e depois com auxílio de teodolito da marca Alkon, modelo Al32 foram levantadas as cotas, distâncias e angulações entre os pontos de interesse.

A **Tabela 4.6-1** apresenta as coordenadas e cotas levantadas na área

Tabela 4.6-1 - Coordenadas e cotas dos pontos de sondagem de solo superficial e instalação dos PM e coleta de água subterrânea.

PM	Coordenadas UTM		Cota (m)
	mE	mN	
S-08/PM – 08	363.275,33	7.353.584,98	98,32
S-09/ PM – 09	363.282,26	7.353.584,98	98,3
S-10/ PM – 10	363.278,79	7.353.578,98	98,39
S-11 / PM-11	363.186,02	7.353,597,01	98,85
S-12 / PM-12	363.192,95	7.353.597,01	98,77
S-13/ PM-13	363.189,48	7.353.591,01	98,8

Datum: 23K - SAD69

CAPÍTULO 5

GARANTIA E CONTROLE DA QUALIDADE (QA/QC)

No processo de investigação de áreas contaminadas, 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 decisões são baseadas nos resultados analíticos é importante a credibilidade e 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: amostragem de águas subterrâneas, solos e análises químicas, conforme apresentado nos itens a seguir.

5.1. PROCEDIMENTOS DE DESCONTAMINAÇÃO

Dentre os equipamentos utilizados nos trabalhos de campo, parte é reutilizada, 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

Para isto, foi estabelecido como procedimento interno da CPEA, que todos os equipamentos não descartáveis devem ser lavados com sabão neutro e água em abundância e enxaguados com água reagente antes do próximo uso.

5.1.1. Branco de campo

O branco de campo é uma amostra de água reagente preparada no local investigado, transferindo-a para frascos de coleta para ensaios dos parâmetros contemplados no escopo do projeto. Esta amostra é codificada e enviada ao laboratório junto com o lote de amostras da área e é tratada como se fosse uma amostra real.

Para o trabalho de investigação do ID CPEA 1038 foi considerado uma amostra de branco de campo. A amostra foi encaminhada ao laboratório com a nomenclatura PBC-01 conforme a cadeia de custódia e o laudo analítico apresentado no **Anexo 8** e **Anexo 9**, respectivamente. A análise química realizada para o branco foi mercúrio dissolvido.

5.2. PROCEDIMENTO DE COLETA E MEDIÇÃO IN SITU

O trabalho de campo foi realizado por dois colaboradores da CPEA, ficando a cargo de um deles exclusivamente a manipulação do material de coleta e medição dos parâmetros físico-químicos *in situ* (pH, E_H , salinidade, condutividade, temperatura e oxigênio dissolvido).

A capacitação dos técnicos da CPEA na medição dos parâmetros de campo pode ser evidenciada pelos resultados satisfatórios obtidos na participação de ensaio de proficiência junto a RTC Corp (**Anexo 06**), empresa reconhecida pelos US EPA para fornecimento de estudos interlaboratoriais, sendo acreditada pela A2LA (*American Association for Laboratory Accreditation*).

A coleta de solo foi realizada conforme US EPA (2000) *Standard operating procedures – soil sampling* (SOP 2012). Rev 00, U.S. EPA Contract 68-C4-0022, 13p. O objetivo do método consiste em coletar, após atingir a profundidade necessária, a amostra de solo, na quantidade adequada para realização dos ensaios dos parâmetros a serem determinados.

A coleta de água foi realizada de acordo com procedimentos descritos na ASTM D-6771-02 - "*Standard Practice for Low Flow Purging and Sampling for Wells and Devices Used for Ground Water Quality Investigations*".

O objetivo da técnica é a recuperação de amostras representativas das águas subterrâneas de formações geológicas adjacentes à seção filtrante dos poços. Nesta técnica, a água estagnada acima e abaixo da seção filtrante não é purgada ou amostrada. Idealmente, a taxa de vazão do poço a partir do bombeamento irá se aproximar ou será menor do que a taxa de vazão da formação que abastece o poço.

