19/08/2022

Número: **5084381-43.2020.8.13.0024**

Classe: **[CÍVEL] PROCEDIMENTO COMUM CÍVEL**
Órgão julgador: **2ª Vara da Fazenda Pública e Autarquias da Comarca de Belo Horizonte**
Última distribuição : **26/06/2020**
Valor da causa: **R$ 2.000.000.000,00**
Processo referência: **50715214420198130024**
Assuntos: **Mineração, Brumadinho, Mariana**
Segredo de justiça? **NÃO**
Justiça gratuita? **NÃO**
Pedido de liminar ou antecipação de tutela? **NÃO**

Partes	Advogados
Ministério Público - MPMG (AUTOR)	
ESTADO DE MINAS GERAIS (AUTOR)	
	SERGIO PESSOA DE PAULA CASTRO (ADVOGADO) CASSIO ROBERTO DOS SANTOS ANDRADE (ADVOGADO) MARIO EDUARDO GUIMARAES NEPOMUCENO JUNIOR (ADVOGADO) LYSSANDRO NORTON SIQUEIRA (ADVOGADO)
DEFENSORIA PUBLICA DO ESTADO DE MINAS GERAIS (AUTOR)	
VALE S/A (RÉU/RÉ)	
	MARCOS LUIZ DOS MARES GUIA NETO (ADVOGADO) ANA JULIA GREIN MONIZ DE ARAGAO (ADVOGADO) WILSON FERNANDES PIMENTEL (ADVOGADO) OCTAVIO BULCAO NASCIMENTO (ADVOGADO) HUMBERTO MORAES PINHEIRO (ADVOGADO) FLAVIO MARCOS NOTINI DE CASTRO (ADVOGADO)

Outros participantes	
DEFENSORIA PUBLICA DA UNIAO EM MINAS GERAIS (TERCEIRO INTERESSADO)	
ADVOCACIA GERAL DA UNIAO (TERCEIRO INTERESSADO)	
	MARCELO KOKKE GOMES (ADVOGADO) MARCUS VINICIUS PEREIRA DE CASTRO (ADVOGADO)
Advocacia Geral do Estado (TERCEIRO INTERESSADO)	
MINISTERIO PUBLICO DA UNIAO (TERCEIRO INTERESSADO)	
Ministério Público Federal (FISCAL DA LEI)	
PAULA DE MOREIRA GUIMARAES (TERCEIRO INTERESSADO)	

Documentos

Id.	Data da Assinatura	Documento	Tipo
9557383818	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14	Manifestação
9557384025	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte1	Documento de Comprovação
9557384026	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte2	Documento de Comprovação

9557384027	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte3	Documento de Comprovação
9557384028	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte4	Documento de Comprovação
9557384029	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte5	Documento de Comprovação
9557384030	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte6	Documento de Comprovação
9557384031	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte7	Documento de Comprovação
9557384128	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte8	Documento de Comprovação
9557384921	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte9	Documento de Comprovação
9557385069	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte10	Documento de Comprovação
9557384232	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte11	Documento de Comprovação
9557384173	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte12	Documento de Comprovação
9557385718	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte13	Documento de Comprovação
9557384922	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte14	Documento de Comprovação
9557384925	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte15	Documento de Comprovação
9557383735	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte16	Documento de Comprovação
9557384035	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte17	Documento de Comprovação
9557384036	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte18	Documento de Comprovação
9557377902	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte19	Documento de Comprovação
9557384238	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte20	Documento de Comprovação
9557370559	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte21	Documento de Comprovação
9557384237	21/07/2022 21:08	Relatório Final Subprojeto 14 _Parte22	Documento de Comprovação

Exmo. Sr. Juiz da 2ª Vara da Fazenda Pública e Autarquias da Comarca de Belo Horizonte,

Autos nº 5084381-43.2020.8.13.0024

A Coordenação do Projeto Brumadinho-UFMG vem perante V. Exa. apresentar o **relatório final de atividades do Subprojeto nº 14**, que teve por objeto **"Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas"**, e foi Coordenado pelo **Professor Doutor Rodinei Augusti**, do Departamento de Química do Instituto de Ciências Exatas da Universidade Federal de Minas Gerais.

Os quesitos apresentados pelas partes e a prestação de contas pela FUNDEP constam em anexo do relatório.

Em função do dever de sigilo e discrição no tratamento das informações relacionadas ao processo, junta-se com sigilo, para que seja tornado público conforme juízo de conveniência e oportunidade de V. Exa.

Termos em que pedem juntada, seguindo à disposição para eventuais esclarecimentos que se julgar necessários.

Belo Horizonte, 21 de julho de 2022.

Fabiano Teodoro Lara
Ricardo Machado Ruiz
Coordenação do Projeto Brumadinho-UFMG

Número do documento: 22072121082375400009553475487
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082375400009553475487
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:24

Universidade Federal de Minas Gerais

Subprojeto nº 14

Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

RELATÓRIO FINAL

COORDENAÇÃO
Rodinei Augusti
Professor Titular
Departamento de Química
Instituto de Ciências Exatas

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Equipe

COORDENAÇÃO
Rodinei Augusti
Professor Titular
Departamento de Química
Instituto de Ciências Exatas

PESQUISADORES
Helvécio Costa Menezes
Professor DQ/ICEX

Zenilda de Lourdes Cardeal
Professora DQ/ICEX

Mariana Ramos de Almeida
Professora DQ/ICEX

Ricardo Mathias Orlando
Professor DQ/ICEX

Adriana Nori de Macedo
Professora DQ/ICEX

BOLSISTAS
Millena Christie Ferreira Avelar
Bolsista P5

José Messias Gomes
Bolsista P5

Marina Caneschi Freitas
Bolsista P5

Lívia Dias Vidotti Leal
Bolsista IX

Luciene Paiva Moreira da Silva
Bolsista M1

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Lista de Tabelas

Tabela 1- Concentrações máximas de sulfonamidas veterinárias encontradas em águas subterrâneas em diferentes países (Bilkova et al., 2019).....11

Tabela 2- Localizações previstas para a coleta das 76 amostras de água subterrânea. A ordem de coleta segue a posição na calha do rio Paraopeba, desde Brumadinho até Felixlândia.....15

Tabela 3- Condições cromatográficas, SPE e espectrometria de massas empregadas na validação e análise das amostras pelos Métodos 1 e 2 desenvolvidos por UHPLC-SPE-ON-LINE-MS/MS 21

Tabela 4- Parâmetros de MRM para a análise dos 16 NVOCs previstos na Resolução CONAMA 396/08. 23

Tabela 5- Condições instrumentais da análise de GC-MS/MS 24

Tabela 6- Volumes (µL) utilizados na construção das curvas analíticas.....27

Tabela 7- Volumes dos solventes de extração.....27

Tabela 8- Níveis de concentração (µg/L) dos analitos na curva analítica.....28

Tabela 9- Condições instrumentais para extração e análise de compostos voláteis (VOCs) por HS-GC– MS/MS 32

Tabela 10- Volumes de solução utilizados no preparo da Mistura VOC1 ASB 10000 vezes .38

Tabela 11- Volumes de solução utilizados no preparo do Mistura do Padrão Interno.....38

Tabela 12- Volumes das soluções de trabalho utilizados para a construção da curva analítica de VOCs em água subterrânea 39

Tabela 13- Níveis de concentração (µg/L) dos compostos voláteis (VOCs) nas respectivas curvas analíticas.....40

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 14- Resultados dos parâmetros de validação avaliados para os Métodos 1 e 2 por UHPLC-MS MS 54

Tabela 15- Incerteza percentual e fator de abrangência (k) para os NVOCs validados 55

Tabela 16- Concentrações dos NVOCs 2,4-D, alaclor, aldicarb, aldicarb sulfona, aldicarb sulfóxido e atrazina em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão consistentes com as incertezas expandidas. 56

Tabela 17- Concentrações dos NVOCs bentazona, carbofuran, clorpirifós, malation e metacloro em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão consistentes com as incertezas expandidas. 57

Tabela 18- Concentrações dos NVOCs molinato, pendimetalina, pentaclorofenol, propanil e simazina em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão consistentes com as incertezas expandidas. 58

Tabela 19- Tempo de retenção (TR), íons precursores, íons produtos, tempo da reação, e voltagem (CE) aplicada para cada analito, e padrões internos no modo de aquisição MRM do espectrômetro de massas 64

Tabela 20- Valores obtidos para os parâmetros de validação dos SVOCs em água subterrânea 67

Tabela 21- Incerteza percentual, fator de abrangência (k) e limite de decisão (LDC) para os SVOCs validados. 68

Tabela 22- Concentrações dos SVOCs dieldrin, endrin, hexaclorobenzeno, DDD, DDT, DDE, *trans*-clordano em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão coerentes com as incertezas expandidas. 69

Tabela 23- Concentrações dos SVOCs *cis*-clordano, benzoantraceno, criseno, clorotalonil, PCB 101, PCB 118, PCB 28 em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão coerentes com as incertezas expandidas. 70

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 24- Concentrações dos SVOCs PCB 52, PCB 138, PCB 153, PCB 180, endosulfan, endosulfan II, endosulfan sulfato em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão coerentes com as incertezas expandidas. 71

Tabela 25- Tempo de retenção (TR), íons precursores, íons produtos, tempo da reação, e voltagem (CE) aplicada para cada analito, e padrões internos no modo de aquisição MRM do espectrômetro de massas 77

Tabela 26- Resultados da validação do método HS-GC-MS/MS para análise de VOCs em águas subterrâneas. 80

Tabela 27- Incerteza percentual, fator de abrangência (k) e limite de decisão (LDC) para os VOCs validados. 80

Tabela 28- Resultados de concentração dos VOCs: cloreto de vinila, *trans*-1,2-dicloroeteno, *cis*-1,2-dicloroeteno, tetracloreto de carbono, benzeno e 1,2-dicloroetano determinados em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão coerentes com as incertezas expandidas. 82

Tabela 29- Resultados de concentração dos VOCs: tricloroeteno, tolueno, tetracloroeteno, etilbenzeno e *p,m*-xileno determinados em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão coerentes com as incertezas expandidas. 83

Tabela 30- Resultados de concentração dos VOCs: o-xileno, estireno, 1,3,5-triclorobenzeno, 1,2,3-triclorobenzeno, 1,2,4-triclorobenzeno determinados em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão coerentes com as incertezas expandidas. 84

Tabela 31- Frequência de quantificação e frequência de não-conformidade em relação aos valores máximos permitidos (Resolução CONAMA 396/08, uso humano), para um total de 52 amostras 89

Tabela 32- Localidades onde não-conformidades foram observadas na análise dos analitos NVOCs, SVOCs e VOCs nas amostras de água subterrânea. 92

Tabela 33- Principais resultados de validação qualitativa para amostras de água subterrânea 94

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 34- Compostos orgânicos detectados nas amostras de água superficial no modo positivo 95

Tabela 35- Compostos orgânicos detectados nas amostras de água superficial no modo negativo 98

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Lista de Figuras

Figura 1- Localização dos 76 pontos inicialmente previstos para a coleta de amostras de água subterrânea na bacia hidrográfica do rio Paraopeba, MG 14

Figura 2- Fluxograma simplificado das análises das amostras de água subterrânea realizadas no âmbito do Subprojeto 14. 17

Figura 3- Fluxograma simplificado do procedimento de análise das amostras de água subterrânea pelo Método 1 para determinação de compostos não-voláteis por UHPLC-SPE-ON-LINE-MS/MS 20

Figura 4- Fluxograma simplificado do procedimento de análise das amostras de água subterrânea pelo Método 2 para determinação de compostos não-voláteis por UHPLC-SPE-ON-LINE-MS/MS 21

Figura 5- Fluxograma simplificado do procedimento de análise das amostras de água subterrânea pelo método de SPE para determinação de compostos semivoláteis por GC-MS/MS 24

Figura 6- Fluxograma com as soluções de trabalho dos analitos SVOCs analisados por extração em um equipamento GX-274 ASPEC e análise por GC-MS/MS 26

Figura 7- Fluxograma simplificado do procedimento de análise das amostras de água subterrânea pelo método HS para determinação de voláteis por GC-MS/MS 30

Figura 8- Gráficos dos parâmetros físico-químicos medidos *in situ* utilizando sonda multiparâmetros, na coleta das amostras de água subterrânea sendo: A) Condutividade, B) Turbidez, C) Eh, D) OD, E) pH, F) Temperatura da água e G) Temperatura do ar 45

Figura 9- Efeito do tipo de material da membrana filtrante (A) e saturação do filtro (B) na recuperação relativa de alguns analitos de interesse. Para a saturação, 10 mL de amostra branco foram fortificados e filtrados, sendo os primeiros 9 mL dispensados e o último mililitro recuperado em *vial* e posteriormente analisado. Barras de erro representam o coeficiente de variação (n = 3) 49

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Figura 10- Efeito do volume de injeção de água subterrânea no sinal de metolacloro (A), bentazona (B) e aldicarb sulfona (C). Barras de erro representam o coeficiente de variação (n = 3).....50

Figura 11- Efeito do tempo de limpeza na intensidade do sinal de (A) aldicarb sulfona e (B) bentazona. Cromatogramas de (C) aldicarb sulfona e (D) bentazona usando 1,5 min (azul) e 2,5 min (preto) de limpeza. Barras de erro representam o coeficiente de variação (n=3).....51

Figura 12- Intensidade do sinal médio para 5 diferentes amostras de água subterrânea fortificadas (A). Coeficiente de variação do sinal para 5 diferentes amostras de água subterrânea fortificada (B) 53

Figura 13- Concentrações determinadas dos analitos alaclor, atrazina, metalocloro e molinato nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico 60

Figura 14- Concentrações determinadas dos analitos propanil e simazina nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico.....61

Figura 15- Concentrações determinadas dos analitos Clorpirifós e Pendimetalina nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico ...61

Figura 16- Concentrações determinadas dos analitos carbofuran, malation e pentaclorofenol nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico 62

Figura 17- Concentrações determinadas dos analitos endrin, criseno, hexaclorobenzeno e benzoantraceno nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico 73

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Figura 18- Soma das concentrações dos DDs (DDD + DDE + DDT), clordanos (*trans*-clordano + *cis*-clordano), PCBs (PCB28 + PCB52 + PCB101 + PCB118 + PCB 138 + PCB153 + PCB180) e endosulfans (endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato) nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396/08. 74

Figura 19- Concentrações determinadas dos analitos cloreto de vinila, *trans*-1,2-dicloroeteno, *cis*-1,2-dicloroeteno e Tetracloreto de carbono nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396/08, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico 85

Figura 20- Concentrações determinadas dos analitos benzeno, 1,2-dicloroetano, tricloroeteno e tolueno nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396/08, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção. 86

Figura 21- Concentrações determinadas dos analitos tetracloreteno, etilbenzeno e estireno nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396/08, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico 87

Figura 22- Soma dos xilenos (*o*-xileno + *m*-xileno + *p*-xileno) e triclorobenzenos (1,3,5-triclorobenzeno + 1,2,3-triclorobenzeno + 1,2,4-triclorobenzeno) nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396/08, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico.....88

Figura 23- Localização dos 52 poços amostrados na coleta de água subterrânea ao longo da bacia hidrográfica do rio Paraopeba, MG. Os pontos em vermelho indicam os poços onde alguma não-conformidade foi detectada.....91

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Lista de siglas

ASs	Adoçantes Artificiais
CRA	Centro de Referência Ambiental
PCBs	Bifenilas Policloradas
CONAMA	Conselho Nacional do Meio Ambiente
COPASA	Companhia de Saneamento de Minas Gerais
CEASA	Central de Abastecimento
EPA	*Enviromental Protection Agency*
CAHs	Hidrocarbonetos Alilfáticos Clorados
PAHs	Hidrocarbonetos Policíclicos Aromáticos
HS	*Headspace*
HPLC-HRMS	Cromatografia Líquida Acoplada à Espectrometria de Massas de Alta Resolução
GC-MS/MS	Cromatografia Gasosa Acoplada à Espectrometria de Massas Sequencial
IGAM	Instituto Mineiro de Gestão de Águas
INMETRO	Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia
LD	Limite de Detecção
LDC	Limite de Decisão
LMP	Limite Máximo Permitido
LQ	Limite de Quantificação
m/z	Razão Massa-Carga
MRM	*Multiple Reation Monitoring*
NVOCs	Compostos Orgânicos Não-Voláteis
RMBH	Região Metropolitana de Belo Horizonte
SEMAD	Secretaria de Estado de Meio Ambiente e Desenvolvimento Sustentável
SPE	*Soplid Phase Extraction*
SVOCs	Compostos Orgânicos Semivoláteis
PPCPs	Produtos Farmacêuticos e de Higiene Pessoal
POP	Poluentes Orgânicos Persistentes
PS	Procedimento Sistêmico

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

PTFE	Politetrafluoreteno
PVDF	Difluoreto de Polivinilideno
RC	Celulose Regenerada
TR	Tempo de Retenção
UHPLC-2D-MS/MS de Massas Sequencial	Cromatografia Líquida Acoplada à Espectrometria
VMP	Valor Máximo Permitido
VOCs	Compostos Orgânicos Voláteis

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Agradecimentos

Os autores agradecem ao Comitê Técnico Científico (CTC-UFMG) por todo o suporte fornecido e à equipe da FUNDEP (Fundação de Desenvolvimento da Pesquisa) pelo apoio na gestão financeira do Subprojeto 14.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Introdução

Em 25 de janeiro de 2019, rompeu-se a Barragem I da Mina "Córrego do Feijão", em Brumadinho, Minas Gerais. O fato ocasionou a morte e desaparecimento de 270 pessoas, além de uma série de consequências e impactos pessoais, sociais, ambientais, econômicos e em patrimônios por longa extensão territorial, em especial na Bacia do Rio Paraopeba.

Em função do rompimento da Barragem da Mina "Córrego do Feijão" foram ajuizadas ações judiciais (autos 5000121-74.2019.8.13.0054, 5010709-36.2019.8.13.0024, 5026408-67.2019.8.13.0024, 5044954-73.2019.8.13.0024) que tramitam perante o Juízo da 2ª Vara da Fazenda Pública da Comarca de Belo Horizonte. No âmbito desses processos judiciais foi concebido o "Projeto de Avaliação de Necessidades Pós-Desastre do Colapso da Barragem da Mina Córrego do Feijão", aprovado em audiência e consolidado mediante o Termo de Cooperação Técnica nº 037/19, firmado entre a UFMG e o Juízo da 6ª Vara da Fazenda Pública da Comarca de Belo Horizonte.

Para viabilizar suas atividades, em 18/11/2019 o Comitê Técnico-Científico do Projeto Brumadinho-UFMG publicou a Chamada Pública 14/19, que teve por objeto a análise de compostos orgânicos em água subterrânea. No âmbito dessa Chamada 14/19, foi selecionado, aprovado pelo juízo e contratado por intermédio da FUNDEP o SUBPROJETO 14, coordenado pelo Professor Doutor RODINEI AUGUSTI, do Departamento de Química do Instituto de Ciências Exatas da UFMG. O presente relatório consiste na atividade final desse SUBPROJETO 14.

É importante que seja esclarecido que as conclusões científicas do presente relatório referem-se apenas ao seu objeto e apresentam as limitações dos métodos utilizados, sendo tecnicamente inadequadas extrapolações para além desses limites.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SUMÁRIO EXECUTIVO

Introdução

Este relatório apresenta informações relacionadas a dados de análise de amostras de águas subterrâneas coletadas em 52 pontos diferentes localizados ao longo do rio Paraopeba, a uma distância máxima de 1000 m das margens. O rompimento da Barragem 1 (B1) do complexo de mineração Córrego do Feijão da Companhia Vale, em Brumadinho, liberou rejeitos ao longo do Rio Paraopeba. A captação hídrica foi paralisada e o uso de águas subterrâneas para diversos fins aumentou. Sabe-se que a qualidade das águas subterrâneas pode ser afetada por fatores litológicos, geoquímicos e atividades humanas, como descarte de resíduos sólidos no solo, fossas sépticas, águas residuais domésticas, atividades agrícolas, industriais e de mineração. Diversas fontes antrópicas de compostos orgânicos devem ser consideradas, incluindo os agrotóxicos utilizados nas atividades agrícolas. A toxicidade conhecida de muitos desses compostos, mesmo em níveis mínimos, é outro motivo de preocupação. Portanto, é fundamental avaliar a qualidade das águas subterrâneas ao longo do Rio Paraopeba quanto à presença de compostos orgânicos utilizadas para consumo humano, dessedentação animal e outros fins.

Objetivos

Avaliar as características químicas das águas subterrâneas da bacia do rio Paraopeba em relação aos compostos orgânicos descritos na resolução CONAMA 396/08.

Análises e Achados

As amostras foram coletadas, por uma empresa contratada, em locais onde também foram coletadas no Subprojeto 10+13 (Coleta de água subterrânea e Análise de micro-organismos termotolerantes e escherichia coli em água subterrânea) e analisadas para metais no Subprojeto 16 (Análise de metais e metaloides em água subterrânea).

Com relação à Resolução 396/08, dos 53 compostos orgânicos validados e determinados nas amostras, foram encontrados valores de concentração não-conformes para 12 compostos orgânicos no total, 3 classificados como SVOCs (Compostos Orgânicos Semivoláteis) e 9 classificados como VOCs (Compostos Orgânicos Voláteis).

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

As análises *untargeted* (sem definição de analitos) identificaram 145 compostos orgânicos presentes nas amostras, os quais não estão no escopo da Resolução CONAMA 396/08. São compostos nocivos à saúde humana e do meio ambiente, como medicamentos, fungicidas e compostos utilizados em processos industriais. Com relação à localização geográfica e presença desses contaminantes, foi possível observar perfis de distribuição semelhantes para compostos da mesma classe ao longo do Rio Paraopeba. Estes perfis indicam que pode estar realmente havendo percolação desses compostos da superfície para as águas subterrâneas e que a origem deles é a mesma.

Uma atribuição de possíveis fontes desses contaminantes, presentes nessas áreas de coleta, não é possível de ser feita apenas com os resultados deste subprojeto. As informações de descrição dos locais de coleta não contribuem de forma conclusiva para essa avaliação e os dados de outros subprojetos ainda não estão disponíveis.

Conclusões/ Considerações Finais

Embora tenha sido feita uma única amostragem nesse projeto, o conjunto de resultados indica a importância da implementação do monitoramento da qualidade das águas subterrâneas quanto à presença de compostos orgânicos, com o estabelecimento de uma rede de amostragem ampliada e também monitorada sazonalmente.

Apontam para a necessidade de um levantamento das possíveis fontes dos analitos aqui encontrados, de forma que medidas de prevenção de contaminação desses aquíferos possam ser planejadas. Uma vez que a utilização dessas águas aumentou desde o rompimento da Barragem do Córrego do Feijão em Brumadinho, recomenda-se também uma avaliação de impactos associados ao uso dessas águas para consumo humano e outras atividades, pela área da saúde.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

EXECUTIVE SUMMARY

Introduction

This report presents information related to analysis data of groundwater samples collected at 52 points along the Paraopeba River, at a maximum distance of 1000 m from the banks. The rupture of Dam 1 (B1) at Companhia Vale's Córrego do Feijão mining complex, in Brumadinho, released tailings along the Paraopeba River. Water abstraction was paralyzed, and groundwater use for various purposes increased. It is known that groundwater quality can be affected by lithological and geochemical factors and human activities, such as disposal of solid waste in the soil, septic tanks, domestic wastewater, agricultural, industrial, and mining activities. Several anthropogenic sources of organic compounds must be considered, including pesticides used in agricultural activities. The known toxicity of many of these compounds, even at minimal levels, is another cause for concern. Therefore, it is essential to evaluate groundwater quality along the Paraopeba River regarding the presence of organic compounds used for human consumption, animal watering, and other purposes.

Goals

Evaluate the chemical characteristics of groundwater in the Paraopeba river basin concerning the organic compounds described in CONAMA resolution 396/08.

Analysis and Findings

A contractor collected samples at locations where they were also collected in Subproject 10+13 and analyzed for metals in Subproject 16. Regarding Resolution 396/08, of the 55 organic compounds validated and determined in the samples, non-compliance concentration values were found for 12 organic compounds, 3 classified as SVOCs (Semivolatile Organic Compounds) and 9 classified as VOCs (Volatile Organic Compounds). The untargeted analyses (without definition of analytes) identified 145 organic compounds in the samples, which are not within the scope of CONAMA Resolution 396/08. They are compounds harmful to human health and the environment, such as medicines, fungicides, and compounds used in industrial processes. Regarding the geographic location and presence of these contaminants, it was possible to observe similar distribution profiles for compounds of the same class along the Paraopeba River. These profiles indicate that these compounds may percolate from the surface to the groundwater. An attribution of possible sources of these contaminants is not possible only with the results of this subproject. Description information

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

from collection sites does not conclusively contribute to this assessment, and data from other subprojects are not yet available.