Uma bomba é colocada dentro da seção de interesse, a água é purgada e os parâmetros físico-químicos são monitorados continuamente com o auxílio de um medidor multiparamétrico acoplado a uma célula de fluxo. O nível da água subterrânea também deve ser monitorado a fim de garantir que o rebaixamento seja reduzido ao mínimo.

5.3. PREPARAÇÃO DO MATERIAL DE COLETA

Foram utilizadas bombas submersíveis de bexiga descartáveis. Os demais equipamentos utilizados (medidor de nível d água e sonda multiparamétrica) foram submetidos a um rigoroso procedimento de descontaminação antes do seu uso em cada ponto amostral.

Os frascos de coleta foram fornecidos pelo laboratório Ceimic Análises Ambientais, definidos de acordo com os parâmetros de interesse.

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 4 ± 2 °C e enviadas ao laboratório para análise.

5.4. CONTROLE DE QUALIDADE DOS RESULTADOS ANALÍTICOS

Com o intuito de obter resultados fidedignos para as amostras de água subterrânea e solo do projeto IDCPEA-1038, os laboratórios contratados aplicaram 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:

5.4.1. Branco do Método

É uma amostra de água reagente (para simular água subterrânea) ou areia pura (para simular solo), 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), vidraria, do ambiente de laboratório, equipamento analítico, etc. O valor encontrado para o branco do método deve ser menor que o limite de quantificação praticável.

5.4.2. 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. LCS é usado para testar a exatidão do método.

5.4.3. Duplicata (D)

Uma amostra duplicata (D) é uma alíquota de uma mesma amostra, preparada e analisada como se fossem amostras independentes. Os resultados da duplicata são comparados com os resultados da amostra original para se 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 as amostras, acessa-se a precisão analítica; Quanto menor o DPR, maior a precisão analítica. Neste trabalho, o laboratório preparou a amostra de água subterrânea PM-11 em duplicata para o ensaio de mercúrio dissolvido.

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, preparação e análise das amostras.

A precisão pode ser definida como a concordância entre as 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 temperatura e calibração (reprodutibilidade). A precisão foi obtida pela realização de análises de amostras de duplicata.

Já a exatidão é definida como o grau de concordância de um valor medido com o valor verdadeiro, a qual foi obtida pela realização de análises de amostras LCS.

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

5.5.1. Branco do método

Foi utilizada água reagentes (para similar amostra de água) e areia pura (para similar amostra de solo) como amostra de branco do método, sendo que estas foram processadas juntamente com as amostras reais. A amostra de água foi preparada pelo método SW846 EPA 7470A, enquanto a de solo foi preparada pelo método SW846 EPA 7471B. As análises foram feitas por Vapor Frio para análise água e de solo, recorrendo-se ao método SW846 EPA 7470A para água e método SW846 EPA 7471B para solo. Os resultados analíticos das amostras de água e solo referentes ao branco do método encontram-se nos laudos analíticos (**Anexo 9**):

Solo – Relatório de Ensaio N° 1006083/PBS170610H, página H - 7 de 8.

Água – Relatório de Ensaio N° 1006082/PBWI180610H, página H - 9 de 10.

Todos os resultados obtidos estiveram abaixo do limite de quantificação do laboratório Ceimic comprovando que não houve qualquer tipo de contaminação oriunda de procedimentos de manipulação, preparação e análise das amostras.

5.5.2. Branco de campo

Foi utilizada água reagentes como amostra de branco de campo, sendo a mesma preparada no local de amostragem e posteriormente enviada ao laboratório, juntamente com as amostras reais. Conforme apresentado na **Tabela 5.5-1**, o resultado de mercúrio dissolvido analisado na amostra PBC-01 estava abaixo do limite de quantificação do laboratório, comprovando que não houve qualquer tipo de contaminação oriunda do ambiente amostral.

Tabela 5.5-1 - Resultados analíticos do branco de campo

Parâmetros	PBC-01
Metais e semi-metais (µg/L)	
Mercúrio (Hg) dissolvido	<1,00

A partir do resultado da amostra de branco discutida acima, pôde-se evidenciar que não houve qualquer tipo de contaminação oriunda do ambiente amostral, frascaria, preservantes químicos, limpeza de equipamentos, procedimentos de amostragem, manipulação das amostras, transporte ao laboratório, preparação e análise das amostras.

5.5.3. Amostra de controle laboratorial (LCS)

À água reagentes (para simular amostra de água) e areia pura (para simular amostra de solo) adicionou-se quantidade conhecida de analitos-alvo. As amostras obtidas foram processadas juntamente com as amostras reais. A amostra de controle laboratorial (LCS) foi preparada pelo método SW846 EPA 7470A, enquanto a de solo foi preparada pelo método SW846 EPA 7471B. As análises foram feitas por Vapor Frio para análise água e de solo, recorrendo-se ao método SW846 EPA 7470A para água e método SW846 EPA 7471B para solo. 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. Usaram-se como referência para validação dos resultados os intervalos estabelecidos pelo laboratório.

Os resultados analíticos das amostras de água e solo referentes à amostra de controle laboratorial (LCS) encontram-se nos laudos analíticos (**Anexo 9**):

Solo – Relatório de Ensaio N° 1006083/LCSS170610H, página H - 8 de 8.

Água – Relatório de Ensaio N° 1006082/LCSWI180610H, página H - 10 de 10.

5.5.4. Duplicatas

As amostras PM-11 e PM-11D foram analisadas em duplicata para mercúrio dissolvido. Não ocorreu diferença porcentual relativa indicando excelente precisão. A **Tabela 5.5-2** compara os resultados obtidos com o intervalo de aceitação estabelecido pelo laboratório.

Tabela 5.5-2- Resultados analíticos das duplicatas

Parâmetros	PM-11	PM-11D	DPR%	Intervalo de CQ
Metais e semi-metais (µg/L)				
Mercurio (Hg) dissolvido	<1,00	<1,00	0	0-20

5.6. CONCLUSÃO QAQC

Com os resultados obtidos para as amostras de controle de qualidade utilizadas neste projeto, pôde-se validar e garantir a veracidade dos valores apresentados para as amostras de água e solo coletadas para o projeto CPEA-1038.

CAPÍTULO 6

LEGISLAÇÃO

6.1. SOLO

O solo, sob o aspecto legal e ambiental, pode ser considerado em dois sentidos: como recurso natural, onde os diversos ecossistemas dependem dele e como espaço social, onde o fator social também é responsável pelas alterações de uso, como a utilização para implantação de indústrias, moradias, pastagens, estradas, aeroportos e portos, entre outros.

A proteção do solo decorre da Constituição Federal de 1988, através do Art. 225 (proteção ao meio ambiente), Art. 23, inciso VI, que dispõe sobre a competência comum à União, aos Estados e aos Municípios na proteção do meio ambiente e o Art. 24, inciso VI que dispõe sobre a competência comum de legislar sobre os recursos naturais onde, explicitamente, enquadra-se o solo.

A Lei 6938/1981 que institui a Política Nacional de Meio Ambiente foi recepcionada pela CF de 1988. Em relação à proteção dos solos, estabeleceu como objetivo no Art. 4º inciso VI a preservação e restauração do solo e do subsolo com vistas à sua utilização racional, concorrendo para a manutenção do equilíbrio ecológico propício à vida.