Conclusions

Although a single sampling was carried out in this project, the set of results indicates the importance of implementing groundwater quality monitoring for the presence of organic compounds, with the establishment of an expanded sampling network and seasonally monitored. They point to the need for a survey of possible sources of the analytes found here so that measures can be planned to prevent contamination of these aquifers. Since the use of these waters has increased since the failure of the Córrego do Feijão dam in Brumadinho, an assessment of impacts associated with using them for human consumption and other activities by the health area is also recommended.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

RESUMEN EJECUTIVO

Introducción

Este informe presenta información relacionada con los datos de análisis de muestras de agua subterránea recolectadas en 52 puntos diferentes ubicados a lo largo del río Paraopeba, a una distancia máxima de 1000 m de las orillas. La ruptura de la Presa 1 (B1) en el complejo minero Córrego do Feijão de Companhia Vale, en Brumadinho, liberó relaves a lo largo del río Paraopeba. Se paralizó la captación de agua y se incrementó el uso de aguas subterráneas para diversos fines. Se sabe que la calidad de las aguas subterráneas puede verse afectada por factores litológicos, geoquímicos y actividades humanas, como la disposición de desechos sólidos en el suelo, fosas sépticas, aguas residuales domésticas, actividades agrícolas, industriales y mineras. Se deben considerar varias fuentes antropogénicas de compuestos orgánicos, incluidos los pesticidas utilizados en actividades agrícolas. La toxicidad conocida de muchos de estos compuestos, incluso en niveles mínimos, es otro motivo de preocupación. Por lo tanto, es fundamental evaluar la calidad de las aguas subterráneas a lo largo del río Paraopeba en cuanto a la presencia de compuestos orgánicos utilizados para consumo humano, abrevadero de animales y otros fines.

Metas

Evaluar las características químicas de las aguas subterráneas de la cuenca del río Paraopeba en relación a los compuestos orgánicos descritos en la resolución CONAMA 396/08.

Análisis y Hallazgos

Las muestras fueron recolectadas por un contratista en lugares donde también fueron recolectadas en el Subproyecto 10+13 y analizadas en busca de metales en el Subproyecto 16. En cuanto a la Resolución 396/08, de los 55 compuestos orgánicos validados y determinados en las muestras, se encontraron valores de concentración no conformes para 12 compuestos orgánicos en total, 2 clasificados como SVOC (Compuestos Orgánicos Semivolátiles) y 10 clasificados como COV (Compuestos Orgánicos Volátiles). Los análisis no dirigidos (sin definición de analitos) identificaron 145 compuestos orgánicos presentes en las muestras, que no están dentro del alcance de la Resolución CONAMA 396/08. Son compuestos nocivos para la salud humana y el medio ambiente, como medicamentos, fungicidas y compuestos utilizados en procesos industriales. En cuanto a la ubicación geográfica y presencia de estos contaminantes, fue posible observar perfiles de distribución similares

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

para compuestos de la misma clase a lo largo del río Paraopeba. Estos perfiles indican que en realidad puede haber percolación de estos compuestos desde la superficie al agua subterránea y que su origen es el mismo.

Una atribución de las posibles fuentes de estos contaminantes, presentes en estas áreas de recolección, no se puede hacer solo con los resultados de este subproyecto. La información de descripción de los sitios de recolección no contribuye de manera concluyente a esta evaluación y los datos de otros subproyectos aún no están disponibles.

Conclusiones / Consideraciones finales

Aunque en este proyecto se realizó un solo muestreo, el conjunto de resultados indica la importancia de implementar monitoreos de calidad de aguas subterráneas para la presencia de compuestos orgánicos, con el establecimiento de una red de muestreo ampliada y también monitoreada estacionalmente.

Señalan la necesidad de un relevamiento de las posibles fuentes de los analitos encontrados aquí, de modo que se puedan planificar medidas para evitar la contaminación de estos acuíferos. Dado que el uso de estas aguas ha aumentado desde la falla de la presa Córrego do Feijão en Brumadinho, también se recomienda una evaluación de los impactos asociados al uso de estas aguas para consumo humano y otras actividades por parte del área de salud.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SUMÁRIO

1. APRESENTAÇÃO GERAL DO SUBPROJETO 1

2. OBJETO E OBJETIVOS 3

2.1. OBJETO 3

2.2. OBJETIVOS 3

2.2.1 Objetivo Geral 3

2.2.2 Objetivos específicos 3

3. REVISÃO DA LITERATURA 5

3.1 A EXTRAÇÃO DE MINÉRIOS E A CONTAMINAÇÃO DE ÁGUA SUBTERRÂNEA POR COMPOSTOS ORGÂNICOS 5

3.2 POPS (PERSISTENT ORGANIC POLLUTANTS) EM ÁGUA SUBTERRÂNEA 7

3.3 AGROTÓXICOS 8

3.4. COMPOSTOS ORGÂNICOS VOLÁTEIS (VOCS) 8

3.5. HIDROCARBONETOS ALIFÁTICOS CLORADOS (CAHS) 8

3.6. COMPOSTOS ORGÂNICOS SEMIVOLÁTEIS (SVOCS) 9

3.7. HIDROCRBONETOS AROMÁTICOS POLICÍCLICOS (PAHS) 9

3.8. PRODUTOS FARMACÊUTICOS E DE HIGIENE PESSOAL (PPCPS) 11

3.9. ANTIBIÓTICOS VETERINÁRIOS 11

4. METODOLOGIAS 13

4.1. AMOSTRAS: PONTOS DE COLETA E MANUSEIO 13

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

4.2 ANÁLISES QUÍMICAS 13

4.2.1. Determinação de Compostos Orgânicos Não-Voláteis (NVOCS) Utilizando o Sistema UHPLC-SPE-*ON*-*LINE*-MS/MS 18

4.2.2. Determinação de Compostos Orgânicos Semivoláteis (SVOCs) por GC-MS/MS 23

4.2.3. Determinação dos Compostos Orgânicos Voláteis (VOCs) por GC-MS/MS 29

4.2.4. Análises *Untargeted* de NVOCs e SVOCs por LC-HRMS (ORBITRAP) 41

5. RESULTADOS 44

5.1. RESULTADOS DE PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS MEDIDOS *IN SITU* COM A SONDA MULTIPARÂMETROS 44

5.2. ANÁLISE DE COMPOSTOS NÃO-VOLÁTEIS COM O SISTEMA UHPLC-SPE-*ON*-*LINE*-MS/MS 47

5.2.1. Otimização das Condições de Preparo de Amostras, Extração em Fase Sólida, Separação Cromatográfica e Espectrometria de Massas 47

5.2.2. Validação dos Métodos Desenvolvidos para Determinação de Compostos Não-Voláteis com o Sistema UHPLC-SPE-*ON*-*LINE*-MS/MS 54

5.2.3. Aplicação dos Métodos Validados para Determinação de Compostos Não-Voláteis com o Sistema UHPLC-SPE-*ON*-*LINE*-MS/MS em amostras de água subterrânea 55

5.3. ANÁLISE DE COMPOSTOS SEMIVOLÁTEIS (SVOCS) COM A TÉCNICA GC-MS/MS 64

5.3.1. Validação do Procedimento Analítico 64

5.4. ANÁLISE DE COMPOSTOS VOLÁTEIS (VOCS) COM A TÉCNICA GC-MS/MS 76

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

5.4.1. Qualidade Analítica do Método HS-GC-MS/MS 76

5.4.2. Aplicação dos Métodos Validados para Determinação de Compostos Voláteis (VOCs) com o Sistema GC-MS/MS 81

5.5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS PARA OS ANALITOS NVOCS, SVOCS E VOCS NAS AMOSTRAS DE ÁGUA SUBTERRÂNEA 91

5.6. ANÁLISES *UNTARGETED* POR LC-HRMS/MS 94

5.6.1. Análises de *Screening* 94

5.6.2. Análises *Untargeted* 94

6. AVALIAÇÃO DE IMPACTOS 100

7. CONSIDERAÇÕES FINAIS 102

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS 104

ANEXO I – RELATÓRIO EMITIDO PELA EMPRESA QUE REALIZOU A COLETA DAS AMOSTRAS 107

ANEXO II – RELATÓRIO EMITIDO PELA EMPRESA QUE REALIZOU A AUDITORIA DA COLETA DAS AMOSTRAS 130

ANEXO III – RESPOSTA AOS QUESITOS FORMULADOS PELAS PARTES 153

ANEXO IV – RESUMO DO PROJETO EM LINGUAGEM ACESSÍVEL 167

ANEXO V – RELATÓRIO FINANCEIRO FUNDEP 169

ANEXO VI – ANÁLISE DE COMPOSTOS NÃO-VOLÁTEIS COM O SISTEMA UHPLC-SPE-*ON-LINE*-MS/MS 218

ANEXO VII – COMPOSTOS CARACTERIZADOS PELO MÉTODO DE ANÁLISE *UNTARGETED* POR LC-HRMS/MS (ORBITRAP) 222

ANEXO VIII – FP-050 RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS NVOCS – MÉTODO 1 260

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

ANEXO IX – FP-050 RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS NVOCS – MÉTODO 2 343

ANEXO X – FP-050 RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS SVOCS 351

ANEXO XI – FP-050 RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODO VOCS 467

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

1. APRESENTAÇÃO GERAL DO SUBPROJETO

A Bacia do Rio Paraopeba ocupa uma área de 12.054,25 km^2, que corresponde a 5,14 % da Bacia do Rio São Francisco e 2,4 % da área total do estado de Minas Gerais. As atividades econômicas desenvolvidas ao longo de sua extensão são muito diversificadas, incluindo a mineração, siderurgia, metalurgia, automobilística, têxtil, petroquímica e produção de alimentos, sendo que esta última caracteriza a bacia como um dos maiores fornecedores de produtos para o CEASA. Uma informação de extrema relevância é que a bacia fornece água para abastecimento público para aproximadamente 53 % da população da RMBH.

O rompimento da Barragem B1 do Córrego do Feijão, em Brumadinho, provocou o espalhamento de grande quantidade de rejeitos, que atingiram o Rio Paraopeba. A captação de água do Rio Paraopeba para abastecimento humano teve que ser interrompida a jusante do ponto onde ocorreu o rompimento da barragem 1 (B1) e ao longo de todo o Rio Paraopeba, a jusante da confluência do Ribeirão Ferro-Carvão e o Rio Paraopeba.

Isso causou um importante aumento da utilização de água subterrânea, além da perfuração de novos poços, para garantir a demanda para os diversos fins, como irrigação, dessedentação animal e consumo humano. Houve e há, portanto, um aumento na demanda para avaliação da qualidade das águas subterrâneas nessas áreas.

O programa de monitoramento de águas subterrâneas do Estado de Minas Gerais se encontra em fase de implementação pelo IGAM (Instituto Mineiro de Gestão de Águas), não havendo ainda dados consolidados sobre a qualidade da água dos poços de água subterrânea outorgados pela SEMAD (Secretaria de Estado de Meio Ambiente e Desenvolvimento Sustentável).

Sabe-se que diversas empresas, moradias, comércio e pequenas plantações foram parcialmente ou totalmente destruídos pela passagem do rejeito, além de uma enorme área da própria Vale. A quantidade e a diversidade dos compostos orgânicos potencialmente presentes na barragem B1 ou ainda no maquinário, veículos, depósitos, transformadores e laboratórios, além de todos os locais no entorno da empresa, que foram arrastados, espalhados e soterrados pelo caminho, ainda não está equacionada.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

O tipo de contaminação que pode ter ocorrido não tem precedentes e/ou parâmetro de comparação com outros casos de compostos orgânicos frequentemente monitorados em amostras de água subterrâneas e estabelecidos na Resolução CONAMA 396/08. O transporte e destino desses possíveis contaminantes depende de inúmeros fatores, como propriedades físico-químicas dos mesmos (volatilidade, polaridade, massa molar, concentração) propriedades do meio em que se encontram (granulometria da matriz sólida, umidade e outros) e das condições ambientais de relevo e meteorológicas. Eles podem ter sidos arrastados abruptamente e até mesmo simultaneamente, podendo se encontrar na superfície ou ainda soterrados e concentrados no subsolo. Somado a isso, as constantes escavações na região para resgatar os restos mortais das vítimas pode ter alterado a distribuição desses poluentes levando a uma mudança periódica do cenário de distribuição de tais compostos. Assim, não se sabe quais e quantos compostos foram liberados, e se eles estão acumulados ou não em algum local dos depósitos de lama ou sedimento.

Vale ressaltar que várias atividades, como agricultura e pecuária, estocagem de combustíveis em postos de gasolina e outras atividades industriais, presentes na bacia, antes e após o rompimento da barragem, também são fontes de compostos orgânicos.

É amplamente conhecido que muitas substâncias orgânicas e seus produtos de degradação são altamente tóxicos em quantidades ínfimas e o seu monitoramento é de vital importância para a saúde da população e dos ecossistemas.

Portanto, considerando-se esse cenário, e o importante aumento do uso da água subterrânea para diversos fins devido ao rompimento da Barragem B1 do Córrego do Feijão, mostra-se muito importante que seja avaliada a qualidade das águas subterrâneas na bacia do Rio Paraopeba com relação à presença de compostos orgânicos tóxicos.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

2. OBJETO E OBJETIVOS

2.1. OBJETO

Avaliação da qualidade da água subterrânea de poços e cisternas de domicílios e empreendimentos na bacia do Rio Paraopeba, com relação a compostos orgânicos da Resolução CONAMA 396/08.

2.2. OBJETIVOS

2.2.1 Objetivo Geral

Determinar compostos orgânicos previstos na Resolução CONAMA 396/08 em amostras de água subterrânea da bacia do Rio Paraopeba.

2.2.2 Objetivos específicos

Contratar e acompanhar uma empresa para realizar a coleta de amostras de águas subterrâneas para determinação dos compostos orgânicos listados na Resolução CONAMA 396/08. A empresa deverá cumprir as exigências legais quanto ao sigilo das amostras e as boas práticas preconizadas no Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras da Agência Nacional de Águas e de acordo com o plano amostral fornecido pelo CTC;

Adaptar e validar métodos analíticos utilizando as técnicas de cromatografia líquida e cromatografia gasosa acopladas à espectrometria de massas sequencial (GC-MS/MS e UHPLC-2D-MS/MS, respectivamente) para determinar compostos orgânicos voláteis (VOCs), compostos orgânicos semivoláteis (SVOCs) e compostos orgânicos não voláteis (NVOCs).

Adaptar método analítico utilizando cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas de alta resolução (HPLC-HRMS) para a realizar um *screening* das amostras, também visando a identificação de compostos orgânicos emergentes que ainda não estão presentes na resolução CONAMA 396/08.

Analisar as amostras aplicando metodologias de preparo adequadas para determinação de compostos contemplados na Resolução CONAMA 396/08 pelo uso das técnicas de cromatografia gasosa acopladas à espectrometria de massas sequencial (GC-MS/MS e UHPLC-

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 26

2D-MS/MS, respectivamente), empregando metodologias quantitativas validadas segundo os parâmetros preconizados no guia de validação do INMETRO;

Empregar a técnica de cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas de alta resolução (UHPLC-HRMS) visando identificar outros compostos orgânicos, além daqueles indicados na Resolução CONAMA 396/08, nas amostras coletadas.

Discutir os resultados obtidos procurando obter correlações com dados oriundos de outros projetos que realizaram análises análogas.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

3. REVISÃO DA LITERATURA

3.1 A EXTRAÇÃO DE MINÉRIOS E A CONTAMINAÇÃO DE ÁGUA SUBTERRÂNEA POR COMPOSTOS ORGÂNICOS

O ferro é o metal mais utilizado no mundo, o qual é extraído da natureza do minério, rico em óxidos de ferro, sílica e quantidades menores de uma diversidade de minerais. Esses minerais apresentam, em sua composição, uma gama de metais e metaloides que, uma vez disponibilizados para o meio ambiente pelo processo de extração do minério, podem sofrer muitos tipos de reações químicas, inclusive as mediadas por bactérias. Como material particulado, eles podem ser transportados via atmosfera, causando danos ao meio físico e biótico dos arredores da área da mina, dependendo da concentração e toxicidade dos elementos que os compõem (Chaulya et al., 2019). As reações químicas podem transformá-los em espécies solúveis em água, impactando recursos hídricos, superficiais e subterrâneos (Pinheiro, Polignano, Goulart, & Procópio, 2019).

A concentração do minério de ferro é feita por técnicas gravíticas, magnéticas ou de flotação. No caso da flotação, alguns reagentes são adicionados, como o amido e as aminas (éter monoamina e éter diamina). A utilização dessas aminas tem aumentado com a escassez de minérios ricos em ferro, consequentemente, sua presença nas barragens de rejeito tem aumentado (Pinheiro et al., 2019). Numa publicação de 2010, afirma-se que o comportamento dessas aminas nas barragens de rejeito ainda não é completamente conhecido e que, portanto, o impacto gerado pelo rompimento dessas barragens não pode ser dimensionado (Araujo, Yoshida, Takahashi, Carvalho, & Stapelfeldt, 2010)

Em regiões de mineração, as águas subterrâneas são susceptíveis à drenagem da mineração, assim como ao escoamento da superfície ocupada pela mineração e outras atividades associadas (escavação, transporte). Através de escoamento superficial e percolação, estes compostos podem entrar tanto em corpos de água superficial quanto em águas subterrâneas (Diami, Kusin, & Madzin, 2016). A percolação dos possíveis poluentes, inorgânicos ou orgânicos, para águas subterrâneas, depende de vários fatores, sobretudo da solubilidade e características hidrogeológicas da área em questão.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 28

Pesquisas relatadas na literatura mostram que os estudos sobre análises de água subterrânea em locais próximos à mineração de ferro estão relacionados principalmente a determinações de metais e metaloides (Babushkina & Nazarenko, 2018; Diami et al., 2016; Jahanshahi & Zare, 2015; Martínez-López, Martínez-Sánchez, & Pérez-Sirvent, 2021).

Embora não haja uma relação direta da presença de compostos orgânicos em rejeito de minério, no caso do rompimento da Barragem do Córrego do Feijão em Brumadinho, uma avaliação disso pode ser considerado de maior importância, uma vez que a lama extravasada arrastou os mais diversos tipos de materiais, que poderiam conter compostos orgânicos, como veículos, transformadores, residências e áreas rurais utilizadas para plantio e criação animal. Além disso, a utilização de água subterrânea para diversos fins, como consumo humano, dessedentação animal e irrigação foi muito aumentada, uma vez que a captação de água para tratamento no Rio Paraopeba teve que ser interrompida.

Os estudos de análise de compostos orgânicos em águas subterrâneas são normalmente separados por classes de compostos, como por exemplo resíduos de agrotóxicos, hidrocarbonetos aromáticos e resíduos de produtos farmacêuticos e/ou produtos de higiene pessoal. Praticamente todos os estudos envolvem análises por métodos cromatográficos (cromatografia a gás ou a líquido), a maioria associada a técnicas de espectrometria de massas. Outro tipo de classificação desses compostos refere-se à facilidade de volatilização que apresentam, característica muito importante para a escolha da técnica analítica que pode ser utilizada para a sua determinação quantitativa. Nesse caso, a terminologia utilizada é de compostos orgânicos voláteis, semivoláteis e não voláteis.

Considerando-se a literatura sobre contaminação de águas subterrâneas, não apenas por mineração, mas por outros tipos de fontes, encontra-se uma extensa quantidade de informações, ficando claro que a percolação e contaminação não são raros de acontecer. Importante lembrar que a ocorrência natural desses compostos só acontece em casos muito específicos, o que não é o caso de metais e metaloides tóxicos. Somando-se a isso, a importância que o uso desse tipo de água pode alcançar, para os diversos fins, a depender das fontes de abastecimento disponíveis e os riscos toxicológicos comumente atribuídos a esses compostos, como mutagenicidade, carcinogenicidade, teratogenicidade, justifica-se a avaliação contínua desse tipo de água no que se refere à presença e concentração desses compostos.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 29

A seguir são apresentadas algumas importantes classes de compostos orgânicos que são encontrados na legislação ambiental e em estudos de pesquisa, devido ao uso frequente e/ou toxicidade. São os poluentes orgânicos persistentes, os agrotóxicos, utilizados largamente na agricultura, os compostos orgânicos voláteis (muitos provenientes do vazamento de tanques de combustíveis fósseis), hidrocarbonetos alifáticos clorados, compostos orgânicos semivoláteis, hidrocarbonetos aromáticos policíclicos, produtos farmacêuticos e de higiene pessoal e antibióticos veterinários.

3.2 POPS (PERSISTENT ORGANIC POLLUTANTS) EM ÁGUA SUBTERRÂNEA

Os poluentes orgânicos persistentes (POPs) são produtos químicos tóxicos que persistem por longos períodos no ambiente e podem se acumular e passar de uma espécie para outra através da cadeia alimentar. Alguns deles são agrotóxicos, e por se apresentarem como moléculas polares, estáveis e difíceis de degradar, representam maiores riscos de contaminação de águas superficiais e subterrâneas. As atividades agrícolas são responsáveis por pelo menos 46 % do aporte dessas substâncias para as águas subterrâneas (Vasseghian, Hosseinzadeh, Khataee, & Dragoi, 2021).

Um estudo de revisão recente (Vasseghian, Hosseinzadeh, Khataee, & Dragoi, 2021) avaliou a evolução da concentração e prevalência de POPs (α-HCH, β-HCH, γ-HCH, ∑-HCH, heptacloro, aldrin, DDE, DDT, ∑-DDT e ∑-OCP) em recursos hídricos de 56 países, no período de 01 de janeiro de 1970 e 10 de fevereiro de 2020. A ordem de classificação geral baseada na concentração e prevalência dos POPs foram: água superficial > água potável > água do mar > águas subterrâneas. O composto que foi encontrado em maior concentração e prevalência dentre os POPs no estudo foi o DDT, nas águas superficiais. Os resultados para águas subterrâneas mostraram a presença de dezesseis agrotóxicos clorados com concentração total variando de 21,0 a 61,4 ng/L. As análises em recursos hídricos subterrâneos do México mostraram que heptacloro, dieldrin e endosulfan apresentaram uma concentração superior aos valores seguros para a saúde humana recomendados pelos padrões mexicanos. Além disso, foram encontrados outros POPs (α-HCH, β-HCH, γ-HCH, ∑-HCH, aldrin, DDE, p,p′-DDT, ∑-DDT e ∑-OCP).

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 30

3.2.1. AGROTÓXICOS

Um estudo de monitoramento de cursos d'água na Hungria entre 1990 e 2015 mostrou um total de 49 resíduos de agrotóxicos e produtos de degradação, pertencentes a diferentes classes químicas (Székács, Mörtl, & Darvas, 2015). Os autores concluíram que resíduos persistentes no solo exercem seus efeitos por longos períodos, e que uma exposição não intencional a estes resíduos através da água de irrigação pode resultar na contaminação da água subterrânea. Os resultados mostraram que as amostras estavam altamente contaminadas. As concentrações de acetochlor estavam na faixa de 1870-6250 ng/L e as de atrazina na faixa 465-4990 ng/L. Trifluralina, terbutrina e metolacloro também foram detectados. O mesmo trabalho mostrou, região de Balatonfəzfő, altos níveis de atrazina e acetochlor em água subterrânea. A maior concentração de atrazina encontrada foi de 7540 ng/L. O acetocloro foi encontrado na concentração de 10070 ng/L. No condado de Békés, amostras de água superficial e subterrânea estavam contaminadas por glifosato em concentrações de 540-980 ng/L. Níveis de glifosato extremamente altos (quase 1000 ng/L) foram medidos em cinco amostras de água subterrânea.

3.2.2. COMPOSTOS ORGÂNICOS VOLÁTEIS (VOCS)

Um estudo no leste da China com rede amostral de 130 poços artesianos de regiões agrícolas e/ou industriais mostrou a variedade de sistemas hidrogeológicos com diferentes fontes de VOCs (Bi, Liu, He, Wang, & Liu, 2012). Foram encontrados 36 compostos, dentre os 54 VOCs estudados. Os compostos mais detectados incluem naftaleno (56.9 %), clorofórmio (16.9 %), 1,2-dicloroetano (16.2 %), 1,2-dicloropropano (13.1 %), 1,2,3-triclorobenzeno (12.3 %). As concentrações de diclorometano, 1,2-dicloroetano, tetracloreto de carbono, tricloroeteno, 1,2-dicloropropano, e tetracloroeteno excederam os padrões relacionados à água potável.