A poluição do solo e do subsolo implica na alteração negativa de suas qualidades, por meio de deposição, disposição, descarga, infiltração, acumulação, injeção ou enterramento de substâncias ou produtos poluentes, em estado sólido, líquido ou gasoso neste meio. Contaminação do solo e do subsolo é uma espécie de poluição em que há imposição de risco genérico à saúde humana imposto por concentrações de substâncias químicas contidas nesses meios.

Ressalta-se que a conduta de poluir é tipificada como crime sujeito a pena de reclusão, de 01 a 04 anos, e multa pelo Art. 54 da Lei 9.605/1998 (Lei dos Crimes Ambientais).

Com referência a “áreas contaminadas”, isto é, locais cujo solo sofreu ou pode sofrer iminente dano ambiental, especificamente no Estado de São Paulo, existe a Lei nº 13.577, de 08 de julho de 2009 de Estado de São Paulo, o qual dispõe sobre as diretrizes e procedimentos para a proteção da qualidade do solo e gerenciamento de áreas contaminadas. Esta Lei, além de dispor sobre os procedimentos de gerenciamento de áreas contaminadas, também estabelece os critérios e normas a serem seguidas para o controle de poluição, preservação ou recuperação da qualidade ambiental.

A configuração de uma área ou local contaminado ocorre geralmente pela caracterização da área e comparação das concentrações de substâncias químicas no solo ou água subterrânea com valores máximos toleráveis ou aceitáveis que são estabelecidos pelos órgãos ambientais competentes. No caso do Estado de São Paulo a CETESB baliza por meio de regulamentações os procedimentos a serem adotados para o processo de caracterização de uma área e dá providências para a utilização dos Valores Orientadores definidos pela própria CETESB ou, subsidiariamente, valores de referência internacionais como a Lista Holandesa.

6.1.1. Valores Orientadores da CETESB

Aprovada pela Decisão de Diretoria nº. 195-2005-E, a “listagem CETESB” foi atualizada em 11/11/05 e consiste em um relatório de qualidade de solo e água subterrânea elaborado com o objetivo de estabelecer limites aceitáveis para os contaminantes freqüentemente associados à degradação ambiental.

Esta Lista dispõe sobre a aprovação dos valores orientadores para solos e águas subterrâneas no Estado de São Paulo, em substituição aos Valores Orientadores de 2001, e dá outras providências. Estes valores são definidos e têm sua utilização descrita a seguir:

- (1) Valor de referência de Qualidade (VRQ): é a concentração de determinada substância no solo ou na água subterrânea, que define um solo como limpo ou a qualidade natural da água subterrânea, e é determinada com base em interpretação estatística de análises físico-químicas de amostras de diversos aquíferos de Estado de São Paulo.
- (2) Valor de Prevenção (VP): é a concentração de determinada substância, acima da qual podem ocorrer alterações prejudiciais à qualidade do solo e da água subterrânea. Este valor indica a qualidade de um solo capaz de sustentar as suas funções primárias, protegendo-se os receptores ecológicos e a qualidade das águas subterrâneas. Foi determinada para o solo com base em ensaios com receptores ecológicos.

- (3) Valor de Intervenção (VI): é a concentração de determinada substância no solo ou na água subterrânea acima da qual existem riscos potenciais, diretos ou indiretos, à saúde humana, considerando um cenário de exposição genérico. Para o solo, foi calculado utilizando-se procedimento de avaliação de risco à saúde humana para cenários de exposição Agrícola-Área de Proteção Máxima – APM_{ax}, Residencial e Industrial. Para a água subterrânea, consideraram-se como valores de intervenção as concentrações que causam risco à saúde humana listadas na Portaria 518, de 26 de março de 2004, do Ministério da Saúde, complementada com os padrões de potabilidade do Guia da Organização Mundial de Saúde (OMS) de 2004, ou calculados segundo adaptação da metodologia de OMS utilizada na derivação destes padrões.

6.2. ÁGUA SUBTERRÂNEA

A poluição das águas subterrâneas está diretamente vinculada aos processos de contaminação dos solos. Uma área contaminada pode ser definida como local ou terreno onde há comprovadamente poluição ou contaminação, causada pela introdução de quaisquer substâncias ou resíduos que nela tenham sido depositados, acumulados, armazenados, enterrados ou infiltrados de forma planejada, acidental, ou até mesmo natural. Os poluentes ou contaminantes podem se concentrar em sub-superfície nos diferentes compartimentos do ambiente, sendo eles o solo, os sedimentos, as rochas e as águas subterrâneas, alterando suas características naturais ou qualidade e determinando impactos negativos e/ou riscos sobre os bens a proteger, localizados na própria área ou em seus arredores.

O controle da poluição das águas subterrâneas é abordado em leis como a que instituiu a Política Nacional ou Estadual de Meio Ambiente e em diretrizes e normas infralegais para o controle de poluição, preservação ou recuperação da qualidade ambiental, destacando-se:

- (1) BRASIL - Ministério do Meio Ambiente, 2008. Resolução CONAMA nº396 de 03 de abril de 2008 que dispõe sobre a classificação e diretrizes ambientais para o enquadramento das águas subterrâneas e dá outras providências.
- (2) BRASIL - Ministério da Saúde, 2004. Portaria nº. 518/GM de 25 de março de 2004. Esta Portaria estabelece os procedimentos e responsabilidades relativos ao controle e vigilância da qualidade da água para consumo humano e seu padrão de potabilidade.
- (3) CETESB – Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. (2005). Valores orientadores para solo e água subterrânea. Decisão de Diretoria no. 195-2005.
- (4) CETESB - Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. (2000). Projeto CETESB – GTZ 6530 – Lista Holandesa de Valores de Qualidade do Solo e da Águas Subterrânea – Valores STI.

- (5) ESTADO DE SÃO PAULO - Lei 6.134, de 02 de junho de 1988 que dispõe sobre a preservação dos depósitos naturais de águas subterrâneas do Estado de São Paulo, e dá outras providências regulamentada pelo Decreto 32.955 de 7 de fevereiro de 1991.

Conforme já explicado nos itens supracitados existe no Estado de São Paulo uma política instituída de gerenciamento de áreas contaminadas que corretamente aborda a prevenção, identificação, controle e reabilitação de áreas contendo solo e águas subterrâneas contaminadas.

CAPÍTULO 7

RESULTADOS

7.1. SOLO SUPERFICIAL

Durante as atividades de perfuração do poço de monitoramento PM-10 (sondagem S-10) foi observado solo com vestígio de óleo a aproximadamente 04 metros de profundidade.

7.1.1. Mercúrio

A **Tabela 7.1-1** apresenta os resultados analíticos de mercúrio para as amostras de solo

Tabela 7.1-1 - Resultados analíticos de mercúrio para as amostras de solo

Parâmetros	CETESB 2005 (mg/Kg)		S-08	S-09	S-10	S-11	S-12	S-13
	VP	VI						
Data da Coleta			15/06/2010	15/06/2010	15/06/2010	14/06/2010	14/06/2010	14/06/2010
Identificação do laudo			1006083	1006083	1006083	1006083	1006083	1006083
Metais e semi-metais (mg/Kg)								
Mercúrio (Hg)	0,5	70	< 0,34	< 0,33	< 0,32	< 0,30	< 0,31	< 0,31

 Acima do valor de prevenção  Acima do valor de intervenção

Os resultados analíticos de solo para mercúrio estão abaixo do limite de quantificação do laboratório e, conseqüentemente, abaixo dos valores de prevenção e intervenção, considerando cenário industrial para a área de interesse.

Em função da fase oleosa identificada durante a perfuração do PM-10 a CPEA recomenda que na próxima campanha de monitoramento sejam avaliadas a existências de fases não miscíveis (NAPL) previamente a amostragem dos poços e realizada a amostragem para análises de TPH, VOC e SVOC.