3.2.3. HIDROCARBONETOS ALIFÁTICOS CLORADOS (CAHS)

Devido à sua persistência, onipresença e baixo potencial de degradação, hidrocarbonetos alifáticos clorados (CAHs) são uma grande preocupação em relação à contaminação de águas subterrâneas.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

O estudo em uma antiga área industrial, usada nos últimos dois séculos para atividades de fabricação de metais (principalmente facas), no norte de Copenhague, mostrou a contaminação da área/, incluindo da água subterrânea, por hidrocarbonetos alifáticos clorados (Lemaire, McKnight, Schulz, Roost, & Bjerg, 2020). Os autores descreveram que Investigações anteriores mostraram concentrações de CAHs de até cerca de 2500 μg/L nas águas subterrâneas de um poço de monitoramento a 1 m da margem do rio.

Dados de monitoramento de águas subterrâneas de diferentes países foram compilados em um estudo sobre a contaminação por diclorometano. Na Alemanha, a concentração média de diclorometano foi de 38 μg/L, enquanto sua concentração máxima atingiu 499 μg/L. No Quebec, de 2001 a 2005, a concentração máxima de diclorometano foi de 290 mg/L. Enormes concentrações de diclorometano, de até 1120 mg/L, foram detectadas nas águas subterrâneas de Taiwan (Shestakova & Sillanpaa, 2013).

3.2.4. COMPOSTOS ORGÂNICOS SEMIVOLÁTEIS (SVOCS)

Um estudo envolvendo amostras de águas subterrâneas coletadas de três regiões geologicamente e antropologicamente distintas do leste da China mostrou a detecção de 70 SVOCs (L. Chen, Jin, Liu, & Liu, 2014). Foram detectados 17 agrotóxicos organoclorados e vários Hidrocarbonetos Aromáticos Policíclicos (PAHs). Compostos Orgânicos Semivoláteis (SVOCs), num total de 15, ultrapassaram o padrão de potabilidade, sendo que os agrotóxicos organoclorados mostraram maior frequência de detecção do que os PAHs, provavelmente devido ao uso intenso de agrotóxicos durante a longa história agrícola da região. Além disso, os SVOCs mais frequentemente detectados, fenol, p,p′-DDD, 2,4-dinitrotolueno, pentaclorofenol, pireno, e heptacloro estão entre os 129 "compostos de controle prioritário" definidos pela EPA-USA. Os PAHs que excederam o padrão de potabilidade incluíram benzoantraceno, benzopireno, benzofluoranteno. Todos estes compostos são reconhecidamente carcinogênicos.

3.2.5. HIDROCRBONETOS AROMÁTICOS POLICÍCLICOS (PAHS)

Os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos representam uma classe de contaminantes ubíquos. Nas regiões de mineração, o manejo inadequado da drenagem, inundações frequentes de minas abertas e a conexão hidráulica entre a água superficial, sedimentos e águas

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 32

subterrâneas deterioraram significativamente a qualidade geral da água favorecendo a contaminação por PAHs. Um estudo feito em uma região mineradora (minas de carvão) na Índia mostrou a vulnerabilidade de águas subterrâneas (Ambade, Sethi, Kumar, Sankar, & Kurwadkar, 2021). Os autores relataram que PAHs de baixa massa molecular (LMW-PAHs), foram encontrados em alta concentração nas amostras colhidas das áreas de mineração de carvão. Os PAHs ficavam depositados na matéria particulada do solo podendo atingir o aquífero superficial contaminando as águas subterrâneas. Os autores demonstraram que os LMW-PAHs, como naftaleno, fenantreno, fluoreno, e criseno eram predominantes nas amostras de águas subterrâneas. Este tipo de contaminação já havia sido descrito em estudos com amostras de águas subterrâneas coletadas na mina de carvão da província de Henan, China (Wang, Zhong, Hu, Liu, & Zhang, 2009). Os resultados deste estudo mostraram que as concentrações totais dos 16 PAHs preconizados pela EPA variaram de 146,9 ng/L a 1220,6 ng/L. Os PAHs criseno, benzo[a]antraceno, benzo [b + k]fluoranteno, indeno[1,2,3-c,d]–pireno, e dibenz[a,h]antraceno apresentaram valores de concentração bastante altos e os LMW-PAHs de 2-4 anéis, como naftaleno, fenantreno, fluoreno e criseno eram dominantes nas águas subterrâneas. Em estudo semelhante mais recente em minas de carvão da região de Xuzhou, China, 16 PAHs foram determinados em águas subterrâneas (D. Chen, Feng, Liang, Gao, & Alam, 2019). Os resultados revelaram que o valor médio total concentrações de 16 PAHs em lodos de água subterrânea foram de 10,63 μg/g, representando uma contaminação de PAHs em níveis muito altos. Um outro estudo, para o desenvolvimento de novos métodos de extração e determinação de PAHs e SVOCs foi realizado na região de Zurique, na Suíça (Huba, Mirabelli, & Zenobi, 2018). O método desenvolvido aumentou a eficiência para detectar PAHs não polares, possibilitando alto rendimento (<10 min/amostra), baixos limites de detecção para uma ampla gama de contaminantes em amostras de água subterrânea. A maioria das amostras analisadas não continha os compostos em níveis acima do limite de detecção (LD). Os contaminantes comuns e onipresentes como DEET, estradiol, benzotiazol, cafeína, testosterona e benzotriazol foram determinados em baixas concentrações. Por exemplo, DEET estava presente numa concentração de 30 μg/L.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

3.2.6. PRODUTOS FARMACÊUTICOS E DE HIGIENE PESSOAL (PPCPS)

Um estudo feito no sul da China avaliou a ocorrência e distribuição de produtos farmacêuticos e de cuidados pessoais (PPCPs) e adoçantes artificiais (ASs) em águas superficiais e águas subterrâneas (Yang et al., 2018). Nesta investigação foram selecionados como compostos alvo 93 PPCPs incluindo 48 antibióticos, 19 biocidas, 15 fármacos ácidos e neutros (11 anti-inflamatórios/analgésicos, 2 medicamentos antiepilépticos e 2 reguladores lipídicos), 6 agentes de contraste de raios-X (ICMs), 4 inibidores de corrosão e cafeína, bem como 5 ASs (acesulfame, aspartame, ciclamato, sacarina, sucralose). Dos 98 compostos investigados, 33 compostos, incluindo quatro ASs e 29 PPCPs foram detectados nos poços de monitoramento de água subterrânea. A maior concentração encontrada foi de *p*-acesulfame (4580 ng/L), seguida por sucralose (2440 ng/L) e sacarina (385 ng/L). Três ASs (acesulfame, sucralose e ciclamato) foram detectados em 100 % das amostras, enquanto para os outros compostos detectados, as frequências de detecção foram todas < 80 %. Os autores concluíram que esses três ASs podem ser usados como indicadores de contaminação de águas subterrâneas por águas residuais domésticas.

3.2.7. ANTIBIÓTICOS VETERINÁRIOS

Os antibióticos estão entre os medicamentos mais administrados na indústria de alimentos para animais. De todos os antibióticos aprovados para a agricultura, sulfonamidas são de particular interesse, pois elas não são completamente metabolizadas pelos animais, sendo excretadas inalteradas em fezes e urina, contaminando, como consequência, o solo. Por apresentarem um baixo potencial de sorção no solo, elas são altamente móveis e podem ser transportadas para águas subterrâneas. Um estudo de revisão (Bilkova, Mala, & Hrich, 2019) apresentou dados de contaminação de águas subterrâneas por sulfonamidas e seus produtos de degradação em vários locais do mundo, Tabela 1.

Tabela 1- Concentrações máximas de sulfonamidas veterinárias encontradas em águas subterrâneas em diferentes países (Bilkova et al., 2019).

Analito	C_{max} (ng/L)	Local
sulfadiazina	$0.81 – 1160.10^3$	Dinamarca, Holanda, Espanha
sulfadimetoxina	0.6 – 130	Espanha, EUA
sulfadoxina	0.6 – 78.3	China, Espanha
sulfaguadinina	1600.10^3	Dinamarca

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

sulfamerazina	3.22 – 103.0	Espanha, EUA
sulfametazina	3.71 – 900.10^3	Europa, EUA
sulfametizol	330.10^3	Dinamarca
sulfametoxazol	8.8 – 1110	Ásia, Europa, EUA
sulfametoxipiridazina	0.2 – 0.77	Espanha
sulfanilamida	300.10^3	Dinamarca
sulfapiridina	1.11 – 104	Espanha
sulfaquinoxalina	1.17 – 274.0	Espanha
sulfatiazol	0.3 – 305	Espanha, EUA
sulfisoxazol	17.1	Espanha

Na Baixa Saxônia, Alemanha, foi feito um estudo sobre 26 antibióticos veterinários entre macrolídeos, sulfonamidas, tetraciclinas, e penicilinas, potencialmente presentes em estrume, os quais foram transferidos para as águas subterrâneas (Burke et al., 2016). Trimetoprim foi detectado em 11 dos 15 poços de monitoramento de águas subterrâneas em concentrações entre 5 e 12 ng/L. Apesar das concentrações encontradas serem baixas, a detecção frequente de trimetoprim destaca sua mobilidade na superfície e alta relevância ambiental.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

4. METODOLOGIAS

4.1. AMOSTRAS: PONTOS DE COLETA E MANUSEIO

Todas as amostras de águas subterrâneas foram coletadas pelo Centro de Inovação e Tecnologia do Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial (SENAI). O Laboratório de amostragem é acreditado pela CGCRE, de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o número CRL 0195. A auditoria da coleta foi feita pela empresa CLAM Engenharia Ltda, CNPJ: 019558460001-48. Os dados detalhados sobre a coleta e a auditoria realizadas são apresentados nos Anexos I e II, respectivamente. Os 76 poços inicialmente previstos para serem amostrados estão distribuídos por toda extensão da bacia hidrográfica do rio Paraopeba, com as localizações indicadas na Figura 1 e na Tabela 2. No entanto, desses 76 poços, conseguiu-se coletar as amostras de 52 poços, cujas localizações são indicadas no mapa mostrado na Figura 1. As razões para a diminuição do número de pontos amostrados estão discriminadas nos relatórios emitidos pelas empresas de coleta (Anexo I) e auditoria (Anexo II). Os motivos envolvem, principalmente, a falta de água nos poços e a não autorização por parte dos proprietários para realizar a coleta. A coleta, preservação e estocagem das amostras foram feitas de acordo com o Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras: Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas e Efluentes Líquidos, da Agência Nacional de Águas.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

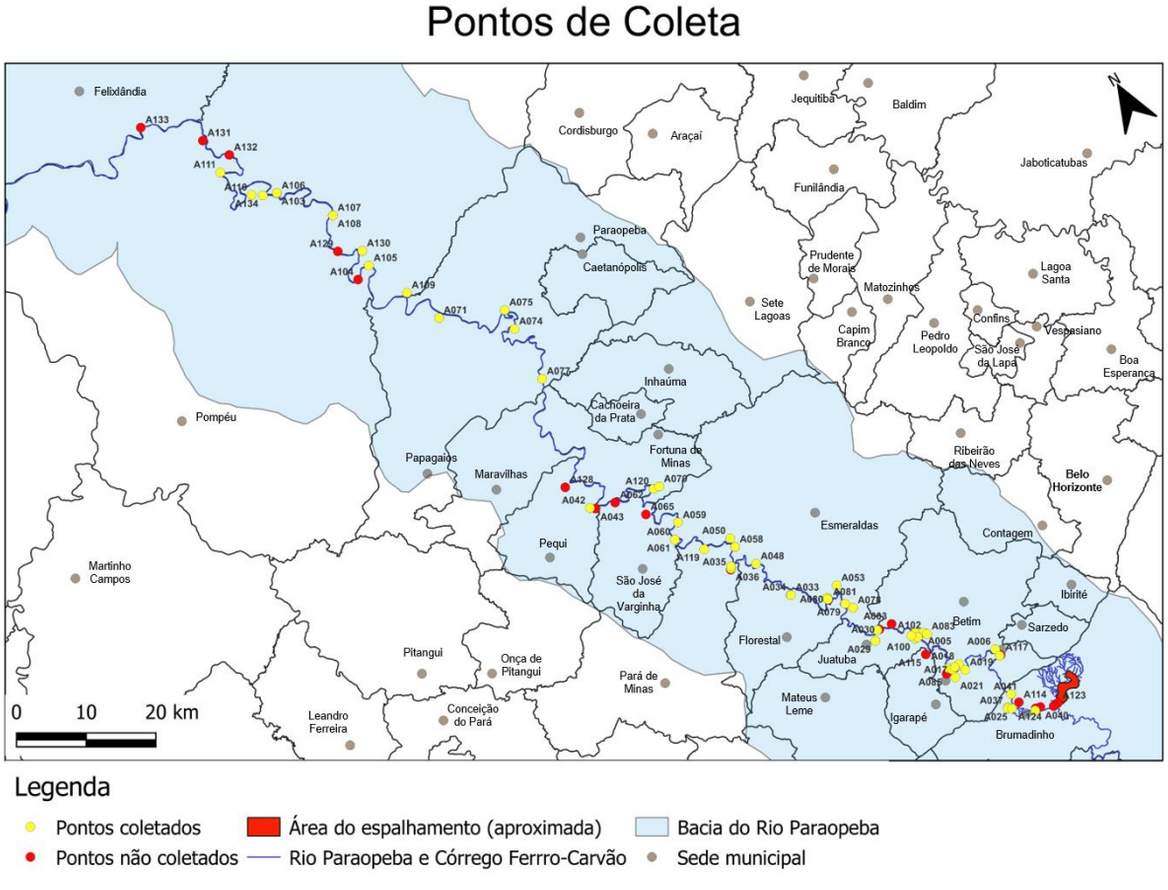


Figura 1- Localização dos 76 pontos inicialmente previstos para a coleta de amostras de água subterrânea na bacia hidrográfica do rio Paraopeba, MG

Todas as amostras de água subterrânea foram recebidas no CRA, no anexo 3 do Departamento de Química da UFMG, por um membro da equipe do Subprojeto 14 acompanhado por um membro do CTC. Após recebimento, as amostras foram armazenadas em refrigeradores de temperatura controlada, sendo mantidas de 2-4 ^{o}C até o momento da análise. As amostras foram identificadas e analisadas (ou submetidas ao processo de extração no equipamento ASPEC) até um prazo máximo de sete dias. As soluções oriundas do procedimento de extração foram armazenadas em refrigeradores de temperatura controlada (2-4 ^{o}C) e analisados até um prazo máximo de 28 dias.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 2- Localizações previstas para a coleta das 76 amostras de água subterrânea. A ordem de coleta segue a posição na calha do rio Paraopeba, desde Brumadinho até Felixlândia

Posição calha	Código amostra	Número poço	Cidade	Latitude	Longitude	Resultado*
1	A123	114	Brumadinho	20°9'9"S	44°9'22"W	Não coletado
2	A113	115	Brumadinho	20°9'12"S	44°9'47"W	Não coletado
3	A040	107	Brumadinho	20°8'43"S	44°10'46"W	Não coletado
4	A124	133	Brumadinho	20°8'37"S	44°11'9"W	Não coletado
5	A020	50	Brumadinho	20°8'45.4"S	44°11'16.4"W	Coletado
6	A114	130	Brumadinho	20°7'30"S	44°12'6"W	Não coletado
7	A037	46	Brumadinho	20°7'28"S	44°13'8"W	Coletado
8	A025	49	Brumadinho	20°7'39"S	44°12'51"W	Coletado
9	A024	45	Brumadinho	20°7'24"S	44°13'5"W	Coletado
10	A041	134	Brumadinho	20°6'36"S	44°12'19"W	Coletado
11	A022	51	Mário Campos	20°3'24"S	44°11'34"W	Coletado
12	A117	42	Mário Campos	20°3'23.4"S	44°11'27.7"W	Não coletado
13	A006	40	Betim	20°2'45.7"S	44°11'36.5"W	Coletado
14	A019	116	Betim	20°2'59"S	44°14'36"W	Coletado
15	A018	120	Betim	20°2'19"S	44°14'48"W	Coletado
16	A021	55	S. J. de Bicas	20°3'7"S	44°15'36"W	Coletado
17	A086	123	Betim	20°2'22"S	44°15'14"W	Coletado
18	A017	119	S. J. de Bicas	20°2'25"S	44°15'31"W	Coletado
19	A085	135	S. J. de Bicas	20°2'30"S	44°16'5"W	Não coletado
20	A098	117	S. J. de Bicas	20°2'11"S	44°15'43"W	Coletado
21	A115	126	Igarapé	20°0'16"S	44°16'46"W	Não coletado
22	A083	39	Betim	19°58'52"S	44°15'51"W	Coletado
23	A099	80	Juatuba	19°58'42"S	44°16'38"W	Coletado
24	A100	37	Juatuba	19°58'41.6"S	44°16'53.7"W	Coletado
25	A005	36	Betim	19°58'37"S	44°16'4"W	Coletado
26	A101	83	Juatuba	19°58'21"S	44°17'2"W	Coletado
27	A102	74	Juatuba	19°58'18"S	44°16'39"W	Coletado
28	A003	77	Betim	19°56'42"S	44°17'57"W	Não coletado
29	A030	75	Juatuba	19°56'35"S	44°19'3"W	Não coletado
30	A031	76	Juatuba	19°56'33"S	44°19'13"W	Coletado
31	A029	72	Juatuba	19°57'14"S	44°19'48"W	Coletado
32	A078	87	Esmeraldas	19°53'58"S	44°20'2"W	Coletado
33	A079	91	Esmeraldas	19°53'21"S	44°20'26"W	Coletado
34	A053	30	Esmeraldas	19°51'42.4"S	44°20'17.08"W	Coletado
35	A054	31	Esmeraldas	19°52'10.9"S	44°21'27.33"W	Coletado
36	A080	86	Esmeraldas	19°52'19"S	44°21'28"W	Coletado
37	A081	92	Esmeraldas	19°52'22"S	44°21'27"W	Não coletado
38	A033	29	Florestal	19°50'30.2"S	44°23'55.9"W	Coletado
39	A034	28	Florestal	19°50'28.94"S	44°23'56.83"W	Coletado
40	A048	96	Esmeraldas	19°46'51"S	44°25'8"W	Coletado
41	A035	26	Pará de Minas	19°46'14"S	44°27'11"W	Não coletado
42	A036	25	Pará de Minas	19°46'10"S	44°27'7"W	Coletado
43	A118	95	Pará de Minas	19°46'0"S	44°27'1"W	Coletado
44	A049	24	Esmeraldas	19°44'47.54"S	44°25'56.2"W	Coletado

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 38

Posição calha	Código amostra	Número poço	Cidade	Latitude	Longitude	Resultado*
45	A058	24	Esmeraldas	19°44'50"S	44°20'2.7"W	Coletado como A049
46	A050	21	Esmeraldas	19°43'59.6"S	44°25'55.49"W	Coletado
47	A119	139	Pará de Minas	19°43'41"S	44°28'14"W	Coletado
48	A060	93	S. J. da Varginha	19°41'48"S	44°29'55"W	Não coletado
49	A061	17	S. J. da Varginha	19°41'48"S	44°29'55"W	Coletado
50	A059	105	Esmeraldas	19°40'43"S	44°29'0"W	Coletado
51	A065	16	S. J. da Varginha	19°38'49.23"S	44°30'57.13"W	Não coletado
52	A120	13	Fortuna	19°37'19"S	44°29'22"W	Coletado
53	A070	14	Fortuna	19°37'22.8"S	44°28'51.4"W	Coletado
54	A062	12	S. J. da Varginha	19°36'42.61"S	44°32'39.41"W	Não coletado
55	A043	137	Pequi	19°36'20"S	44°34'18"W	Não coletado
56	A042	100	Pequi	19°36'4"S	44°34'40"W	Coletado
57	A128	10	Pequi	19°33'34.7"S	44°35'35"W	Não coletado
58	A077	8	Paraopeba	19°24'54.91"S	44°32'47.11"W	Coletado
59	A074	7	Paraopeba	19°20'14"S	44°32'42"W	Coletado
60	A075	4	Paraopeba	19°18'29.6"S	44°32'37.47"W	Coletado
61	A071	3	Papagaios	19°16'21"S	44°37'37"W	Coletado
62	A103	61	Curvelo	19°13'15"S	44°38'52"W	Coletado
63	A105	128	Curvelo	19°9'45"S	44°40'28"W	Coletado
64	A104	2	Curvelo	19°10'17.87"S	44°41'48.79"W	Não coletado
65	A130	124	Curvelo	19°8'26"S	44°40'20"W	Coletado
66	A129	125	Curvelo	19°7'28"S	44°42'6"W	Não coletado
67	A107	22	Curvelo	19°4'42.21"S	44°40'58.02"W	Não coletado
68	A108	23	Curvelo	19°4'42.35"S	44°40'57.81"W	Coletado
69	A106	59	Curvelo	19°0'50"S	44°44'3"W	Coletado
70	A133	67	Pompéu	19°0'24"S	44°45'8"W	Coletado como A134
71	A134	67	Pompéu	19°0'33"S	44°44'47"W	Coletado
72	A110	70	Pompéu	18°59'55"S	44°45'55"W	Coletado
73	A109	64	Pompéu	18°57'2"S	44°47'13"W	Coletado
74	A132	1	Pompéu	18°56'9"S	44°45'52"W	Não coletado
75	A111	65	Pompéu	18°54'3"S	44°47'10"W	Coletado
76	A131	66	Felixlândia	18°50'34"S	44°51'33"W	Não coletado

*Pontos não amostrados devido, principalmente, à falta de água nos poços e à não autorização por parte dos proprietários para realizar a coleta. Maiores detalhes estão explicitados nos Anexos I e II.

4.2 ANÁLISES QUÍMICAS

As análises realizadas foram divididas em 4 tipos:

A. Determinação de compostos orgânicos não-voláteis (NVOCs);

B. Determinação de compostos orgânicos semivoláteis (SVOCs),

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

C. Determinação de compostos orgânicos voláteis (VOCs),

D. Análise de *screening* de compostos orgânicos não-voláteis (NVOCs).

O fluxograma da Figura 2 mostra todas essas análises e os itens a seguir descrevem com detalhes a metodologia utilizada para cada uma.

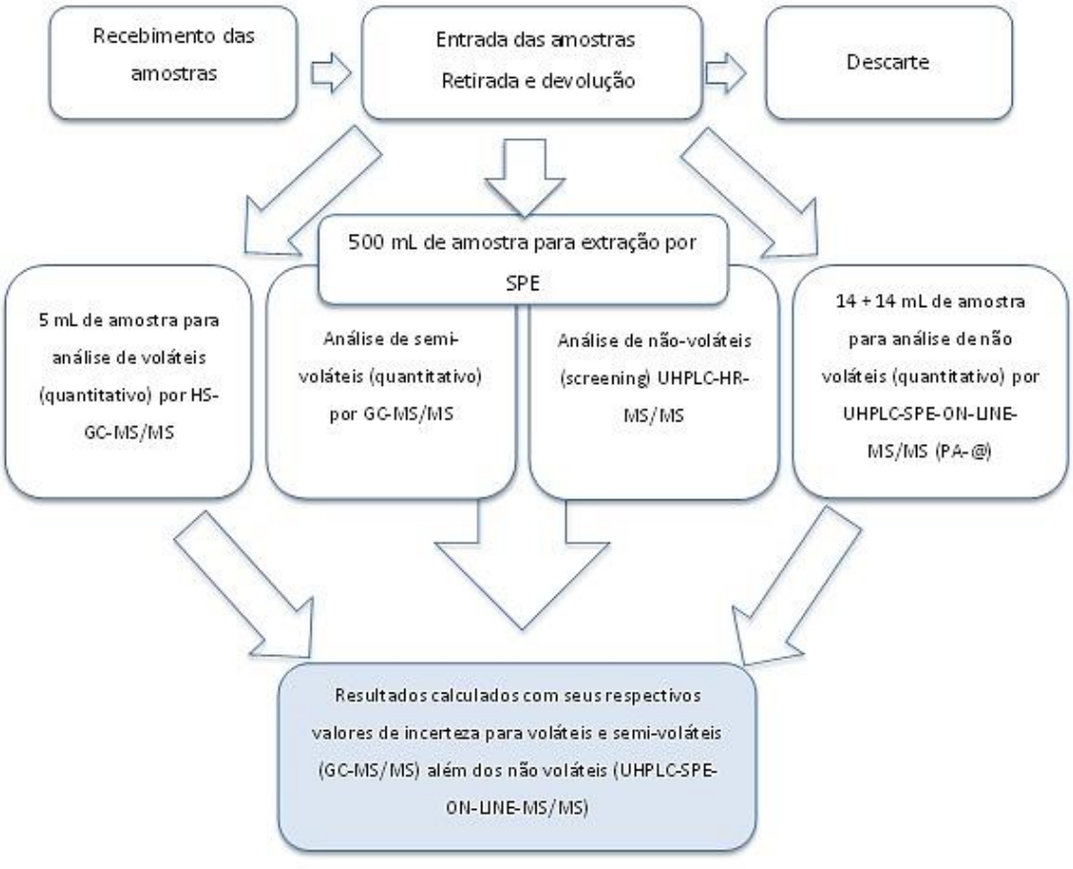


Figura 2- Fluxograma simplificado das análises das amostras de água subterrânea realizadas no âmbito do Subprojeto 14.