7.2. ÁGUA SUBTERRÂNEA

7.2.1. Parâmetros físico-químicos

A **Tabela 7.2-1** apresenta os resultados médios das triplicatas dos parâmetros físico-químicos medidos em campo.

Tabela 7.2-1 - Resultados dos parâmetros físico-químicos das amostras de água subterrânea

Pontos de Coleta	OD (mg/L)	OD%	Condutividade ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	Salinidade (‰)	E_H (mV)	pH	Temp ($^{\circ}\text{C}$)	Chuvas 24h (S/N)
PM-08	7,22	85,77	3455,00	1,81	5,18	6,31	24,54	N
PM-09	3,72	45,07	3222,00	1,68	79,57	6,10	24,74	N
PM-10	3,57	45,07	2294,00	1,18	8,83	6,13	25,85	N
PM-11	3,82	44,20	4104,33	2,20	-182,53	11,97	23,77	N
PM-12	0,80	10,43	11590,00	6,56	-57,87	6,40	25,71	N
PM-13	0,98	15,47	22453,33	13,52	-30,23	6,53	25,53	N

Os resultados de pH variaram de 6,10 a 6,66 e estão na mesma faixa das medições realizadas na amostragem anterior março/2010 na área, com exceção do PM-11 que apresentou pH igual a 11,97, este resultado é pontual e deverá ser avaliado em campanhas posteriores, pois os poços de monitoramento PM-12 e PM-13, localizados próximos, apresentaram pH de 6,4 e 6,53, respectivamente.

Os resultados de condutividade elétrica variaram de 2294 $\mu\text{S}/\text{cm}$ no PM-10 a 22453 $\mu\text{S}/\text{cm}$ no PM-13 seguindo, como esperado, os resultados obtidos para a salinidade, ou seja, o menor resultado no PM-10 (1,18‰) e o maior resultado no PM-13 (13,52‰). Os resultados de OD indicam um ambiente aeróbio em todas as amostras. Os resultados de E_H caracterizam o ambiente como redutor nos poços PM-11, PM-12 e PM-13 e oxidante nos poços PM-08, PM-09 e PM-10.

7.2.3. Mercúrio (Hg)

A **Tabela 7.2-2** apresenta os resultados mercúrio dissolvido na água subterrânea.

Tabela 7.2-2 - Resultados das análises de mercúrio das amostras de água subterrânea

Parâmetros	CETESB 2005 (µg/L)	Lista Holandesa 2008(µg/L)	PM-08	PM-09	PM-10	PM-11	PM-12	PM-13
Data da Coleta			16/6/2010	16/6/2010	16/6/2010	16/6/2010	16/6/2010	16/6/2010
Identificação do laudo			1006082	1006082	1006082	1006082	1006082	1006082
Metais e semi-metais (µg/L)								
Mercúrio (Hg) dissolvido	1	0,3	<1,00	<1,00	<1,00	<1,00	<1,00	<1,00

Observa-se que todas as amostras de mercúrio apresentaram resultados abaixo do limite de quantificação (LQ) do laboratório e, conseqüentemente, abaixo do valor de intervenção.

CAPÍTULO 8

CONCLUSÕES E CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os resultados analíticos indicam que nenhum ponto avaliado apresentou concentrações de mercúrio acima dos limites de quantificação do laboratório nas amostras de solo e água subterrânea. Consequentemente estes resultados estão abaixo do valor de intervenção adotado (CETESB).

A partir deste resultado pode-se concluir que as concentrações de mercúrio encontradas na campanha de monitoramento de março de 2010 são pontuais e deverão ser avaliadas durante os monitoramentos subseqüentes.

Durante as atividades de perfuração do poço de monitoramento PM-10 (sondagem S-10) foi observada a presença de vestígio de óleo somente na fase retida (solo) a aproximadamente 04 metros de profundidade. Deste modo, recomenda-se que nas próximas campanhas sejam realizadas análises químicas para compostos orgânicos voláteis, semi-voláteis e TPH para confirmação ou não destas concentrações no aquífero local.

Recomendação de uma nova campanha de monitoramento anual unificada para junho de 2011 com as próximas análises de mercúrio, conforme previsto pelo estudo de investigação realizado

CAPÍTULO 9

BIBLIOGRAFIA

- ABNT (2007). NBR 15495-1: Poços de monitoramento de águas subterrâneas em aquíferos granulares, parte 1 projeto e construção. 1ed. São Paulo, São Paulo: ABNT, 2007. 31 p.
- ABNT (2007). NBR 15495-2: Poços de monitoramento de águas subterrâneas em aquíferos granulares-Parte 2: Desenvolvimento. 1ed. São Paulo, São Paulo: ABNT, 2007. 31 p.
- ABNT (2007). NBR 15492: Sondagem de reconhecimento para fins de qualidade ambiental, Procedimentos. São Paulo: ABNT, 2007. 31 p.
- ABNT (2008). NBR 15515-1: Passivo ambiental em solo e água subterrânea, Parte 1: avaliação preliminar. 1ed. São Paulo, São Paulo: ABNT, 2008. 47 p.
- ASTM (2002). D 6771-02 - Standard practice for low-flow purging and sampling for wells and devices used for ground-water quality investigations, United States, 7 p.
- US EPA (2000) Standard operating procedures – soil sampling (SOP 2012). Rev 00, U.S. EPA Contract 68-C4-0022, 13p.

CAPÍTULO 10

EQUIPE TÉCNICA

Sérgio Luis Pompéia – Engenheiro Agrônomo, Dr.

Patrícia Ferreira Silvério – Química, MSc, Dr

Silvano de Jesus Clarimundo – Geólogo

Alúísio Soares – Químico, MSc, Dr

Cristina Gonçalves – Química, MSc

Sammy Sampaio Sieber - Geólogo

Sergio Crepaldi – Tecnólogo em Gestão Ambiental

Rodrigo Machado – Técnico Ambiental

Everton Ribeiro Nascimento – Técnico Ambiental

Gabriela Toledo Antonini - Técnica em Análises Químicas

ANEXOS

ANEXO 1

FIGURAS

ANEXO 2

DOSSIÊ FOTOGRÁFICO

ANEXO 3

PERFIS LITOLÓGICOS

ANEXO 4

CERTIFICADO DE MANUTENÇÃO E CALIBRAÇÃO HANNA 9828 HM-02

ANEXO 5

PROCEDIMENTO PARA CALIBRAÇÃO E MANUTENÇÃO DO EQUIPAMENTO - HANNA HI-9828

1. CARACTERÍSTICAS DO EQUIPAMENTO

- Sonda Multiparamétrica, equipada com medidores de pH, oxigênio dissolvido, condutividade, salinidade, temperatura, E_H .

1.1. MÉTODOS:

- **pH:** determinação potenciométrica com eletrodo padrão de vidro (US EPA Method 150.1)
- **E_H :** determinação potenciométrica com eletrodo de Pt/PtO (SM 2580B, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21a. edição, 2005);
- **Oxigênio dissolvido:** determinação polarográfica com eletrodo de membrana (SM 4500-O G, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21a. edição, 2005);
- **Condutividade:** determinação com eletrodo (US EPA Method 120.1)
- **Salinidade:** determinação pela condutividade elétrica - (Salinity SM 2520B, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21a. edição, 2005);
- **Temperatura:** determinação por termistor (SM 2550B, Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 21a. edição, 2005);

1.1.1. Observações

- O eletrodo de E_H deve ser acondicionado em solução oxidante ou redutora, conforme o ambiente a ser avaliado, segundo Tabela 01 abaixo;
- Regra geral, se a leitura E_H /ORP correspondente ao valor de pH da solução é superior à dos valores na tabela abaixo, é necessário um pré-tratamento oxidante; caso contrário é necessário um pré-tratamento redutor:

pH	mV	pH	mV	pH	mV	pH	mV	pH	mV	pH	mV
0	990	1	920	2	860	3	800	4	740	5	680
6	640	7	580	8	520	9	460	10	400	11	340
12	280	13	220	14	160						

Para pré-tratamento redutor: mergulhe o eletrodo alguns minutos em HI 7091L.