Essa terminologia relacionada à volatilidade dos compostos se torna útil quando se agrupam os compostos segundo as técnicas a serem utilizadas para suas determinações, em especial as técnicas que podem ser utilizadas para a etapa de separação dos compostos para posterior detecção. Nesse sentido os compostos voláteis (VOCs) são os determinados utilizando cromatografia gasosa e os não voláteis (NVOCs) por cromatografia líquida. Os semivoláteis (SVOCs) em geral são determinados por cromatografia gasosa.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Para se definir a conformidade ou não-conformidade de um determinado analito numa dada amostra, aplicou-se regra para o cálculo do limite de decisão (LDC), de acordo com a equação abaixo:

LDC = VMP + incerteza expandida

Desse modo, o valor de concentração calculado para um dado analito deve ser menor que LDC para ser considerada conforme (https://eur-lex.europa.eu/legal-content/EN/TXT/?uri=CELEX:32021R0808, acessado em 18/06/2022).

4.2.1. Determinação de Compostos Orgânicos Não-Voláteis (NVOCS) Utilizando o Sistema UHPLC-SPE-*ON-LINE*-MS/MS

Os métodos descritos a seguir foram utilizados para a determinação dos NVOCs da Resolução CONAMA 396/08. Eles não se basearam em métodos previamente descritos. Optou-se pelo desenvolvimento de métodos inéditos visando simplicidade, de forma a poderem ser implementados em laboratórios de rotina, para análise de amostras de água, com vantagens de economia de reagentes, geração de resíduos, tempo de análise e frequência analítica.

Para o desenvolvimento dos métodos foram feitos testes das condições de extração dos compostos em um sistema de extração em fase sólida. Após esses testes, foram divididos em Método 1 e Método 2, descritos a seguir.

4.2.1.1. Otimização das Condições de Preparo de Amostras e das Condições do Sistema UHPLC-SPE-*ON-LINE*-MS/MS

As técnicas disponíveis no CRA para as etapas de separação e detecção dos analitos já extraídos das amostras, foi um sistema UHPLC-SPE-*ON-LINE*-MS/MS (UPLC com tecnologia 2D modelo I Class, espectrômetro de massas Waters modelo Xevo TQS Micro), computador com os *softwares* MassLynx e Waters Instrument Console.

Portanto foram otimizadas as seguintes condições de análise dos NVOCs usando esse sistema:

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

-*Condições de pré-tratamento de amostras*: foram avaliadas as seguintes membranas de filtração: PVDF, PTFE, NYLON, celulose reconstituída (todas com 0,22 um de poro e 13 mm de diâmetro). Pré-condicionamento dos filtros com 500 mL de acetonitrila antes da filtração e adição de 50 % (v/v) na amostra.

-*Condições de injeção e SPE*: foram avaliados os volumes de injeção de amostras (de 25 a 200 uL), tempo de *clean-up* (giro da válvula de SPE) (0,5; 1,0; 2,0 e 2,5 min).

-*Condições cromatográficas*: foram avaliadas diferentes inclinações do gradiente de eluição e porcentagem inicial de solvente forte além da presença ou não de ácido fórmico na fase móvel.

-*Redução do efeito de matriz pela adição de complexantes*: foram avaliados individualmente os complexantes cloridrato de hidroxilamina, ácido cítrico, acetato de amônio e misturas desses.

-*Condições de ionização*: foram avaliadas a temperatura e vazão do gás de dessolvatação, vazão do gás de contrafluxo do cone, voltagem do capilar, modos positivos e negativos alterando em pelo menos ± 20 % os valores encontrados na literatura ou de referência do equipamento (Quanpedia®) e depois uma segunda otimização em ± 5 % do melhor valor encontrado.

-*Condições de fragmentação e extração do íon precursor*: foram avaliadas as energias de colisão e voltagem do cone do espectrômetro de massas alterando em pelo menos ± 20 % os valores encontrados na literatura ou de referência do equipamento (Quanpedia®) e depois uma segunda otimização em ± 5 % do melhor valor encontrado.

4.2.1.2. Validação e Análise de NVOCs em Água Subterrânea por UHPLC-SPE-*ON-LINE*-MS/MS

Após as etapas de otimização foram validados dois métodos quantitativos denominados, Método 1 e Método 2.

Os analitos 2,4-D, alaclor, aldicarb, aldicarb sulfona, atrazina, bentazona, carbofuran, malation, metolacloro, molinato, pentaclorofenol, propanil e simazina foram contemplados no

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 42

Método 1, enquanto aldicarb sulfóxido, clorpirifós e pendimetalina foram analisados pelo Método 2 devido, principalmente, às fortes sorções desses últimos analitos nos filtros avaliados.

A validação foi realizada para esses 16 analitos previstos na resolução CONAMA 396/08 seguindo o PS-005 do sistema de qualidade do CRA.

O fluxograma simplificado do procedimento de análise de águas subterrâneas pelo Método 1 que contemplou 13 analitos de interesse por UHPLC-SPE-*ON-LINE*-MS/MS está representado na Figura 3.

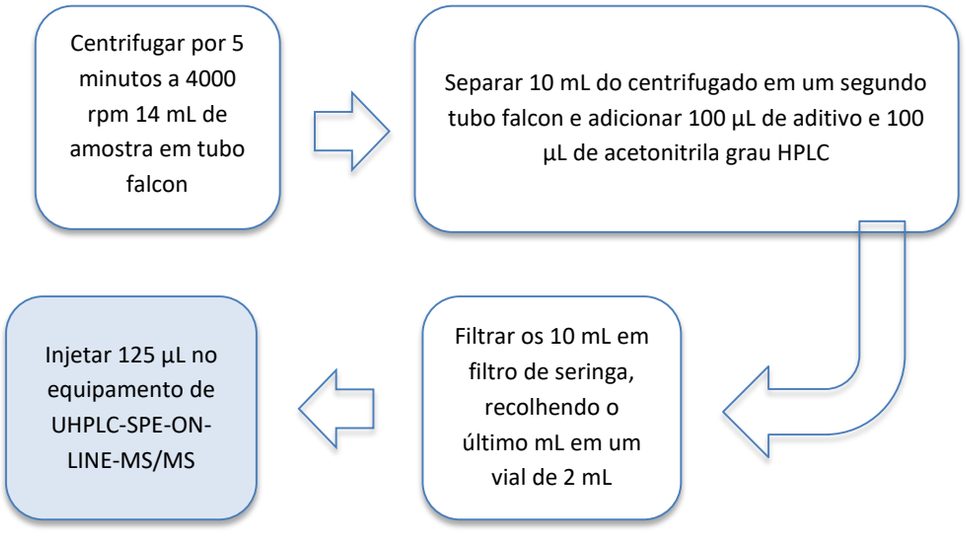


Figura 3- Fluxograma simplificado do procedimento de análise das amostras de água subterrânea pelo Método 1 para determinação de compostos não-voláteis por UHPLC-SPE-ON-LINE-MS/MS

O Método 2, apresentado no fluxograma da Figura 4, foi desenvolvido para os outros 3 analitos (aldicarb sulfóxido, clorpirifós e pendimetalina) que não puderam ser quantificados pelo Método 1. Para esse método utilizou-se uma condição de pré-condicionamento do filtro de seringa e mistura da amostra com solvente orgânico para minimizar perdas por adsorção.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

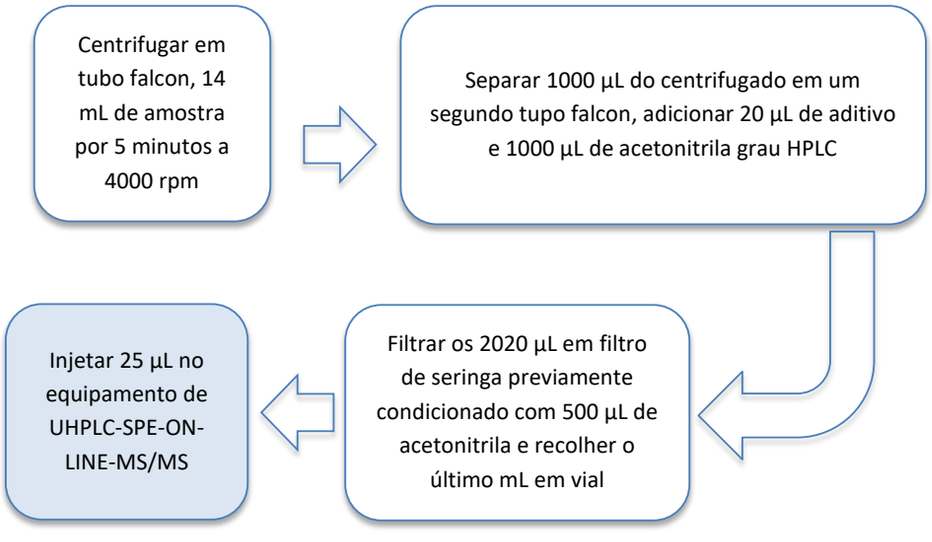


Figura 4- Fluxograma simplificado do procedimento de análise das amostras de água subterrânea pelo Método 2 para determinação de compostos não-voláteis por UHPLC-SPE-ON-LINE-MS/MS

As condições cromatográficas, de SPE e espectrometria de massas de compromisso para os dois conjuntos de analitos analisados estão descritas na Tabela 3. Essas condições visaram buscar simultaneamente seletividade, sensibilidade e velocidade de análise. O grande desafio para estabelecer essas condições foi contemplar as diferentes propriedades físico-químicas dos analitos de interesse que respondiam de forma diferente aos ajustes realizados.

Tabela 3- Condições cromatográficas, SPE e espectrometria de massas empregadas na validação e análise das amostras pelos Métodos 1 e 2 desenvolvidos por UHPLC-SPE-ON-LINE-MS/MS

Parâmetros cromatográficos (unidade)	**Valor/Descrição**
Coluna de SPE Xbridge C8 Direct Connect HP	10 µm; 2,1 x 30 mm, 25 °C
Coluna analítica Acquity UPLC BEH C18	1,7 µm; 2,1 x 50 mm, 30 °C
Temperatura do injetor (°C)	25
Vazão das bombas cromatográficas (mL/min)	0,5 (bombas alfa e beta)
Volume de injeção (µL)	125
Modo de eluição (Método 1)	Bomba alfa: inicial-1,6, 0,5 %; 1,6-2,0, 95,5 %; 2,0-2,7, 95,5 %; 2,7-2,71, 0,5 %; 2,71-6,00, 0,5 %. Bomba beta: inicial-1,0, 10 %; 1,0-4,5, 95 %; 4,5-5,0, 95 %; 5,0-5,01, 10 %; 5,01-6,00, 10 %.
Posição das válvulas (min) (Método 1)	Corrida cromatográficas começa na posição (1:1); 1,5 min mudança para a posição (1:2); 5,8 min retorna para a posição (1:1)
Modo de eluição (Método 2)	Bomba alfa: inicial-1,6, 0,5 %; 1,6-3,0, 95 %; 3,0-3,7, 95 %; 3,7-3,71, 0,5 %; 3,71-7,00, 0,5 %. Bomba beta: inicial-1,0, 10 %; 1,0-5,5, 95 %; 5,5-6,0, 95 %; 6,0-6,01, 10 %; 6,01-7,00, 10 %.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Parâmetros cromatográficos (unidade)	**Valor/Descrição**
Posição das válvulas (min) (Método 2)	Corrida cromatográficas começa na posição (1:1); 1,0 min mudança para a posição (1:2); 6,8 min retorna para a posição (1:1)
Parâmetros de ionização (espectrometria de massas) (unidade)	**Valor/Descrição**
Voltagem do capilar (kV)	2,5
Temperatura da fonte (°C)	150
Temperatura do gás de dessolvatação (°C)	600
Vazão do gás de dessolvatação (L/h)	850
Vazão do gás do cone (L/h)	25

Além dos parâmetros gerais de ionização, cada analito foi otimizado em sua energia de colisão e voltagem do cone buscando obter simultaneamente seletividade e sensibilidade. Os parâmetros de Monitoramento de Reações Múltiplas (MRM- *Multiple Reaction Monitoring*) para cada analito analisado nos Métodos 1 e 2 estão descritos na Tabela 4.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 45

Tabela 4- Parâmetros de MRM para a análise dos 16 NVOCs previstos na Resolução CONAMA 396/08.

Analito	Modo	Precursor (*m/z*)	Produto (*m/z*)	*Dwell* (min)	Cone (V)	Colisão (eV)	t_R (min)
2,4-D	(-)	219	125	0,007	25	14	2,32
	(-)	219	161	0,007	25	14	
alaclor	(+)	270,1	162,15	0,007	20	20	3,62
	(+)	270,1	238,13	0,007	20	11	
aldicarb	(+)	213	89	0,007	35	20	2,66
	(+)	213	116	0,007	35	11	
aldicarb sulfona	(+)	223	76	0,007	35	7	2,19
	(+)	223	86	0,007	35	14	
	(+)	223	148	0,007	35	10	
aldicarb sulfóxido	(+)	207	89	0,054	20	15	1,78
	(+)	207	132	0,054	20	5	
atrazina	(+)	216,1	68	0,007	39	18	2,98
	(+)	216,1	96,1	0,007	39	23	
	(+)	216,1	174,1	0,007	39	18	
bentazona	(-)	239	132	0,007	36	28	2,24
	(-)	239	175	0,007	36	20	
	(-)	239	197	0,007	36	20	
carbofuran	(+)	222,11	123	0,007	5	20	2,88
	(+)	222,11	165,1	0,007	5	10	
clorpirifós	(+)	349,9	97	0,054	27	32	5,02
	(+)	349,9	198	0,054	27	20	
malation	(+)	331	99	0,007	12	26	3,62
	(+)	331	127	0,007	12	12	
	(+)	331	285	0,007	12	7	
metolacloro	(+)	284,1	176,1	0,007	17	25	3,64
	(+)	284,1	252,1	0,007	17	15	
molinato	(+)	188	55	0,007	17	24	3,46
	(+)	188	83	0,007	17	13	
	(+)	188	126	0,007	17	13	
pendimetalina	(+)	282,2	194,1	0,054	12	17	5,02
	(+)	282,2	212,2	0,054	12	10	
pentaclorofenol	(-)	264,9	34,9	0,007	25	20	3,47
	(-)	294,8	96,9	0,007	25	20	
propanil	(+)	217,9	127	0,007	31	22	3,28
	(+)	217,9	161,9	0,007	31	16	
simazina	(+)	202	96	0,007	40	22	2,71

4.2.2. Determinação de Compostos Orgânicos Semivoláteis (SVOCs) por GC-MS/MS

A Figura 5 apresenta um fluxograma com o resumo do procedimento de análise de águas subterrâneas empregando SPE para determinação de SVOCs por GC-MS/MS (métodos EPA 8270 e SW-846).

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

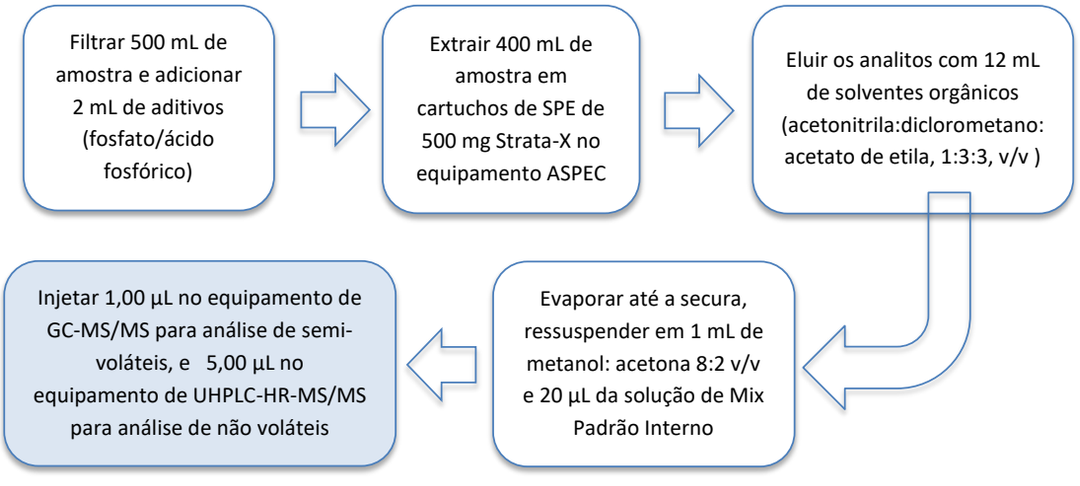


Figura 5- Fluxograma simplificado do procedimento de análise das amostras de água subterrânea pelo método de SPE para determinação de compostos semivoláteis por GC-MS/MS

Algumas classes de SVOCs, incluídas na Resolução CONAMA 396/08, são hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (PAHs), bifenilas policloradas (PCBs) e pesticidas.

Os métodos utilizaram, nas etapas de separação e identificação dos analitos, as técnicas de cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massas sequencial (*gas chromatography–tandem mass spectrometry*, GC-MS/MS). Essas técnicas são as ideais porque permitem quantificar concentrações extremamente baixas (parte por trilhão, ppt = 1 ng/L) de compostos orgânicos.

4.2.2.1. Parâmetros Instrumentais

Antes da análise das amostras o equipamento GC-MS/MS passou por um processo de calibração, descrito no Procedimento Padrão 008. A Tabela 5 mostra as condições instrumentais usadas nas análises dos SVOCs em água subterrânea.

Tabela 5- Condições instrumentais da análise de GC-MS/MS

Parâmetro	**Valor**
Volume de Injeção	1 µL
Injetor Multi Modo (MMI)	*Pulsed Splitless* Pressão 16,814 psi Fluxo Total 54,7 mL/min Purga do septo 3,0 mL/min Purga do septo alternado Pressão de injeção 25 psi até 1 min Purga 50,0 mL/min em 1 min

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Parâmetro	Valor
Temperatura do MMI	200 °C por 0,5 min; 600 °C/min até 300 °C
Intuvo g*uard chip*	Intuvo MMI Guard Chip (G4587-60665) 70 °C por 1 min, 15 °C/min até 100 °C, 14 °C/min até 260 °C, 5 °C/min até 320 °C por 1 min
Coluna	Agilent 122-5536UI-INT: US18360245 DB-5MS UI 30 m x 250 µm x 0,5 µm Faixa de temperatura -60 °C – 325 °C (350 °C)
Fluxo	1,7 mL/min
Temperatura da coluna	45 °C por 1,3 min, 85 °C min^{-1} até 130 °C manter por 1 min, 12 °C min^{-1} até 180 °C, 10 °C/min até 240 °C, 12 °C min^{-1} até 320 °C manter por 10 min
Temperatura do BUS	320 °C
Temperatura da linha de transferência	320 °C
Temperatura da fonte de íons	280 °C
Temperatura dos quadrupolos	200 °C
Modo de aquisição	MRM
Fator de ganho	5

4.2.2.2. Extração dos analitos por Extração em Fase Sólida (SPE)

A amostras foram submetidas à Extração em Fase Sólida (SPE, *Solid Phase Extraction*) antes de serem injetadas no sistema GC-MS/MS. Em geral, o processo segue as seguintes etapas: condicionamento, percolação da amostra, lavagem e eluição. No método desenvolvido, o extrato resultante do processo de SPE (eluato) foi submetido a uma etapa de secagem do solvente de eluição, seguida da ressuspensão em um solvente compatível com a técnica de GC-MS/MS.

O preparo de amostra foi realizado em um equipamento GX-274 ASPEC, o qual realiza extrações em fase sólida de forma automatizada, utilizando cartuchos e aplicando pressão positiva. O equipamento GX-274 ASPEC é capaz de processar quatro amostras simultaneamente e acomoda grandes volumes de amostra (da ordem de litros).

4.2.2.3. Preparo das soluções para as curvas analíticas

Foram preparadas 31 soluções padrão estoque a partir de materiais de referência certificados. Os 31 analitos analisados estão listados na resolução CONAMA 396/08. A partir das soluções estoque foram preparados quatro grupos de soluções de trabalho, como representado no fluxograma da Figura 6. Uma solução contendo um *mix* de padrão interno

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

também foi preparada. A preparação das soluções está registrada no formulário padrão FP-032 -Preparo de Soluções e Misturas.

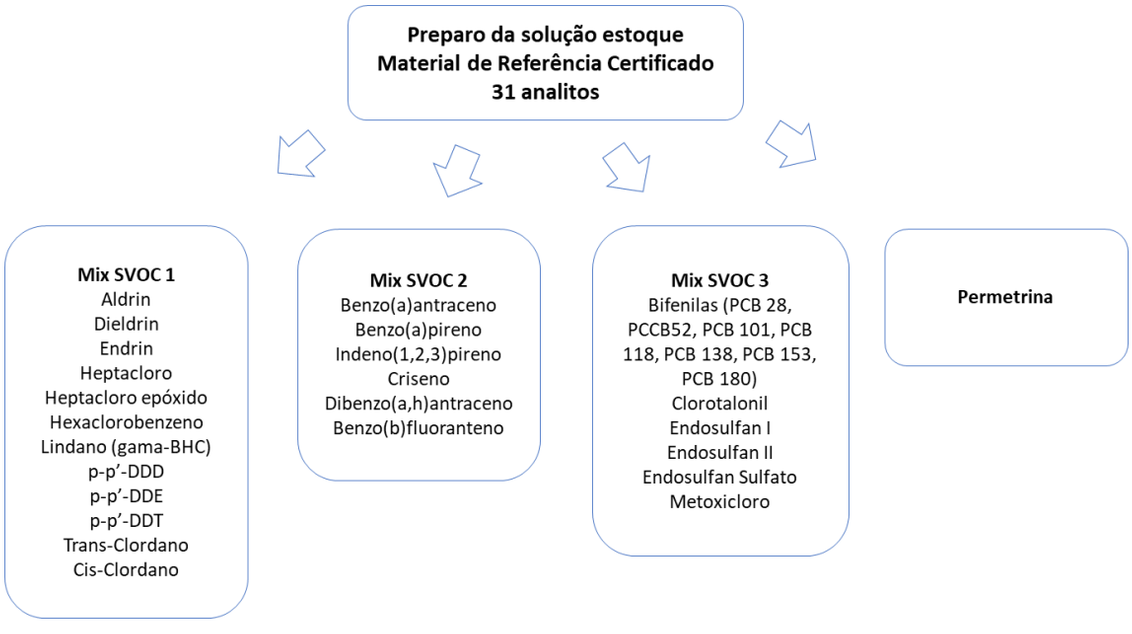


Figura 6- Fluxograma com as soluções de trabalho dos analitos SVOCs analisados por extração em um equipamento GX-274 ASPEC e análise por GC-MS/MS

4.2.2.4. Preparo das Curvas Analíticas

As curvas analíticas foram construídas com 7 níveis de concentração em uma matriz branca. Uma amostra de água subterrânea (matriz branca) foi transferida para um balão de 1000 mL e fortificada com as soluções descritas na Tabela 6.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 6- Volumes (µL) utilizados na construção das curvas analíticas

Nível da curva	Solução SVOC 1	Solução SVOC 2	Solução SVOC 3	Solução de permetrina (100 mg/L)
P1	80	80	160	160
P2	100	100	200	200
P3	120	120	240	240
P4	140	140	280	280
P5	160	160	320	320
P6	180	180	360	360
P7	200	200	400	400

As soluções preparadas foram homogeneizadas e filtradas no sistema de filtração. Foi adicionado 1 mL de uma solução de ácido fosfórico e 1 mL de fosfato monossódico, passando-os também pelo sistema de filtração e recolhendo no mesmo frasco da amostra.

4.2.2.5. Preparo da Amostra e Extração dos Analitos

Antes do processo de extração, as amostras foram filtradas em filtros de seringa de PTFE hidrofílico, com poro de 0,22 µm e diâmetro 0,13 mm. Nesta etapa 500 mL de amostra foram filtradas e adicionados 1 mL de solução de ácido fosfórico e 1 mL de solução de fosfato. Após esse processo de filtração, as amostras são levadas para a etapa de extração. A Tabela 7 mostra os solventes e seus respectivos volumes no processo de extração.

Tabela 7- Volumes dos solventes de extração.