Para pré-tratamento oxidante: mergulhe o eletrodo alguns minutos em HI 7092L.

2. CONTROLE DE QUALIDADE

- **Frequência de calibração:** O equipamento é calibrado previamente à sua utilização e a cada 20 medições, ou quando são observados resultados anômalos.
- **Frequência de verificação:** a verificação é realizada com a solução de calibração rápida, após o procedimento de calibração (diariamente, no início e no final dos trabalhos de campo).
- **Replicatas:** deve-se sempre realizar três medidas por amostra e obter a média para expressão do resultado final.
- **Ações corretivas para medidas anômalas:** Deve ser realizada a re-calibração do equipamento ou utilização de outro equipamento com mesma função.
- **Reprodutibilidade dos resultados:** As medidas são realizadas em triplicata para cada amostra. O número de replicatas deve ser ampliado quando da ocorrência de desvios elevados e os resultados extremos descartados.
- **Faixa de trabalho e acuracidade:** A faixa de trabalho para cada medida é apresentada na **Tabela 1** abaixo.
- **Procedimentos de limpeza geral e manutenção:** Previamente e após o seu uso, a sonda é lavada com água em abundância, rinsada com água destilada e seca com papel macio. Periodicamente o equipamento é enviado para a realização da manutenção preventiva pelo representante do fabricante.
- **Amostragem e armazenamento:** As amostras não devem ser armazenadas, mas analisadas na coleta. O contato atmosférico e a demora nas análises devem ser minimizados.

Tabela 1. Especificações dos parâmetros físico-químicos avaliados

Parâmetros	Princípio	Faixa	Precisão	Compensação da Temperatura
pH	Eletrodo de vidro	0,00 – 14	$\pm 0,02$	-5 – 55°C
Condutividade (mS/cm)	Eletrodos Alternados	0,00 – 200	Resultados até 100 $\mu\text{S/cm}$ = $\pm 1 \mu\text{S/cm}$ Resultados acima de 100 $\mu\text{S/cm}$ = $\pm 1\%$ da leitura	-5 – 55°C
Oxigênio Dissolvido (mg/L)	Membrana/Célula Galvânica	0,0 até 500,0%; 0,00 até 50,00mg/L	0,0 a 66 % = $\pm 1,0\%$ da leitura 67 a 300% = $\pm 1,5\%$ da leitura 300,0 a 500,0% = $\pm 3\%$ da leitura 0,00 a 6,6 mg/L = $\pm 0,10$ mg/L 6,7 a 30 mg/L = $\pm 1,5\%$ da leitura 30,00 mg/L a 50 mg/L = $\pm 3\%$ da leitura	-5 – 55°C
EH	Eletrodo Pt/PtO	$\pm 2000\text{mV}$	$\pm 1,0$ mV	-5 – 55°C
Temperatura (°C)	Termistor	-5 – 55°C	$\pm 0,15$	–
Salinidade (‰)	Eletrodos Alternados	0,00 – 70	0,00 a 0,5 = $\pm 0,01$ PSU 0,5 a 70 = $\pm 2\%$ da leitura	–

ANEXO 6

CERTIFICADO DE PARTICIPAÇÃO TESTE INTERLABORATORIAL

ANEXO 7

LAUDOS FÍSICO-QUÍMICOS

ANEXO 8

CADEIAS DE CUSTÓDIA

ANEXO 9

LAUDOS ANALÍTICOS

ANEXO 10

ART