Solvente	Volume utilizado em cada etapa de SPE				Total
	Condicionamento (mL)	*Clean-up* (mL)	Eluição (mL)	Rinsagem (mL)	
acetonitrila	3	0	2	0	5
água tipo I	6	1	0	0	7
diclorometano: acetato de etila 1:1	3	0	12	0	15
água tipo I: metanol 9:1		0	0	52,5	52,5

Após a extração, tubos com 400 mL de amostra extraída foram levados para o evaporador (RVC 2-33 CDPLUS da empresa Christ) em uma temperatura de 80 °C por 90 min. No final da evaporação, os extratos secos foram recolhidos e ressuspendidos em 1 mL de metanol: acetona 8:2 v/v. A solução foi filtrada em filtro de seringa de PTFE hidrofílico e recolhida em *vial*, seguida da adição de 20 µL de padrão interno.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 50

4.2.2.6. Validação do Procedimento Analítico

A validação do procedimento analítico foi realizada de acordo com o Procedimento Sistêmico (PS-005 Seleção, Verificação e Validação de Métodos) estabelecido pelo Sistema de Gestão da Qualidade do Centro de Referência Ambiental da UFMG (SGQ-CRA). O plano de validação para cada analito foi registrado no formulário padrão FP-046 – Plano de Verificação e Validação de Métodos, seguido do preenchimento do FP-047 – *Checklist* de Verificação e Validação de Métodos e do FP-048 – Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos. Os dados de validação foram lançados no formulário FP-049 – Planilha de Verificação e Validação de Métodos. Esta planilha foi empregada em todos os trabalhos de validação dos compostos analisados. Todo o processo de validação está registrado no FP-050 – Relatório de Verificação e Validação de Métodos.

A validação do método foi feita de acordo com os critérios e recomendações da EURACHEM (EURACHEM- *Analytical Chemistry in Europe*) e o guia DOQ-CGCRE-008 (Orientação sobre Validação de Métodos Analíticos do INMETRO). Os parâmetros de mérito avaliados foram: linearidade, repetibilidade, precisão intermediária, recuperação, limite de detecção (LD) e limite de quantificação (LQ).

Na linearidade foram avaliados 7 níveis de concentração, de acordo com a Tabela 8.

Tabela 8- Níveis de concentração (µg/L) dos analitos na curva analítica

Analito	**Concentração (µg/L)**						
	P1	**P2**	**P3**	**P4**	**P5**	**P6**	**P7**
aldrin	0,012	0,016	0,019	0,022	0,025	0,028	0,031
dieldrin	0,01	0,02	0,02	0,02	0,03	0,03	0,03
endrin	0,48	0,60	0,72	0,84	0,96	1,08	1,20
heptacloro	0,013	0,016	0,019	0,022	0,026	0,029	0,032
heptacloro epóxido	0,013	0,016	0,019	0,022	0,025	0,028	0,032
hexaclorobenzeno	0,8	1,0	1,2	1,4	1,6	1,8	2,0
lindano	1,6	2,0	2,4	2,8	3,2	3,6	4,0
DDD	0,55	0,69	0,83	0,97	1,11	1,25	1,39
DDT	0,55	0,69	0,83	0,97	1,10	1,24	1,38
DDE	0,55	0,69	0,83	0,97	1,10	1,24	1,38
trans-clordano	0,08	0,10	0,12	0,14	0,16	0,18	0,20
cis-clordano	0,08	0,10	0,12	0,14	0,16	0,18	0,20
benzoantraceno	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10
benzopireno	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10
indeno(1,2,3)pireno	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10
criseno	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Analito	Concentração (µg/L)						
	P1	**P2**	**P3**	**P4**	**P5**	**P6**	**P7**
dibenzoantraceno	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10
benzofluoranteno	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09	0,10
PCBs (7)	0,05	0,06	0,07	0,08	0,10	0,11	0,12
clorotalonil	24	30	36	42	48	54	60
endosulfan I	5,4	6,8	8,2	9,5	10,9	12,2	13,6
endosulfan II	5,4	6,8	8,2	9,5	10,9	12,2	13,6
endosulfan sulfato	5,3	6,7	8,0	9,3	10,7	12,0	13,3
metoxicloro	16	20	24	28	32	36	40
permetrina	16	20	24	28	32	36	40

A repetibilidade, precisão intermediária e recuperação foram analisadas em 3 níveis de concentração (P2, P4 e P6). Para a avaliação da precisão (repetibilidade e precisão intermediária) foi adotada a razão de *Horwitz* menor que 2,0 como critério de aceitação. A precisão intermediária foi analisada em dois dias diferentes e as variâncias dos dois dias foram comparadas por meio do teste F. O critério de aceitação da recuperação foi definido de acordo os níveis de concentração seguindo a recomendação da AOAC (*Guidelines for Standard Method Performance Requirements*). O limite de detecção e quantificação foram estimados analisando seis brancos fortificados no menor nível da curva analítica (P1) e os desvios padrão foram empregados para os cálculos do LD e LQ.

A incerteza de medição foi estimada seguindo o procedimento sistêmico PS-008 (Avaliação da Incerteza de Medição) estabelecido pelo Sistema de Gestão da Qualidade do Centro de Referência Ambiental da UFMG (SGQ-CRA). As principais fontes de incerteza foram definidas a partir das resultantes da curva analítica, precisão intermediária e preparo de amostra. Os dados foram lançados na Planilha de Cálculo de Incertezas. Os resultados foram expressos em termos da incerteza expandida e fator de abrangência (k) com 95 % de confiança.

4.2.3. Determinação dos Compostos Orgânicos Voláteis (VOCs) por GC-MS/MS

Para a análise dos VOCs nas amostras de água subterrânea foi utilizado como referência o método 8260D da Agência de Proteção Ambiental (EPA – *Environmental Protection Agency*). Os VOCs foram extraídos da amostra por um sistema de *headspace* (HS), sendo em seguida injetados no sistema GC-MS/MS. A identificação foi feita com base nos tempos de retenção (t_R) na coluna cromatográfica e nas razões massa/carga (*m/z*) dos fragmentos obtidos com o espectrômetro de massas operando no modo de aquisição Monitoramento de Reação

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Múltipla (MRM- *Multiple Reation Monitoring*). Além de aumentar a sensibilidade, a alta seletividade proporcionada pelo MRM elimina interferências da matriz que podem estar presentes. A quantificação foi realizada comparando a resposta de um íon principal (íon de quantificação) em relação a um padrão interno (IS) usando a curva analítica correspondente.

A Figura 7 apresenta um fluxograma com o resumo do procedimento de análise de águas subterrâneas empregando HS (*headspace*) seguido pelo método quantitativo de compostos orgânicos voláteis por GC-MS/MS.

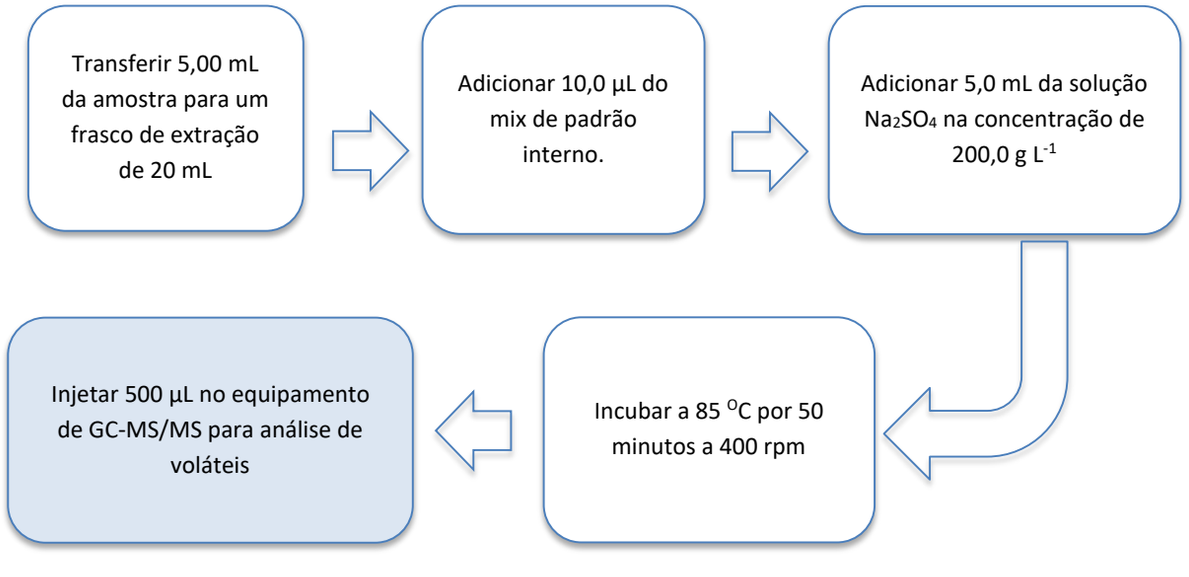


Figura 7- Fluxograma simplificado do procedimento de análise das amostras de água subterrânea pelo método HS para determinação de voláteis por GC-MS/MS

4.2.3.1. Parâmetros Instrumentais

Para realizar a análise de VOCS foram utilizados os seguintes equipamentos:

- Sistema de cromatografia a gás Agilent (Santa Clara, USA) Intuvo 9000 acoplado a um espectrômetro de massas triplo quadrupolo 7010B GC/TQ. Injetor automático com módulo *Head Space* da Agilent (Santa Clara, USA).
- Coluna cromatográfica DB-624 UI 20 m x 180 µm x 1 µm (PartNumber 121-1324UI-INT) da Agilent (Santa Clara, USA);

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 53

- Computador com os *softwares* MassHunter Data Aquisition e MassHunter Quantitative Analysis da Agilent (Santa Clara, USA);

Calibração do espectrômetro de massas

A calibração do espectrômetro de massas é descrita no procedimento padrão do CRA (PP–008) e deve ser realizado conforme descrito no mesmo. Porém, antes da sequência de análise realizou-se uma checagem (*Check Tune*) para avaliar se o ajuste fino do equipamento estava dentro dos parâmetros aceitáveis. As etapas para a realização do *Check Tune* também são descritas no PP-008.

Método de aquisição

O espectrômetro de massas triplo quadrupolo (TQ) é constituído por três quadrupolos sequenciais, sendo que o primeiro e terceiro quadrupolos funcionam como filtros de massas para selecionar íons específicos e o segundo quadrupolo é utilizado como célula de colisão, através da dissociação induzida por colisão com um gás inerte. O método de aquisição de dados utilizado para análise dos VOCs em águas subterrâneas inclui a etapa de extração dos analitos por *headspace* (HS) pelo sistema de injeção automática (PAL-3) do cromatógrafo. As condições de extração e de aquisição estão apresentadas na Tabela 9.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 9- Condições instrumentais para extração e análise de compostos voláteis (VOCs) por HS-GC– MS/MS

Parâmetro	Valor
Volume da seringa de injeção	2,5 mL
Volume de injeção	0,5 mL
Temperatura de incubação	85 °C
Tempo de incubação	50 min
Velocidade de agitação	400 rpm
Temperatura da seringa	100 °C
Injetor Multi Modo (MMI)	*Split* (1:35) Fluxo de *split* 35 mL/min Fluxo total 39 mL/min Pressão 21,308 psi Fluxo Total 54,7 mL/min Purga do septo 3,0 mL/min *Liner* Agilent PN 5190-2295
Temperatura do MMI	250 °C
Intuvo *guard chip*	Mesma da coluna
Coluna	Agilent 121-1324UI-INT:US20450255 DB-624 UI 20 m x 180 µm x 1 µm Faixa de temperatura -20 °C—260 °C (260 °C)
Fluxo	1,0 mL/min
Temperatura da coluna	40°C por 5 min, 8 °C/min até 180 °C, 30 °C/min até 250 °C manter por 5 min
Temperatura do BUS	250 °C
Temperatura da linha de transferência	250 °C
Temperatura da fonte de íons	250 °C
Temperatura dos quadrupolos	200 °C
Modo de aquisição	SIM e MRM
Fator de ganho	1

Processamento e quantificação

Após finalizar a análise da sequência, os dados gerados foram tratados utilizando o *software* QQQ Quantitative Analysis da Agilent (Santa Clara, USA). Nesse *software*, o usuário cria uma batelada (*batch*) de análise, carrega o método de quantificação, analisa o *batch*, revisa os dados gerados, e faz correções quando necessário. Após finalizar o processamento, os dados foram exportados para uma planilha Excel®. Registrou-se no formulário (FP – 080), o dia em que os dados foram processados e quem fez o processamento.

4.2.3.2. Materiais

- Gás hélio (pureza 5.0);
- Gás nitrogênio (pureza 5.0);
- Ponteiras 200,00 µL; 5,00 mL e 25,00 mL;

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

- Pipetador automático (REL – 002);
- Balança analítica (BAL – 001).

4.2.3.3. Padrões e Reagentes

- Água deionizada ultrapura (tipo I)
- Metanol grau HPLC
- MRC de 1,2,3-triclorobenzeno
- MRC de 1,2,4-triclorobenzeno
- MRC de 1,2-dicloroetano
- MRC de 1,3,5-triclorobenzeno
- MRC de benzeno
- MRC de *cis*-1,2-dicloroeteno
- MRC de cloreto de vinila (1000 µg/ml)
- MRC de diclorometano
- MRC de estireno
- MRC de etilbenzeno
- MRC de *m*-xileno
- MRC de *o*-xileno
- MRC de *p*-xileno
- MRC de tetracloroeteno
- MRC de tolueno
- MRC de *trans*-1,2-dicloroeteno
- MRC de tricloroeteno
- MRC de tetracloreto de carbono
- MRC 1,4–diclorobenzeno-d4
- MRC de clorobenzeno–d5
- MRC de fluorobenzeno

Todos os padrões e reagentes foram adquiridos da empresa Merck KGaA (Darmstadt, Alemanha).

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

4.2.3.4. Soluções Estoque

Solução estoque de 1,2,3-triclorobenzeno (1000,00 mg/L)

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de 1,2,3-triclorobenzeno e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol grau HPLC. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução estoque 1,2,4-triclorobenzeno (1000,00 mg/L)

Pesou-se 20,0 mg do padrão MRC de 1,2,4-triclorobenzeno e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 20,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol grau HPLC. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução estoque 1,2-dicloroetano (1000,00 mg/L)

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de 1,2-dicloroetano e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol grau HPLC. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução estoque 1,3,5-triclorobenzeno (1000,00 mg/L)

Pesou-se 20,0 mg do padrão MRC de 1,3,5-triclorobenzeno e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 20,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol grau HPLC. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução estoque benzeno (1000,00 mg/L)

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de benzeno e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol grau HPLC. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Solução estoque cis-1,2-dicloroeteno (1000,00 mg/L)

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de *cis*-1,2-dicloroeteno e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol grau HPLC. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução estoque diclorometano (1000,00 mg/L)

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de diclorometano e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol grau HPLC. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução estoque estireno (1000,00 mg/L)

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de estireno e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol grau HPLC. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução estoque etilbenzeno (1000,00 mg/L)

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de etilbenzeno e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol grau HPLC. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução estoque m-xileno (1000,00 mg/L)

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de m-xileno e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol grau HPLC. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20° C.

Solução estoque o-xileno (1000,00 mg/L)

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 58

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de o-xileno e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol grau HPLC. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução estoque de p-xileno (1000,00 mg/L)

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de p-xileno e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol grau HPLC. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução estoque de tetracloroeteno (1000,00 mg/L)

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de tetracloroeteno e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de –20 °C.

Solução estoque de tolueno (1000,00 mg/L)

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de tolueno e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução estoque de trans-1,2-dicloroeteno (1000,00 mg/L)

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de *trans*-1,2-dicloroetenoe e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução estoque de tricloroeteno (1000,00 mg/L)

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Pesou-se 10,0 mg do padrão MRC de tricloroeteno e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 10,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução estoque tetracloreto de carbono (1000,00 mg/L)

Pesou-se 25,0 mg do padrão MRC de tetracloreto de carbono e transferiu-se cuidadosamente para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

4.2.3.5. Soluções Intermediárias

Solução intermediaria de tolueno (10,00 mg/L)

Transferiu-se 50,00 µL do padrão da solução estoque de tolueno para um balão volumétrico de 5,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução intermediaria de trans-1,2-dicloroeteno (100,00 mg/L)

Transferiu-se 2,50 mL da solução estoque de *trans*-1,2-dicloroeteno para um balão volumétrico de 25,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Solução intermediaria de tetracloreto de carbono (10,00 mg/L)

Transferiu-se 200,00 µL da solução estoque de tetracloreto de carbono para um balão volumétrico de 20,00 mL. Completou-se o volume do balão com metanol. Transferiu-se a solução estoque para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em freezer em temperatura de -20 °C.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

4.2.3.6. Soluções de Trabalho

Em um balão de 10,00 mL contendo 5,0 mL de metanol grau HPLC, adicionou-se os volumes apresentados na Tabela 10. Avolumou-se o balão com metanol e transferiu-se a solução para um frasco âmbar com tampa rosqueável e septo de teflon. Armazenou-se em *freezer* em temperatura de -20 °C.

Tabela 10- Volumes de solução utilizados no preparo da Mistura VOC1 ASB 10000 vezes

Solução	Volume (µL)
Estoque de 1,2,3-triclorobenzeno	6,00
Estoque de 1,2,4-triclorobenzeno	6,00
Estoque de 1,2-dicloroetano	10,00
Estoque de 1,3,5-triclorobenzeno	6,00
Estoque de benzeno	5,00
Estoque de *cis*-1,2-dicloroeteno	25,00
MRC de cloreto de vinila	5,00
Estoque de diclorometano	20,00
Estoque de estireno	20,00
Estoque de etilbenzeno	90,00
Estoque de *m*-xileno	100,00
Estoque de *o*-xileno	100,00
Estoque de *p*-xileno	100,00
Estoque de tetracloro eteno	10,00
Intermediária de tolueno	200,00
Intermediária de *trans*-1,2-dicloroeteno	250,00
Estoque de tricloroeteno	30,00
Intermediária de tetracloreto de carbono	200,00

Mistura de padrão interno (10,00 mg/L)

Em um balão de 10,00 mL contendo 5 mL de metanol grau HPLC, adicionou-se os volumes apresentados na Tabela 11.

Tabela 11- Volumes de solução utilizados no preparo do Mistura do Padrão Interno

Solução	Volume (µL)
MRC de 1,4-diclorobenzeno-d4	100,00
MRC de clorobenzeno-d5	50,00
MRC de fluorobenzeno	100,00

Preparo da solução modificadora de fase

Pesou-se 100,00 g de sulfato de sódio anidro grau PA em um béquer. Dissolveu-se o sólido em 500,0 mL de água tipo 1. Acrescentou-se o sólido à água sob agitação constante para

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

facilitar a dissolução do sulfato de sódio. Transferiu-se a solução para um frasco reagente transparente de vidro com tampa rosqueável. Armazenou-se em temperatura ambiente.

4.2.3.7. Preparo da curva analítica

Branco de água subterrânea

A amostra branca utilizada foi obtida de um poço artesiano em área preservada e analisada no equipamento GC-MS/MS para detectar a presença dos analitos. Nesta varredura não foram detectados os VOCs de interesse. Portanto esta amostra foi selecionada para realização de todos os ensaios de validação do método.

Ponto P0

Adicionou-se 5,00 mL do branco para águas subterrâneas em um frasco de âmbar extração de 20,0 mL. Adicionou-se 10,00 µL da mistura de padrão interno. Adicionou-se 5,00 mL da solução modificadora de fase.

Para os demais pontos da curva (P1 a P7):

Adicionou-se 5,00 mL do branco para águas subterrâneas em um frasco de extração âmbar de 20,0 mL. Adicionou-se à solução VOC trabalho nos volumes apresentados na Tabela 12. Adicionou-se 10,00 µL da mistura de padrão interno. Adicionou-se 5,00 mL da solução modificadora de fase.

Tabela 12- Volumes das soluções de trabalho utilizados para a construção da curva analítica de VOCs em água subterrânea

Nível de concentração	Volume (µL)
P1	12,50
P2	25,00
P3	37,00
P4	50,00
P5	62,00
P6	75,00
P7	100,00

A adição dos volumes especificados na Tabela 12 a 5,0 mL do branco permitiu obter, para cada analito, as concentrações apresentadas na Tabela 13.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 62

Tabela 13- Níveis de concentração (μg/L) dos compostos voláteis (VOCs) nas respectivas curvas analíticas

Analito	Concentração (μg/L)						
	P1	**P2**	**P3**	**P4**	**P5**	**P6**	**P7**
1,2,3-triclorobenzeno	1,50	3,00	4,44	6,00	7,44	9,00	12,00
1,2,4-triclorobenzeno	1,50	3,00	4,44	6,00	7,44	9,00	12,00
1,2-dicloroetano	2,50	5,00	7,40	10,00	12,4	15,00	20,00
1,3,5-triclorobenzeno	1,50	3,00	4,44	6,00	7,44	9,00	12,00
benzeno	1,25	2,50	3,70	5,00	6,20	7,50	10,00
cis-1,2-dicloroeteno	6,25	12,50	18,50	25,00	31,00	37,50	50,00
cloreto de vinila	1,25	2,50	3,70	5,00	6,20	7,5	10
diclorometano	5,00	10,00	14,80	20,00	24,80	30,00	40,00
estireno	5,00	10,00	14,80	20,00	24,80	30,00	40,00
etilbenzeno	22,50	45,00	66,60	90,00	111,60	135,00	180,00
m-xileno	25,00	50,00	74,00	100,00	124,00	150,00	200,00
o-xileno	25,00	50,00	74,00	100,00	124,00	150,00	200,00
p-xileno	25,00	50,00	74,00	100,00	124,00	150,00	200,00
tetracloroeteno	2,50	5,00	7,40	10,00	12,40	15,00	20,00
tolueno	0,50	1,00	1,48	2,00	2,48	3,00	4,00
trans-1,2-dicloroeteno	6,25	12,50	18,50	25,00	31,00	37,50	50,00
tricloroeteno	7,50	15,00	22,20	30,00	37,20	45,00	60,00
tetracloreto de carbono	0,50	1,00	1,48	2,00	2,48	3,00	4,00

Preparo de amostra

Transferiu-se 5,00 mL da amostra para um frasco de extração de 20,0 mL. Adicionou-se 10,00 μL da mistura de padrão interno. Adicionou-se 5,0 mL da solução Na_2SO_4 na concentração de 200,00 g/L. Fechou-se o frasco com tampa de rosca ou do tipo *crimp*, magnética e com septo de PTFE.

4.2.3.8. Validação do método HS-GC-MS/MS

A validação do método foi feita de acordo com os critérios e recomendações da EURACHEM (EURACHEM-*Analytical Chemistry in Europe*). Os parâmetros de mérito avaliados foram: linearidade, limite de detecção (LD), limite de quantificação (LQ), recuperação e precisão. A linearidade foi avaliada por curvas analíticas com sete níveis de concentração (pontos P1 a P7 da Tabela 12), com cada nível analisado em triplicata. Para a determinação do LD e LQ foram feitas dez replicatas de brancos (água subterrânea não contaminada e sem adição dos analitos). Para avaliar a precisão e a recuperação foram analisadas seis replicatas de três níveis da curva analítica (pontos P2, P4 e P6 da Tabela 12). Nestes mesmos níveis de concentração foram feitos estudos de recuperação com seis replicatas utilizando matriz branca.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 63

A incerteza de medição foi estimada seguindo o procedimento sistêmico PS-008 (Avaliação da Incerteza de Medição) estabelecido pelo Sistema de Gestão da Qualidade do Centro de Referência Ambiental da UFMG (SGQ-CRA). As principais fontes de incerteza foram definidas a partir das resultantes da curva analítica, precisão intermediária e preparo de amostra. Os dados foram lançados na Planilha de Cálculo de Incertezas. Os resultados foram expressos em termos da incerteza expandida e fator de abrangência (k) com 95 % de confiança.

4.2.4. Análises *Untargeted* de NVOCs e SVOCs por LC-HRMS (ORBITRAP)

4.2.4.1. Análises de *screening*

As amostras de água subterrânea foram analisadas após pré-tratamento por extração em fase sólida (SPE) automatizada, utilizando um sistema GX-274 ASPEC (Gilson). As análises de *screening* e de *untargeted* para compostos orgânicos semivoláteis foram realizadas utilizando cromatografia líquida de ultra-alta eficiência e espectrometria de massas sequencial de alta resolução (UPLC-HRMS), nas polaridades positiva e negativa. O sistema analítico instalado no CRA foi utilizado, composto por um cromatógrafo de fase líquida de ultra-alta eficiência, modelo Vanquish, e um espectrômetro de massas sequencial de alta resolução, modelo QExactive Plus. Os dados obtidos, incluindo espectros de massas e cromatogramas, foram tratados com o uso dos *softwares* Trace Finder e Compound Discoverer 3.1. O instrumento e os *softwares* são do fabricante Thermo Scientific (Massachusetts, EUA).

As análises de *screening* foram realizadas utilizando o modo de aquisição *All Ion Fragmentation* (AIF), nos modos positivo e negativo conjuntamente. A separação cromatográfica foi realizada utilizando uma coluna cromatográfica Acquity BEH C18 (2,1 x 50 mm, 1,7 µm) da empresa Waters, mantida em 30 °C. As fases móveis utilizadas foram: (A) água com 0,1 % de ácido fórmico e (B) metanol com 0,1 % de ácido fórmico. A taxa de fluxo da separação foi de 0,3 mL/min, o volume de injeção foi de 5 µL e a duração do método foi de 10 min.

As condições de operação do espectrômetro de massas foram: voltagem do *spray* = 4000 no modo positivo e 3000 no modo negativo; temperatura do capilar = 320 °C; *sheath gas* = 30; gás auxiliar = 10; *spare gas* = 1; *probe heater temperature* = 350 °C; *S-leans RF level* = 50; *scan range* = 50 a 750 *m/z*. Nesse método, o modo de varredura de massas (*full scan*) foi

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 64

intercalado com o AIF, em alternância de polaridades. O modo *full scan* foi operado com resolução de 35,000 (FWHM), *AGC target* de 3 x 10^6 e *maximum IT* de 200 ms. Já o modo AIF foi operado com resolução de 17,500, *AGC target* de 1 x 10^6, *maximum IT* de 100 ms e energia de colisão normalizada de 20, 40 e 60. Os valores não acompanhados de unidades são apresentados em unidades arbitrárias, conforme valores inseridos no *software* do equipamento.

4.2.4.1.1. Validação das análises de *Screening*

A validação qualitativa do método de *screening* foi realizada de acordo com o formulário PS-017 do CRA, para os seguintes analitos semivoláteis incluídos na Resolução CONAMA 396/08: 2,4-D, alaclor, aldicarb sulfona, aldicarb sulfóxido, atrazina, bentazona, carbofuran, clorpirifós, malation, metolacloro, molinato, propanil e simazina. As análises quantitativas desses compostos foram realizadas utilizando-se metodologias desenvolvidas para as técnicas de cromatografia líquida e cromatografia gasosa acopladas à espectrometria de massas sequencial (GC-MS/MS e UHPLC-2D-MS/MS, respectivamente), como descrito anteriormente neste relatório. As amostras de água superficial utilizadas na validação foram acrescidas dos padrões analíticos desses compostos em concentrações 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 e 2,5 vezes o Limite de Quantificação Praticável (LQP) estabelecido na Resolução CONAMA 396/08. Além desses analitos validados qualitativamente, outros 118 compostos foram incluídos no método de *screening*, porém sem validação, uma vez que não se dispunha de padrões originais, mas só de soluções já preparadas em concentrações definidas desses compostos. Essas soluções foram analisadas por LC-HRMS/MS e adicionadas à *Compound Database* ligada ao método, contendo informações como: *m/z*, padrão de distribuição isotópica, tempo de retenção (TR) e padrão de fragmentação.

4.2.4.2. Análises *Untargeted*

As análises *untargeted* foram realizadas no modo de aquisição Data Dependent Analysis (DDA), individualmente nos modos positivo e negativo. As condições cromatográficas foram idênticas às descritas no item anterior.

As condições de operação do espectrômetro de massas foram iguais às descritas no item anterior, exceto que o modo de varredura de massas (*full scan*) foi intercalado com o DDA, sendo os modos negativo e positivo adquiridos separadamente. O modo *full scan* foi operado

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 65

com resolução de 70,000 (FWHM), *AGC target* de 1 x 10^6 e *maximum IT* de 100 ms. Já o modo DDA foi operado com resolução de 17,500, *AGC target* de 2 x 10^5, *maximum IT* de 50 ms e energia de colisão normalizada de 20, 40 e 60.

Além dos fragmentos característicos dos compostos, foram avaliados também os padrões de distribuição e intensidade dos isótopos, o que contribui para uma caracterização assertiva da identidade dos compostos. Para identificação de compostos químicos presentes nas amostras utilizou-se os seguintes critérios de aceitação:

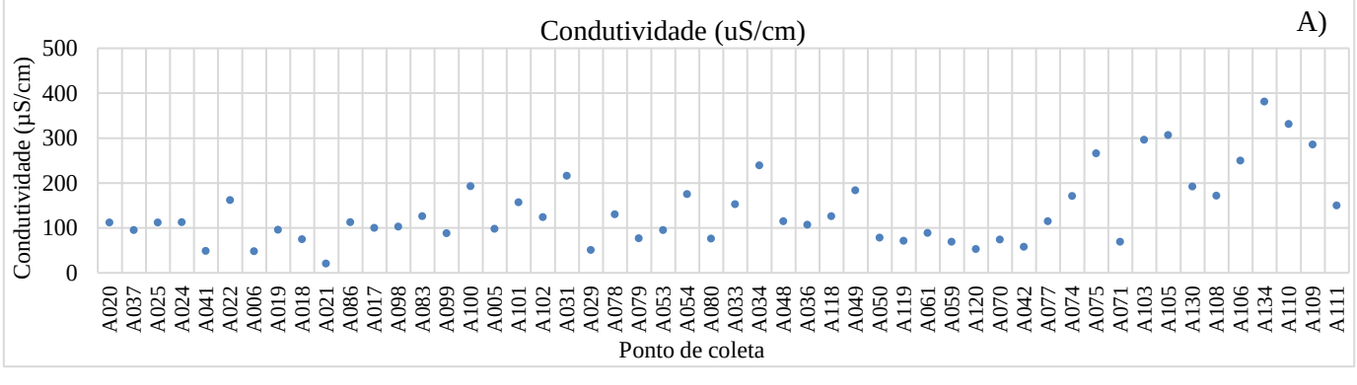
- Diferença entre a relação massa/carga prevista e obtida inferior a 5 ppm (parte por milhão);
- Obtenção de cromatograma viável do íon extraído;
- Ausência de sinal nos brancos;
- Presença, no espectro de massas, dos 2 isotopólogos estáveis mais abundantes;
- Fórmula molecular obtida obedecendo os critérios de distribuição isotópica;
- Espectro de massas de fragmentação contendo fragmentos característicos, segundo apresentado no banco de dados *mzCloud*.

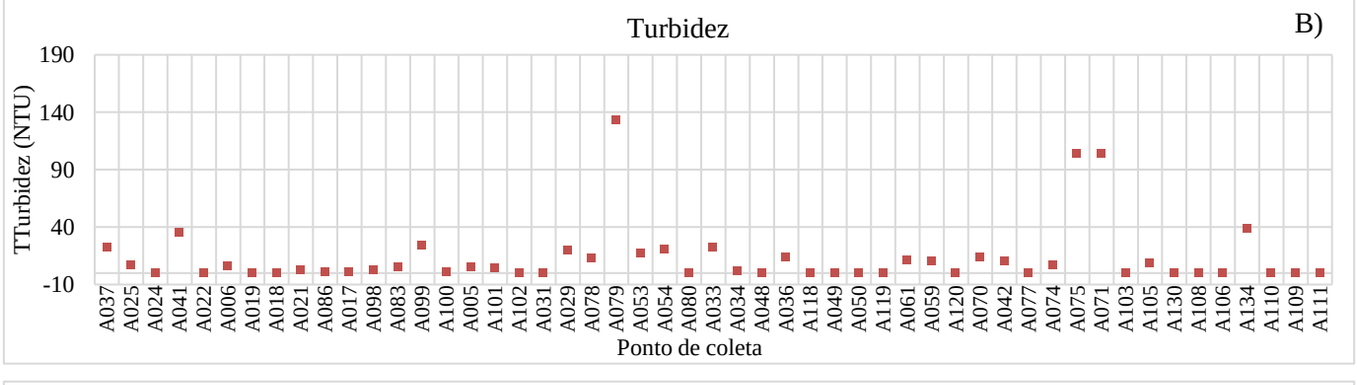
Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

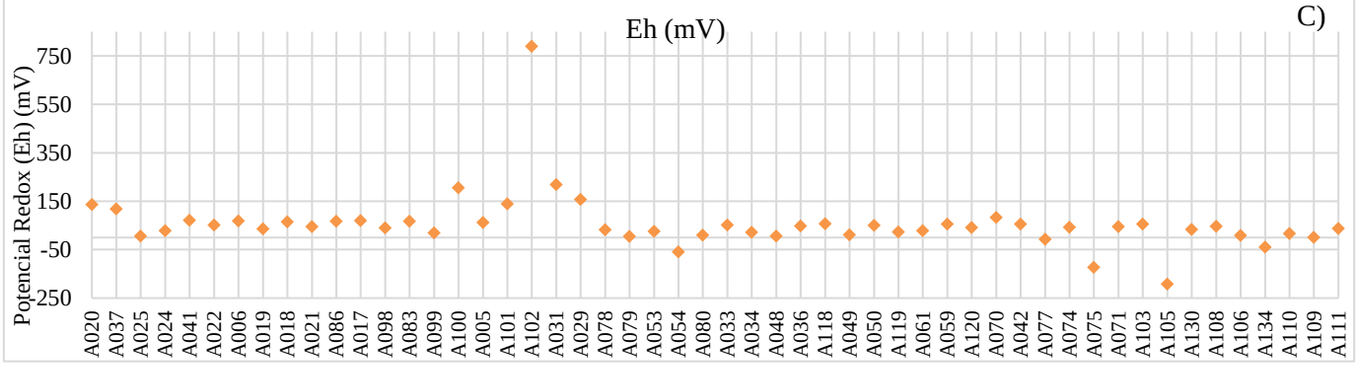
5. RESULTADOS

5.1. RESULTADOS DE PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS MEDIDOS *IN SITU* COM A SONDA MULTIPARÂMETROS

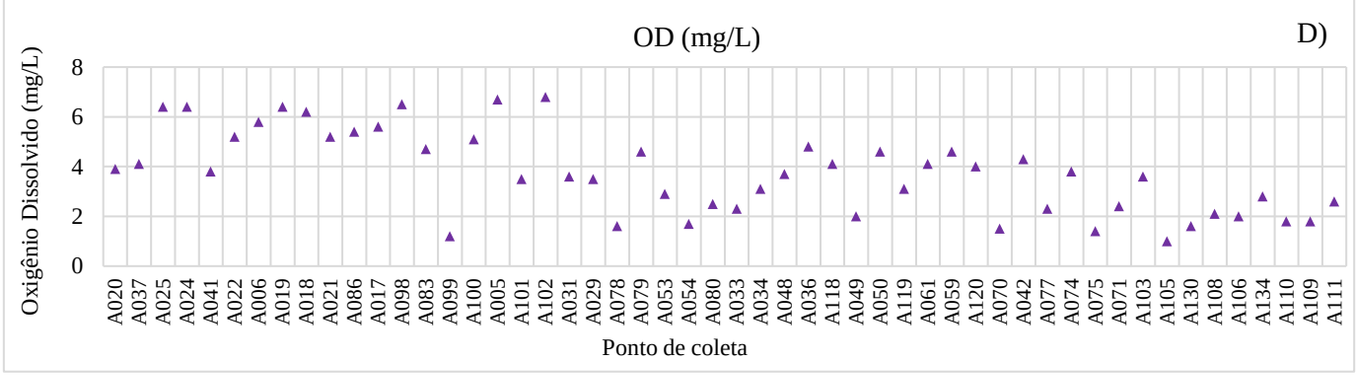
A Figura 8 mostra os resultados apresentados na tabela no ANEXO I dos parâmetros físico-químicos medidos *in situ* com a sonda multiparâmetros pela equipe de coleta da empresa SENAI na forma de gráficos sendo: A) Condutividade, B) Turbidez, C) Eh, D) OD, E) pH, F) Temperatura da água e G) Temperatura do ar.

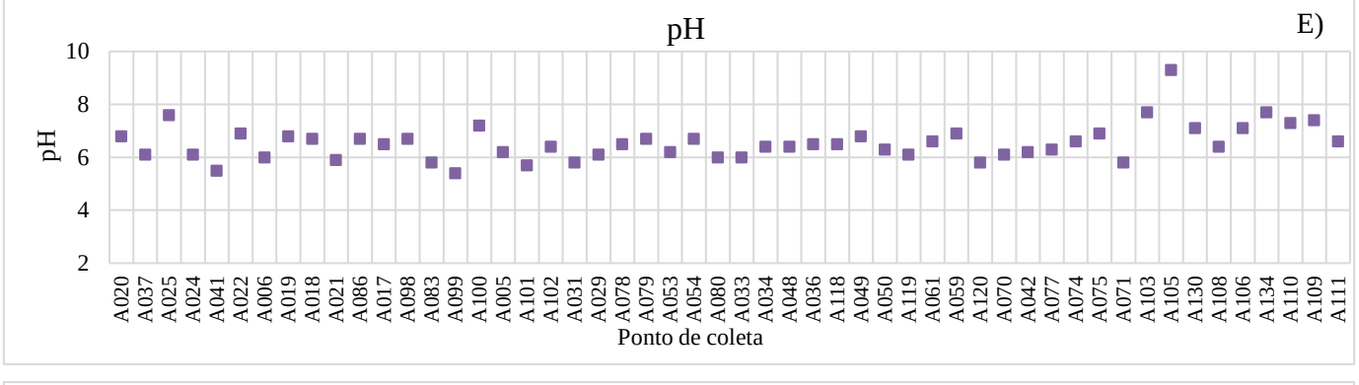


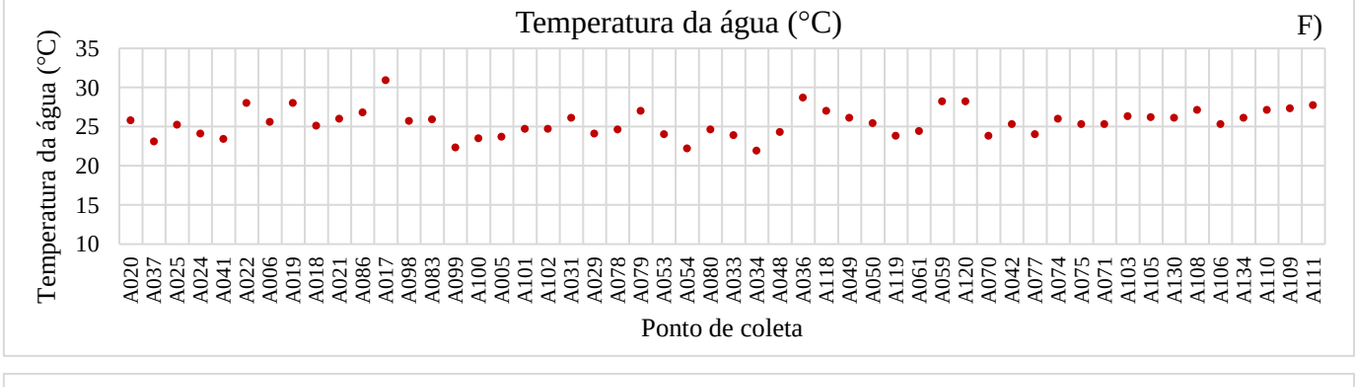




Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25







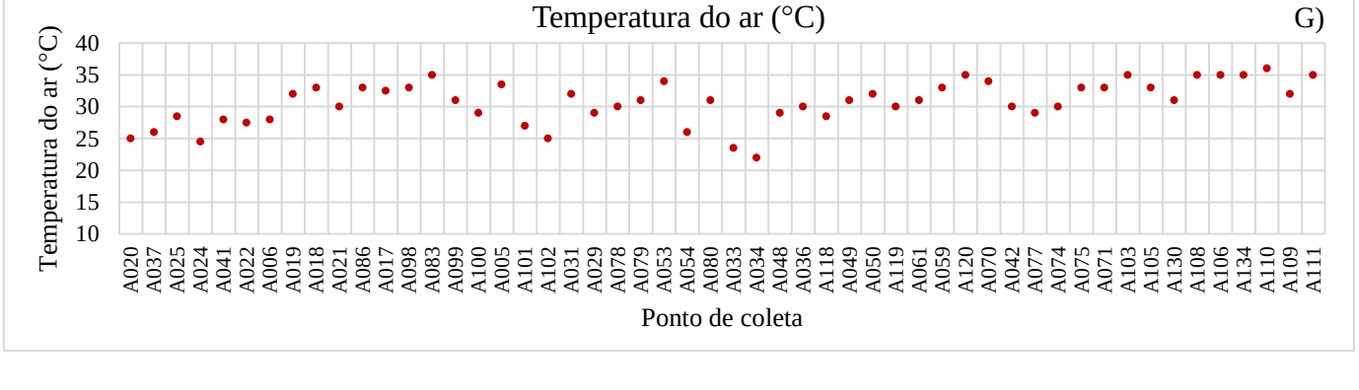


Figura 8- Gráficos dos parâmetros físico-químicos medidos *in situ* utilizando sonda multiparâmetros, na coleta das amostras de água subterrânea sendo: A) Condutividade, B) Turbidez, C) Eh, D) OD, E) pH, F) Temperatura da água e G) Temperatura do ar

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 68

Pode- se observar nos gráficos da Figura 8 que há uma tendência de aumento dos valores de condutividade medidos nas amostras coletadas a partir do ponto A075. Uma das explicações para esse comportamento poderia ser a dissolução de carbonatos presentes nos minerais que compõem o solo da região, hipótese que se sustenta no aumento do pH das amostras coletadas nessa região, observado na Figura 8. Inclusive entre esses pontos foi observado o maior valor de pH medido, de 9,3 no ponto A105.

Segundo o que está descrito no Relatório Final do Subprojeto 16, seguindo informações das referências citadas, as características químicas das águas subterrâneas estão correlacionadas com a natureza geológica dos aquíferos que pertencem. A bacia do Rio Paraopeba apresenta as seguintes classes de solo: Argissolo, Cambissolo, Latossolo e Neossolo Litólico Segundo descrito no Relatório Final do Subprojeto 16, na bacia do rio Paraopeba predomina o sistema aquífero fissurado-cárstico. Esse sistema é o de maior expressão superficial na bacia e agrega as unidades constituídas por intercalações de rochas pelíticas e carbonáticas representadas por margas, siltitos e ardósias com níveis de calcário ou dolomito. Em decorrência da constituição litológica e da diferenciação estrutural, exibem aspectos hidráulicos contrastantes e variáveis desde aquíferos fissurados a aquíferos cársticos, passando por características intermediárias aos dois sistemas. Nesse tipo de sistema, as fontes de recarga correspondem à infiltração direta de água da chuva, em áreas de afloramento, ou de água superficial através de drenagens estruturalmente controladas e ainda à drenagem dos sistemas granulares sobrejacentes. O aporte de água superficial nas planícies de inundação dos principais cursos d'água, em períodos de cheia, deve também ser considerado.

Os valores de turbidez medidos variaram consideravelmente, destacando-se os pontos A041, A079, A075, A071 e A134. Esses valores podem indicar uma profundidade menor dos poços, de forma a serem mais influenciados pelo aporte de material particulado mais fino presente em camadas menos profundas do solo. Os pontos A079, A075 e A071 destacam-se dos demais devido aos valores altos (133, 104 e 104 NTU respectivamente).

O parâmetro potencial redox mostrou na grande maioria dos pontos potenciais oxidantes, com destaque para o ponto A102, com um valor discrepante dos demais (790 mV). Quatro pontos apresentaram potencial redox redutor, A054, A075, A105 e A134. Potencial

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

redox redutor pode indicar que os poços são mais profundos ou que estariam impactados por matéria orgânica.

O Oxigênio Dissolvido variou de 1,0 a 6,8 mg/L. O ponto A099 destaca-se dos demais próximos a ele, por apresentar valor mais baixo (1,2 mg/L). Esse mesmo ponto também apresentou turbidez um pouco mais elevada (24,4 NTU) que os pontos próximos. Essas duas condições podem indicar um impacto por percolação de água superficial.

Os valores de pH estiveram, em geral, entre 5,5 e 8,0. O ponto A105 destaca-se pelo alto valor observado, de 9,3. A ocorrência de valores acima de 7 é observada principalmente a partir do ponto A103; uma hipótese para esses valores básicos seria a dissolução de minerais carbonatados, conforme item 1.

Finalmente, as temperaturas da água e do ar variaram nas faixas de 21,9-30,9 °C e 22,0-36,0 °C, respectivamente.

5.2. ANÁLISE DE COMPOSTOS NÃO-VOLÁTEIS COM O SISTEMA UHPLC-SPE-*ON-LINE*-MS/MS

5.2.1. Otimização das Condições de Preparo de Amostras, Extração em Fase Sólida, Separação Cromatográfica e Espectrometria de Massas

A etapa de filtração antes da análise de amostras complexas é praticamente obrigatória para evitar o entupimento das colunas de UHPLC. Existem vários materiais de filtração disponíveis para filtração de amostra e os mais comuns são o difluoreto de polivinilideno (PVDF), politetrafluoroeteno (PTFE), nylon, celulose regenerada (RC) e polipropileno (PP). O invólucro do filtro de seringa é frequentemente feito de PP, mas outros polímeros podem ser usados e algumas marcas de filtro de seringa também usam uma membrana de pré-filtração. Portanto, durante a filtração, os analitos podem entrar em contato com diferentes polímeros. Os analitos podem se ligar a alguns grupos dos polímeros por interação secundária, tais como eletrostática, ligação de hidrogênio ou interações hidrofóbicas. As variações do sinal devido às perdas podem ser facilmente reduzidas usando padrões internos, entretanto esta abordagem não tem efeito sobre a queda do sinal e também acaba acarretando o encarecimento do método devido à aquisição de padrões isotopicamente marcados. Na otimização foram avaliados filtros

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

com membranas de PVDF, PTFE, nylon e celulose regenerada. Um resultado expressivo da diferença das perdas de analitos por membranas filtrantes é apresentado na Figura 9A, para o propanil, alaclor e malation. Em geral, os analitos demonstraram forte afinidade por uma ou outra membrana e, por isso, a membrana de PVDF foi escolhida para o Método 1 e a de PTFE para o Método 2. A escolha do material de membrana correto para evitar a adsorção é o primeiro passo; no entanto, quando o objetivo é um método multianalito, espera-se que alguns compostos demonstrem forte afinidade para os polímeros da membrana. Além do material adequado foram avaliadas as estratégias de saturar os pontos de ligação no Método 1 e neutralizar alguns grupos com solventes no Método 2. O efeito da saturação foi importante para melhorar a recuperação de alguns analitos, como propanil e aldicarb sulfona, conforme demonstrado na Figura 9B. O uso de solvente (acetonitrila) para quebrar as ligações dos analitos-polímero apresenta algumas limitações para SPE *on-line* devido ao alargamento da banda cromatográfica, especialmente quando grandes volumes de amostra são injetados. Porém, o pré-condicionamento da membrana filtrante e adição na amostra no Método 2 foi fundamental para reduzir as perdas de clorpirifós e pendimetalina. Como as estratégias de saturação e condicionamento da membrana e adição na amostra são fáceis e rápidas, ambas foram escolhidas para o desenvolvimento dos métodos.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 71

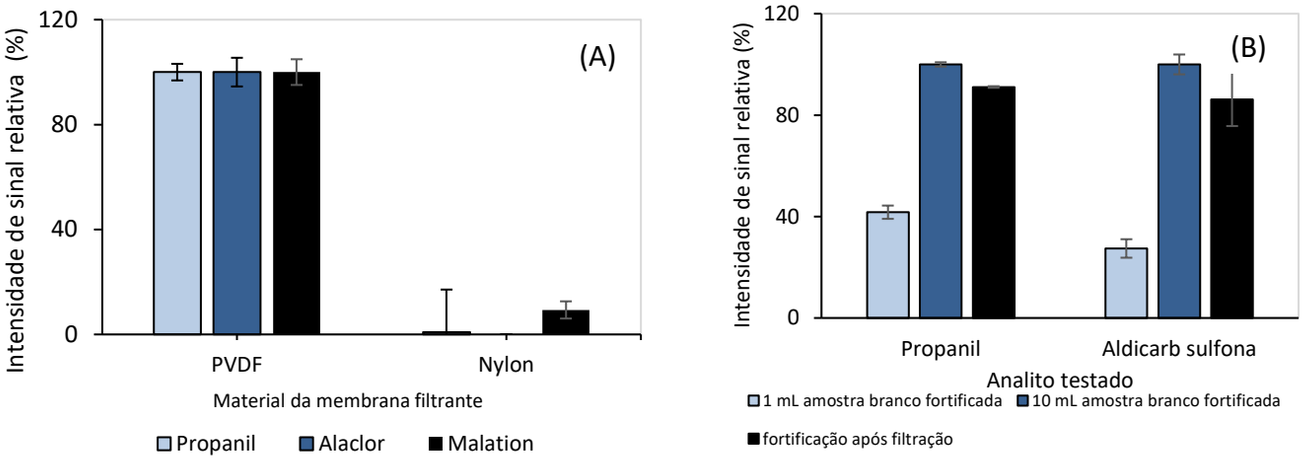


Figura 9- Efeito do tipo de material da membrana filtrante (A) e saturação do filtro (B) na recuperação relativa de alguns analitos de interesse. Para a saturação, 10 mL de amostra branco foram fortificados e filtrados, sendo os primeiros 9 mL dispensados e o último mililitro recuperado em *vial* e posteriormente analisado. Barras de erro representam o coeficiente de variação (n = 3)

O segundo ponto de otimização referiu-se às condições cromatográficas e de extração em fase sólida (SPE). O uso de SPE acoplado em linha ao UHPLC-MS/MS pode trazer a possibilidade de injeção de grandes volumes de amostra, pré-concentração e limpeza simultâneas, redução de etapas e fontes de variação e separação multidimensional. Injetar volumes maiores de amostra pode aumentar o sinal obtido, como foi observado para alguns analitos, como no exemplo do metolacloro (Figura 10A). No entanto, se o composto não demonstrar retenção suficiente, pode ocorrer alargamento excessivo da banda e/ou perdas na saída da coluna SPE, como observados para bentazona e aldicarb sulfona. Outro ponto é que quanto maior o volume de injeção, maior a quantidade de interferentes e a possibilidade de efeito de matriz. A combinação desses efeitos foi claramente observada para vários analitos de interesse e neste relatório exemplificada com os sinais da bentazona e do aldicarb sulfona (Figura 10B e C). Assim, um volume de amostra intermediário de 125 µL foi considerado adequado para os treze analitos monitorados pelo Método 1 e 25 µL foi o máximo injetado no Método 2 sem que houvesse uma distorção muito elevada dos picos cromatográficos.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

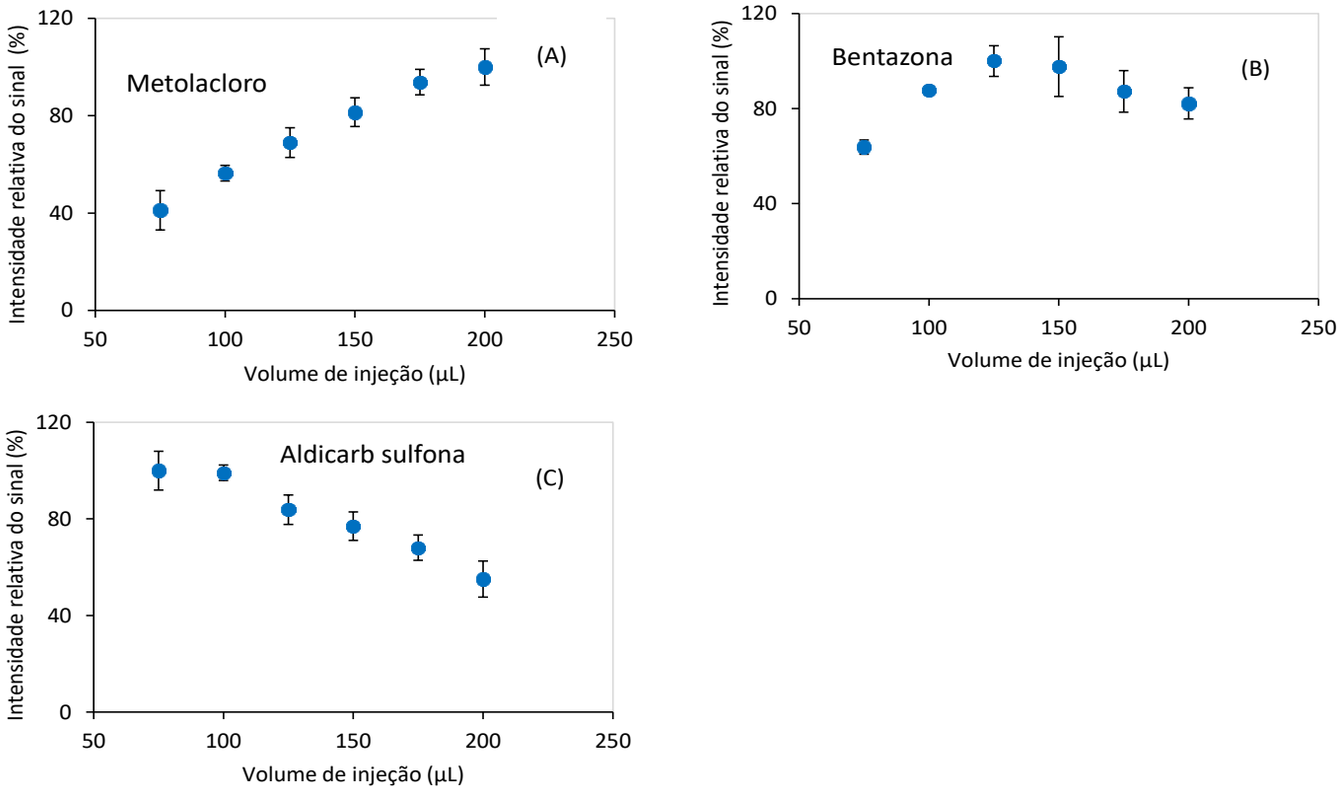


Figura 10- Efeito do volume de injeção de água subterrânea no sinal de metolacloro (A), bentazona (B) e aldicarb sulfona (C). Barras de erro representam o coeficiente de variação (n = 3)

O módulo de SPE-*on-line* foi acoplado ao UHPLC na configuração de *backflush* para reduzir o alargamento de banda associado ao grande volume de injeção. Após a injeção da amostra, as válvulas do gerenciador de coluna foram mantidas em uma configuração de limpeza para direcionar o interferente para o descarte (posição de *clean-up*). Tempos de limpeza mais longos são preferíveis para remover os potenciais interferentes da coluna de SPE, porém, a medida que o fluxo move os interferentes da coluna de SPE, mais as bandas de analitos se alargam. Até mesmo perdas dos analitos pelo descarte podem ocorrer se o tempo de limpeza for excessivamente longo. Os benefícios e desvantagens de aumentar o tempo de limpeza são ilustrados na Figura 11 para aldicarb sulfona e bentazona.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

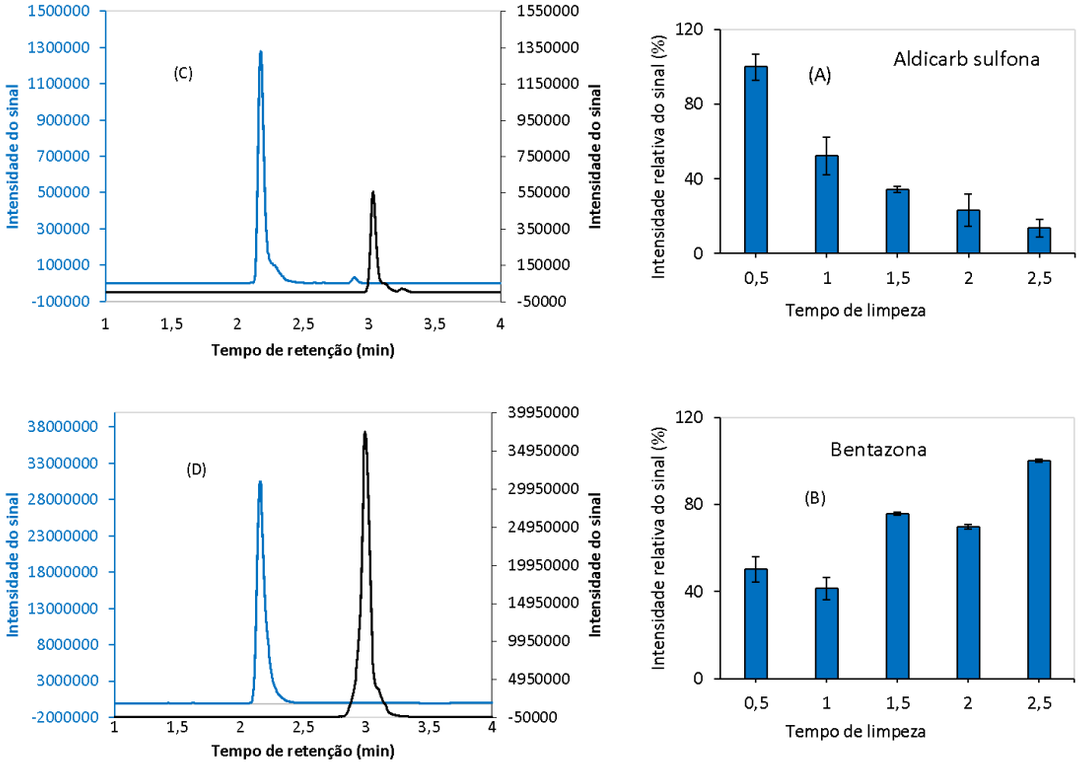


Figura 11- Efeito do tempo de limpeza na intensidade do sinal de (A) aldicarb sulfona e (B) bentazona. Cromatogramas de (C) aldicarb sulfona e (D) bentazona usando 1,5 min (azul) e 2,5 min (preto) de limpeza. Barras de erro representam o coeficiente de variação (n=3)

O sinal do aldicarb sulfona foi reduzido em mais de 50 % quando a limpeza foi aumentada de 1,5 para 2,5 min, enquanto o sinal de bentazona foi aumentado em aproximadamente 25 %. O aldicarb-sulfona foi parcialmente perdido durante a limpeza, enquanto uma possível redução no efeito da matriz aumentou o sinal da bentazona.

Para o propósito dos métodos desenvolvidos, foram estabelecidos os tempos de limpeza de 1,5 min e 1,0 min para os Métodos 1 e 2, respectivamente. Esses tempos contemplaram de forma suficiente a remoção de interferentes sem um alargamento de banda excessivo. A diferença dos tempos entre os métodos se justifica pelo fato de que no Método 2 o conteúdo de solvente orgânico na amostra injetada já provoca um alargamento inicial considerável. O efeito de matriz provavelmente é o maior motivo pelo qual a espectrometria de massas ainda é dependente das técnicas de preparo da amostra e de separação. A supressão de íons e a variabilidade no sinal é um problema difícil e frequente encontrado em análises de amostras complexas. As fontes desses problemas estão associadas a interferentes que diminuem o

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 74

rendimento dos íons livres formados na fase gasosa. Algumas classes de compostos podem reduzir a eficiência de ionização como os fosfolipídios de membrana. A água subterrânea é menos complexa em compostos orgânicos em comparação com a água superficial; entretanto, substâncias inorgânicas dissolvidas como carbonatos, cloreto, sódio, cálcio, magnésio e outros íons mono e divalentes são frequentemente encontrados e em alto nível de concentração (muitos ppm). Íons di e trivalentes são conhecidos por formarem adutos monoméricos e diméricos. Essa formação pode alterar tanto o espectro do íon precursor como a intensidade dos íons formados. Foi observado que a variação na composição das águas subterrâneas fazia com que a intensidade do sinal dos analitos variasse fortemente (Figura 12). Uma estratégia bastante empregada para resolver as flutuações do sinal frente ao efeito de matriz é o uso de padrões internos isotopicamente marcados. Essa estratégia, apesar de muito eficiente, encarece o método e o torna mais complexo e laborioso. A estratégia inovadora desenvolvida no projeto foi empregar uma mistura de agentes complexantes (cloridrato de hidroxilamina e ácido cítrico) adicionados antes da filtração. Para a ampla maioria dos analitos essa estratégia elevou a intensidade do sinal obtido (Figura 12A) e, além disso, reduziu fortemente a variação do sinal para as diferentes amostras de água subterrânea (Figura 12B).

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

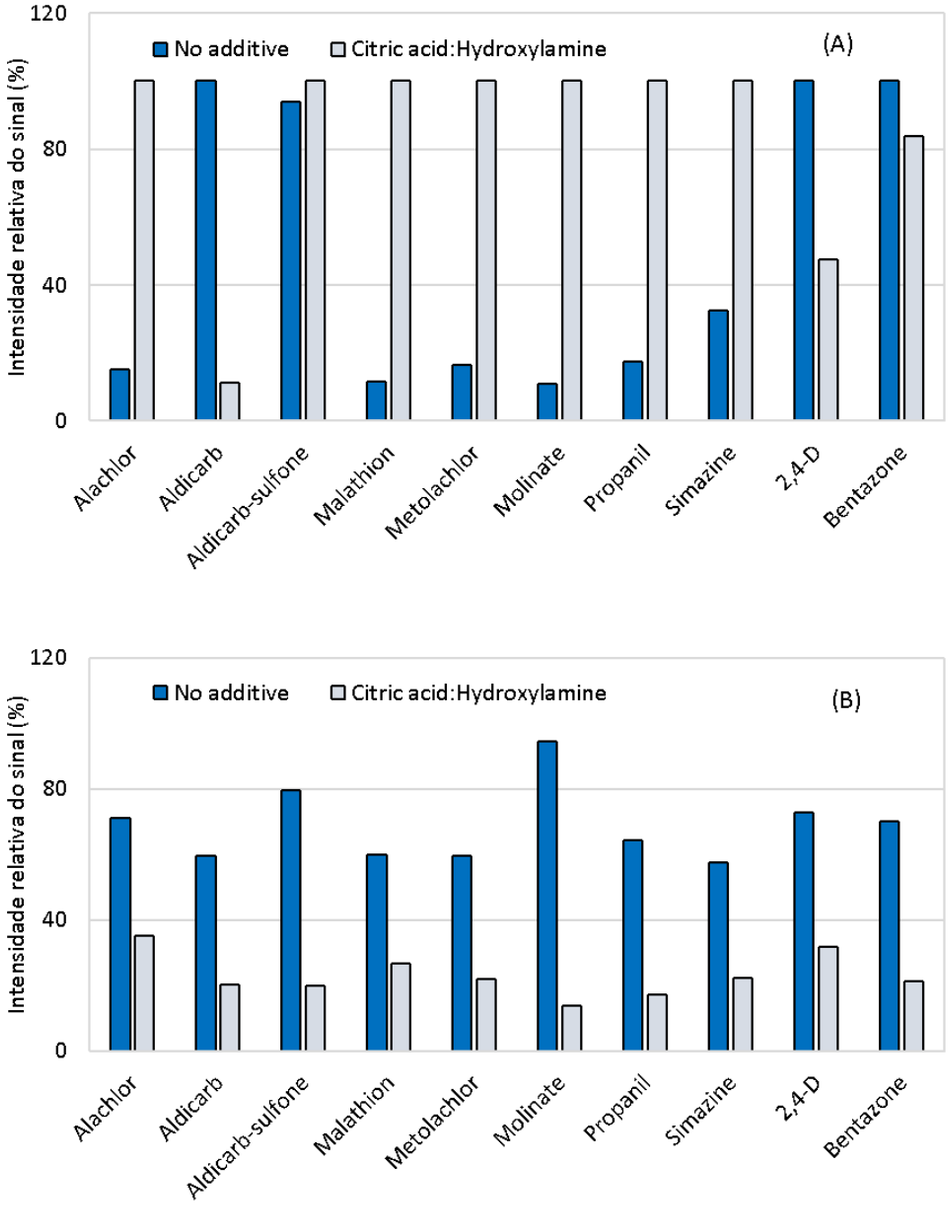


Figura 12- Intensidade do sinal médio para 5 diferentes amostras de água subterrânea fortificadas (A). Coeficiente de variação do sinal para 5 diferentes amostras de água subterrânea fortificada (B)

Empregando a estratégia de adicionar os complexantes às amostras chegou-se a dois métodos que foram validados sem a necessidade de um único padrão interno. Esses compostos complexam com os cátions presentes em solução, evitando a interferência dos mesmos junto aos analitos-alvo. Vale destacar a grande dificuldade de encontrar um compromisso das condições instrumentais em métodos multianalitos, ou ainda uma configuração específica dedicada aos compostos mais problemáticos para atingir a sensibilidade e precisão necessárias.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Os analitos cujos métodos foram validados apresentam diferentes propriedades físico-químicas, como acidez, basicidade e solubilidade em água (Tabela VIa do Anexo VI). Apesar desses desafios, as condições finais otimizadas demonstraram-se adequadas como pode ser observado nos resultados de validação e incerteza apresentados a seguir.

5.2.2. Validação dos Métodos Desenvolvidos para Determinação de Compostos Não-Voláteis com o Sistema UHPLC-SPE-*ON-LINE*-MS/MS

Como já mencionado, os métodos desenvolvidos foram validados seguindo o PS-005 do sistema de gestão da qualidade do CRA. Os parâmetros de validação estão especificados na Tabela 14. Os 16 NVOCs analisados foram validados, atingindo todos os critérios de aceitação para validação. O método por UHPLC-SPE-*ON-LINE*-MS/MS se mostrou operacionalmente bastante simples consistindo resumidamente de centrifugação, adição de complexante, filtração e injeção no equipamento analítico. Essa eficiência se refletiu nos resultados dos parâmetros de validação avaliados e comprovou que o método é adequado ao seu uso. Corroborando com a validação, o cálculo das incertezas percentuais associadas a cada analito também se mostrou equiparável aos métodos quantitativos para determinação de analitos em concentração traço (partes por trilhão ou inferior) presentes em amostras complexas (Tabela 15).

Tabela 14- Resultados dos parâmetros de validação avaliados para os Métodos 1 e 2 por UHPLC-MS MS

Analito	**Parâmetro**						
	Linearidade ($R^2 \geq 0,90$)	**Efeito Matriz**	**Recuperação (80-120 %)**	**Repetibilidade (razão de *Horwitz* < 2,0)**	**Precisão Intermediária (razão de *Horwitz* < 2,0)**	**LQ (µg/L)**	**LD (µg/L)**
2,4-D	0,9963	sim	96 - 98	0,02 - 0,04	0,03 - 0,05	0,2533	0,0573
alaclor	0,9945	sim	99 - 104	0,04 - 0,06	0,03 - 0,05	0,0303	0,0069
aldicarb	0,9795	não	92 - 111	0,08 - 0,24	0,18 - 0,31	1,3084	0,2960
aldicarb sulfona	0,9601	sim	94 - 99	0,15 - 0,26	0,20 - 0,28	1,8149	0,4105
atrazina	0,9995	sim	102 - 104	0,01 - 0,02	0,05 - 0,09	0,1643	0,0372
bentazona	0,9980	sim	98 - 99	0,04 - 0,06	0,05 - 0,07	2,7072	0,6124
carbofuran	0,9968	sim	97 - 99	0,03 - 0,07	0,28 - 0,33	3,1649	0,7159
malation	0,9837	sim	96 - 104	0,07 - 0,09	0,08 - 0,15	0,1843	0,8146
matolacloro	0,9992	sim	90 - 105	0,01 - 0,03	0,03 - 0,05	0,0228	0,0051
molinato	0,9944	sim	104 - 107	0,04 - 0,09	0,07 - 0,10	1,0525	0,2381
pentaclorofenol	0,9964	não	99 - 104	0,03 - 0,10	0,07 - 0,12	0,5609	0,1269
propanil	0,9889	sim	107 - 120	0,06 - 0,17	0,17 - 0,61	6,2456	1,4128
simazina	0,9982	sim	103-108	0,02 - 0,03	0,05 - 0,12	0,1750	0,0396
aldicarb sulfóxido	0,9832	não	96 - 118	0,08 – 0,34	0,14 – 0,28		0,3165
pendimetalina	0,9918	não	101 - 118	0,06 – 0,18	0,05 – 0,15	0,035	0,008
clorpirifós	0,9967	sim	99 - 103	0,07 – 0,11	0,08 – 0,14	0,3520	0,0796

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 15- Incerteza percentual e fator de abrangência (k) para os NVOCs validados

Analito	Incerteza expandida percentual (%)	k (a = 0,05)
2,4 D	4,7	2,57
alaclor	6,8	2,78
aldicarb	24,1	2,78
aldicarb sulfona	23,5	2,78
aldicarb sulfóxido	20,5	2,23
atrazina	11,2	2,78
bentazona	20,1	2,57
carbofuran	30,7	2,78
clorpirifós	10,2	2,23
malation	10,6	2,78
metolacloro	6,5	2,78
molinato	9,6	2,57
pendimetalina	13,0	2,23
pentaclorofenol	10,5	2,78
propanil	25,1	2,57
simazina	9,4	2,78

5.2.3. Aplicação dos Métodos Validados para Determinação de Compostos Não-Voláteis com o Sistema UHPLC-SPE-*ON-LINE*-MS/MS em amostras de água subterrânea

Após a validação, os métodos foram aplicados para análise das 52 amostras de água subterrânea. Os resultados dessas análises são apresentados nas tabelas (Tabela 16, Tabela 17 e Tabela 18). Os gráficos das Figuras mostram as amostras dispostas de forma georreferenciada na sequência em que aparecem ao longo da calha do Rio Paraopeba. Essa disposição, e os códigos utilizados, são os mesmos utilizados pelos Subprojeto 10 e 16.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 78

Tabela 16- Concentrações dos NVOCs 2,4-D, alaclor, aldicarb, aldicarb sulfona, aldicarb sulfóxido e atrazina em ,água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão consistentes com as incertezas expandidas.

Posição calha	Ponto coleta	2,4-D	alaclor	aldicarb	aldicarb sulfona	aldicarb sulfóxido	atrazina
		Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)
5	A020	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
7	A037	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
8	A025	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
9	A024	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
10	A041	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
11	A022	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
13	A006	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
14	A019	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
15	A018	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
16	A021	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
17	A086	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
18	A017	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
20	A098	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
22	A083	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
23	A099	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
24	A100	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
25	A005	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
26	A101	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
27	A102	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
30	A031	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
31	A029	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
32	A078	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
33	A053	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
34	A079	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
35	A054	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
36	A080	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
38	A033	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
39	A034	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
40	A048	< LQ	0,0358	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
42	A036	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
43	A118	< LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
44	A049	< LQ	0,0362	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
46	A050	< LQ	0,0368	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
47	A119	< LQ	0,0359	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
49	A061	< LQ	0,0366	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
50	A059	< LQ	0,0365	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
52	A120	< LQ	0,0369	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
53	A070	< LQ	0,0359	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
56	A042	< LQ	0,0360	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
58	A077	< LQ	0,0358	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
59	A074	< LQ	0,0358	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
60	A075	< LQ	0,0362	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
61	A071	< LQ	0,0363	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
62	A103	< LQ	0,0360	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
63	A105	< LQ	0,0364	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
65	A130	< LQ	0,0364	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
68	A108	< LQ	0,0358	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
69	A106	< LQ	0,0362	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
71	A134	< LQ	0,0368	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
72	A110	< LQ	0,0367	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
73	A109	< LQ	0,0361	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
75	A111	< LQ	0,0364	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
VMP		**2**	**0,1**	**3**	**3**	**3**	**0,5**

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 17- Concentrações dos NVOCs bentazona, carbofuran, clorpirifós, malation e metacloro em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão consistentes com as incertezas expandidas.

Posição calha	Ponto coleta	bentazona	carbofuran	clorpirifós	malation	metolacloro
		Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)
5	A020	<LQ	<LQ	0,812	0,270	<LQ
7	A037	<LQ	<LQ	0,806	0,270	<LQ
8	A025	<LQ	<LQ	0,812	<LQ	<LQ
9	A024	<LQ	<LQ	0,803	0,269	<LQ
10	A041	<LQ	<LQ	0,825	0,269	<LQ
11	A022	<LQ	<LQ	0,806	0,270	<LQ
13	A006	<LQ	<LQ	0,807	0,270	<LQ
14	A019	<LQ	<LQ	0,807	0,269	<LQ
15	A018	<LQ	<LQ	0,810	<LQ	<LQ
16	A021	<LQ	<LQ	0,799	0,269	<LQ
17	A086	<LQ	<LQ	0,804	0,270	<LQ
18	A017	<LQ	<LQ	0,807	0,269	<LQ
20	A098	<LQ	<LQ	0,806	0,270	<LQ
22	A083	<LQ	<LQ	0,806	0,270	<LQ
23	A099	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
24	A100	<LQ	<LQ	0,800	0,270	<LQ
25	A005	<LQ	<LQ	0,809	0,270	<LQ
26	A101	<LQ	<LQ	0,802	0,270	<LQ
27	A102	<LQ	<LQ	0,809	0,269	<LQ
30	A031	<LQ	<LQ	0,806	0,269	<LQ
31	A029	<LQ	<LQ	0,812	<LQ	<LQ
32	A078	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
33	A053	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
34	A079	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
35	A054	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
36	A080	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
38	A033	<LQ	<LQ	0,808	0,269	<LQ
39	A034	<LQ	<LQ	0,804	0,270	<LQ
40	A048	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
42	A036	<LQ	<LQ	0,806	<LQ	<LQ
43	A118	<LQ	<LQ	0,807	0,269	<LQ
44	A049	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
46	A050	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
47	A119	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
49	A061	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
50	A059	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
52	A120	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
53	A070	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
56	A042	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
58	A077	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
59	A074	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
60	A075	<LQ	<LQ	0,357	<LQ	<LQ
61	A071	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
62	A103	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
63	A105	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
65	A130	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
68	A108	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
69	A106	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
71	A134	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
72	A110	<LQ	<LQ	0,395	<LQ	<LQ
73	A109	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
75	A111	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
VMP		**30**	**5**	**2**	**2**	**0,1**

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 18- Concentrações dos NVOCs molinato, pendimetalina, pentaclorofenol, propanil e simazina em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão consistentes com as incertezas expandidas.

Posição calha	Ponto coleta	molinato	pendimetalina	pentaclorofenol	propanil	simazina
		Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)
5	A020	<LQ	0,0356	0,682	<LQ	<LQ
7	A037	<LQ	0,0356	0,678	<LQ	<LQ
8	A025	<LQ	<LQ	0,681	<LQ	<LQ
9	A024	<LQ	0,0358	0,681	<LQ	<LQ
10	A041	<LQ	0,0357	0,679	<LQ	<LQ
11	A022	<LQ	0,0356	0,682	<LQ	<LQ
13	A006	<LQ	0,0357	0,686	<LQ	<LQ
14	A019	<LQ	0,0355	0,681	<LQ	<LQ
15	A018	<LQ	0,0356	0,676	<LQ	<LQ
16	A021	1,52	0,0357	0,694	<LQ	<LQ
17	A086	<LQ	0,0357	0,684	<LQ	<LQ
18	A017	<LQ	0,0356	0,689	<LQ	<LQ
20	A098	<LQ	0,0358	0,684	<LQ	<LQ
22	A083	<LQ	<LQ	0,684	<LQ	<LQ
23	A099	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
24	A100	<LQ	0,0356	0,684	<LQ	<LQ
25	A005	<LQ	0,0356	0,683	<LQ	<LQ
26	A101	<LQ	<LQ	0,677	<LQ	<LQ
27	A102	<LQ	0,0357	0,686	<LQ	<LQ
30	A031	<LQ	0,0357	0,700	<LQ	<LQ
31	A029	<LQ	0,0356	0,686	<LQ	<LQ
32	A078	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
33	A053	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
34	A079	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
35	A054	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
36	A080	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
38	A033	<LQ	0,0355	0,682	<LQ	<LQ
39	A034	<LQ	0,0357	<LQ	<LQ	<LQ
40	A048	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
42	A036	<LQ	0,0356	<LQ	<LQ	<LQ
43	A118	<LQ	0,0357	0,681	<LQ	<LQ
44	A049	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	0,200
46	A050	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	0,205
47	A119	1,53	<LQ	<LQ	<LQ	0,204
49	A061	1,53	<LQ	<LQ	<LQ	0,204
50	A059	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	0,200
52	A120	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	0,201
53	A070	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	0,199
56	A042	1,53	<LQ	<LQ	<LQ	0,199
58	A077	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	0,201
59	A074	1,53	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
60	A075	1,53	<LQ	<LQ	<LQ	0,201
61	A071	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	0,199
62	A103	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	0,205
63	A105	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
65	A130	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
68	A108	1,53	<LQ	<LQ	<LQ	0,200
69	A106	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	0,203
71	A134	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	0,200
72	A110	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
73	A109	1,52	<LQ	<LQ	<LQ	0,205
75	A111	1,54	<LQ	<LQ	<LQ	0,200
VMP		**5**	**0,1**	**2**	**10**	**1**

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Como pode ser observado nessas tabelas, muitos analitos apresentaram concentrações abaixo do limite de quantificação (LQ). Para os poucos que apresentaram concentração acima do LQ como o alaclor, clorpirifós, molinato, pentaclorofenol, pendimetalina e simazina, as concentrações determinadas ficaram abaixo dos valores máximos permitidos (VMP) e, portanto, menores do que os valores estipulados pelo limite de decisão (LDC). Dessa forma, para esses analitos, pode-se afirmar com segurança que as águas analisadas se encontram dentro dos valores de qualidade preconizados pela Resolução CONAMA 396/08, ou seja, são amostras conformes.

As figuras (Figura 13, Figura 14, Figura 15 e Figura 16), representadas abaixo, apresentam os resultados das tabelas (Tabela 16,Tabela 17 e Tabela 18), na forma de gráficos. Os pontos de amostragem representam a localização dos pontos na sequência em que foram coletados ao longo da calha do Rio Paraopeba como referencial. Os analitos que apresentaram concentrações abaixo do LQ para todos os pontos de coleta, não serão apresentados nas figuras a seguir.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

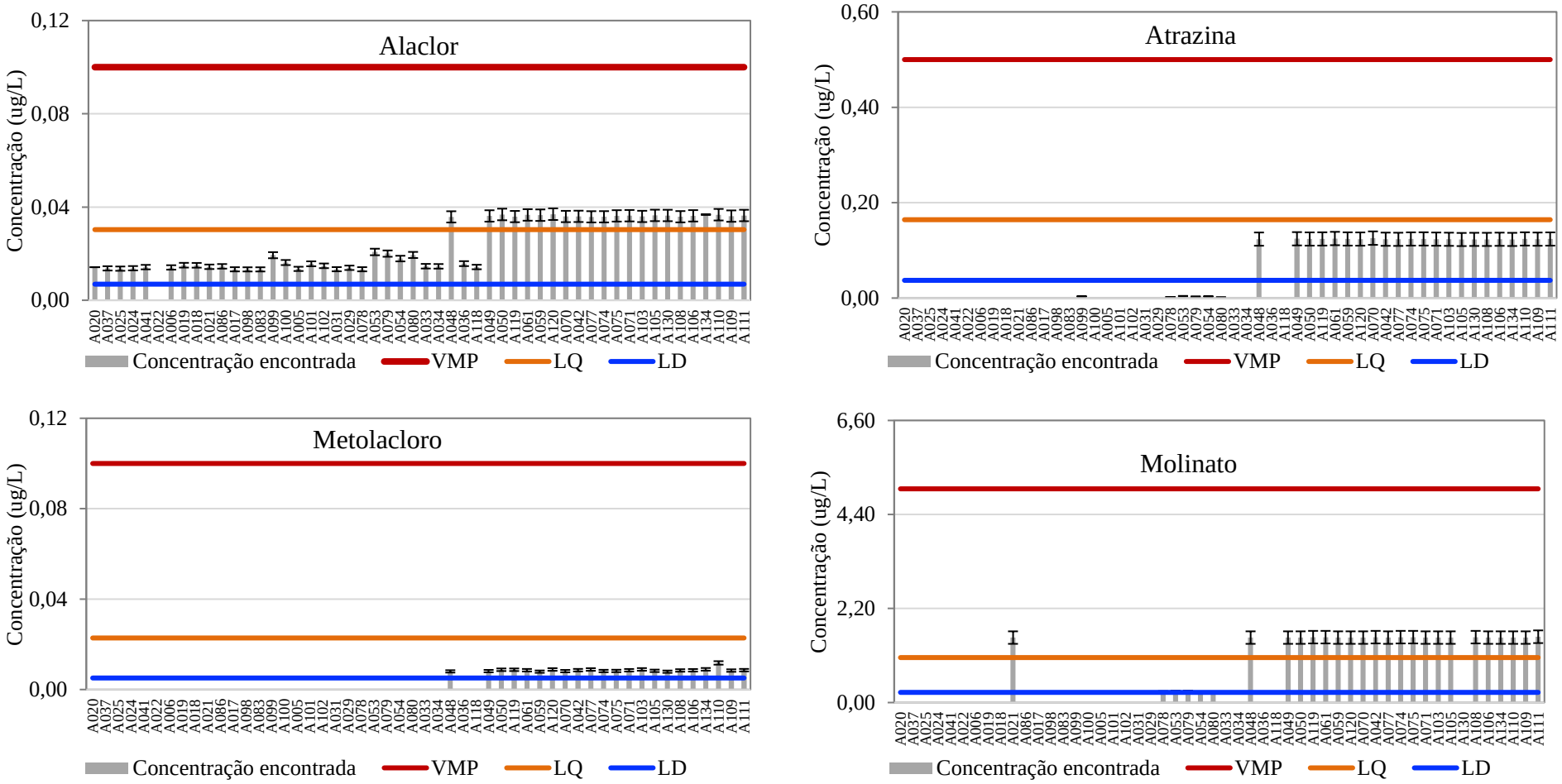


Figura 13- Concentrações determinadas dos analitos alaclor, atrazina, metalocloro e molinato nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

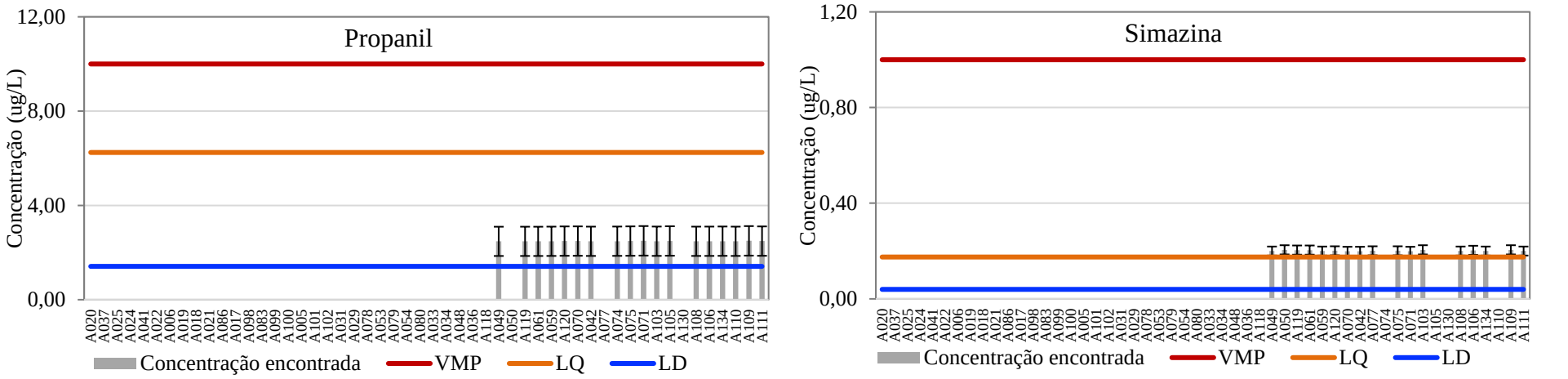


Figura 14- Concentrações determinadas dos analitos propanil e simazina nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico

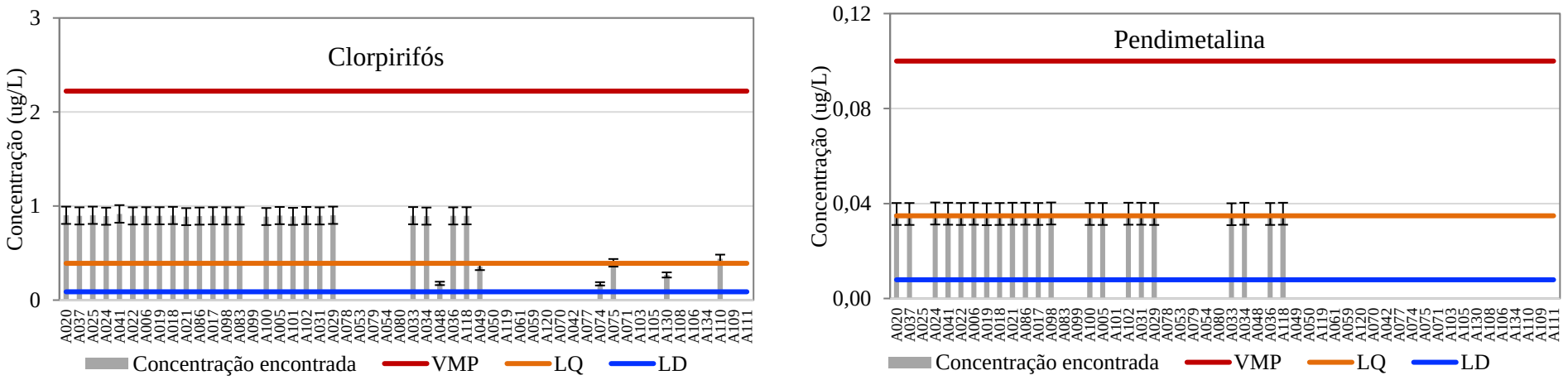
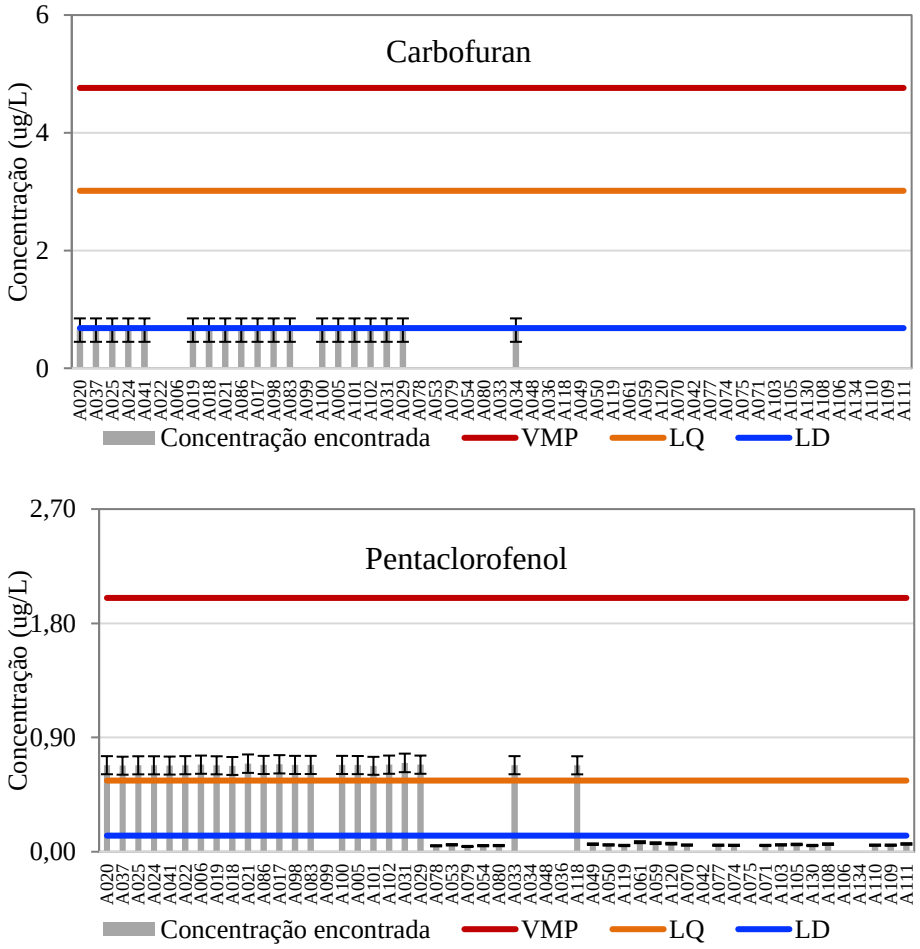


Figura 15- Concentrações determinadas dos analitos Clorpirifós e Pendimetalina nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25



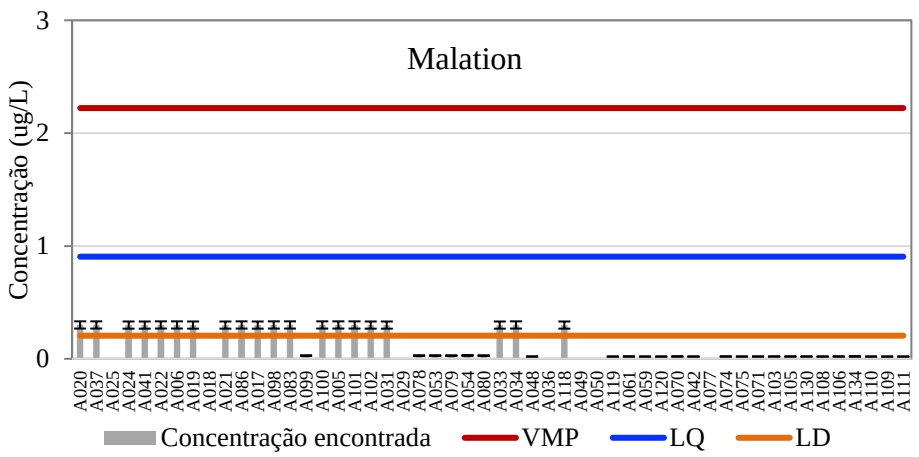


Figura 16- Concentrações determinadas dos analitos carbofuran, malation e pentaclorofenol nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

É possível observar nos gráficos que há localizações geográficas que apresentaram sinais detectáveis dos mesmos produtos. Por exemplos, os pontos amostrais A021, A079, A048, A050 até A106, A109 e A111 foram os que apresentaram sinais detectáveis do maior número de agrotóxicos: Alaclor, Atrazina, Metalocloro, Molinato e Propanil e Simazina, todos herbicidas.

Embora sejam importantes informações sobre a hidrogeoquímica de toda a área, esses achados sugerem que há mais de um produto sendo utilizado como herbicida nas mesmas áreas e que pode estar acontecendo a percolação desses compostos para a água subterrânea. O clorpirifós (inseticida) e a pentametalina (pesticida) também apresentaram perfil de distribuição geográfica muito semelhante. O carbofuran (inseticida), o malation (inseticida) e pentaclorofenol (inseticida, fungicida), idem aos casos anteriores.

A utilização de coquetéis de substâncias ou a alternação de diferentes tipos de agrotóxicos para a garantia da eficiência que se deseja na agricultura é algo já conhecido e isso explica os achados de mais de um tipo dessas substâncias nos mesmos locais. Os compostos analisados são, em sua maioria, pesticidas ou herbicidas com elevada toxicidade (Tabela VIb do Anexo VI) e encontrá-los em concentrações seguras é fundamental para a saúde das pessoas e animais que consomem as águas analisadas, assim como para o uso dessas águas para irrigação e dessedentação animal.

Embora nenhuma violação dos valores de legislação tenha sido encontrada, a presença conclusiva de alguns dos compostos determinados aponta para a importância do monitoramento de águas subterrâneas, principalmente porque a utilização dessa água, até mesmo para consumo humano, aumentou após o rompimento da Barragem do Córrego do Feijão em Brumadinho.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

5.3. ANÁLISE DE COMPOSTOS SEMIVOLÁTEIS (SVOCS) COM A TÉCNICA GC-MS/MS

5.3.1. Validação do Procedimento Analítico

A Tabela 19 apresenta para cada analito, e os seus respectivos padrões internos, o tempo de retenção, os íons precursores, e os respectivos íons produtos utilizados na identificação dos SVOCs.

Tabela 19- Tempo de retenção (TR), íons precursores, íons produtos, tempo da reação, e voltagem (CE) aplicada para cada analito, e padrões internos no modo de aquisição MRM do espectrômetro de massas

TR (min)	Analito	Íon Precursor	MS1 Resolução	Íon Produto	MS2 Resolução	*Dwell* (ms)	CE (V)
11,28	hexaclorobenzeno	283,8	*Wide*	213,9	*Wide*	10	30
		283,8	*Wide*	248,8	*Wide*	10	15
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
11,82	lindano	218,9	*Wide*	183,1	*Wide*	10	5
		181	*Wide*	145	*Wide*	10	15
		216,9	*Wide*	181	*Wide*	10	5
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
12,12	clorotalonil	265,9	*Wide*	133,9	*Wide*	10	45
		265,9	*Wide*	230,9	*Wide*	10	20
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
12,77	heptacloro	273,7	*Wide*	238,9	*Wide*	10	15
		271,7	*Wide*	236,9	*Wide*	10	15
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
12,96	PCB28	258	*Wide*	186	*Wide*	10	25
		256	*Wide*	186	*Wide*	10	25
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
13,61	PCB52	255	*Wide*	220	*Wide*	10	10
		289,9	*Wide*	219,9	*Wide*	10	25
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
14,20	aldrin	262,9	*Wide*	192,9	*Wide*	10	35
		254,9	*Wide*	220	*Wide*	10	20
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
14,73	heptacloro-epoxido	354,8	*Wide*	264,9	*Wide*	10	15
		352,8	*Wide*	262,9	*Wide*	10	15
		262,9	*Wide*	193,8	*Wide*	10	35

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

TR (min)	Analito	Íon Precursor	MS1 Resolução	Íon Produto	MS2 Resolução	*Dwell* (ms)	CE (V)
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
15,17	*trans*-clordano	271,7	*Wide*	236,8	*Wide*	10	15
		372,8	*Wide*	265,8	*Wide*	10	15
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
15,22	PCB101	325,9	*Wide*	255,9	*Wide*	10	30
		253,9	*Wide*	184	*Wide*	10	35
		325,9	*Wide*	253,9	*Wide*	10	30
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
15,44	*cis*-clordano	372,8	*Wide*	265,9	*Wide*	10	25
		271,8	*Wide*	236,9	*Wide*	10	30
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
15,44	endosulfan i	194,9	*Wide*	160	*Wide*	10	5
		194,9	*Wide*	159	*Wide*	10	5
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
15,72	DDE	317,8	*Wide*	246	*Wide*	10	15
		315,8	*Wide*	246	*Wide*	10	15
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
16,33	PCB118	325,9	*Wide*	255,9	*Wide*	10	30
		325,9	*Wide*	253,9	*Wide*	10	30
12,13	fenantreno-d10 (padrão interno)	188,2	*Wide*	136	*Wide*	10	40
		188,2	*Wide*	160,1	*Wide*	10	30
		184,1	*Wide*	156	*Wide*	10	30
16,34	metoxicloro	227	*Wide*	141,1	*Wide*	10	40
		227	*Wide*	169,1	*Wide*	10	25
18,08	criseno-d12 (padrão interno)	240,2	*Wide*	236,2	*Wide*	10	35
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		236,1	*Wide*	232,1	*Wide*	10	40
16,45	DDD	237	*Wide*	165,1	*Wide*	10	25
		165,1	*Wide*	115	*Wide*	10	35
18,08	criseno-d12 (padrão interno)	240,2	*Wide*	236,2	*Wide*	10	35
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		236,1	*Wide*	232,1	*Wide*	10	40
16,45	DDT	237	*Wide*	165,2	*Wide*	10	20
		235	*Wide*	165,2	*Wide*	10	20
18,08	criseno-d12 (padrão interno)	240,2	*Wide*	236,2	*Wide*	10	35
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		236,1	*Wide*	232,1	*Wide*	10	40
16,46	endosulfan ii	206,9	*Wide*	172	*Wide*	10	15
		194,9	*Wide*	158,9	*Wide*	10	10
18,08	criseno-d12	240,2	*Wide*	236,2	*Wide*	10	35
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		236,1	*Wide*	232,1	*Wide*	10	40

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

TR (min)	Analito	Íon Precursor	MS1 Resolução	Íon Produto	MS2 Resolução	*Dwell* (ms)	CE (V)
16,46	dieldrin	277	*Wide*	241	*Wide*	10	5
		262,9	*Wide*	193	*Wide*	10	35
18,08	criseno-d12	240,2	*Wide*	236,2	*Wide*	10	35
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		236,1	*Wide*	232,1	*Wide*	10	40
16,67	PCB153	359,9	*Wide*	289,9	*Wide*	10	25
		287,9	*Wide*	217,9	*Wide*	10	40
18,08	criseno-d12	240,2	*Wide*	236,2	*Wide*	10	35
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		236,1	*Wide*	232,1	*Wide*	10	40
16,46	endrin	262,8	*Wide*	193	*Wide*	10	35
		244,8	*Wide*	173	*Wide*	10	30
18,08	criseno-d12	240,2	*Wide*	236,2	*Wide*	10	35
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		236,1	*Wide*	232,1	*Wide*	10	40
17,13	PCB138	359,9	*Wide*	289,9	*Wide*	10	30
		287,9	*Wide*	217,9	*Wide*	10	40
18,08	criseno-d12	240,2	*Wide*	236,2	*Wide*	10	35
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		236,1	*Wide*	232,1	*Wide*	10	40
17,10	endosulfan sulfato	273,8	*Wide*	238,9	*Wide*	10	15
		271,9	*Wide*	237	*Wide*	10	20
18,08	criseno-d12	240,2	*Wide*	236,2	*Wide*	10	35
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		236,1	*Wide*	232,1	*Wide*	10	40
18,06	benzoantraceno	228,1	*Wide*	226,1	*Wide*	10	30
		114	*Wide*	101,1	*Wide*	10	10
18,08	criseno-d12	240,2	*Wide*	236,2	*Wide*	10	35
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		236,1	*Wide*	232,1	*Wide*	10	40
18,13	criseno	228,1	*Wide*	226,1	*Wide*	10	30
		113,1	*Wide*	112,1	*Wide*	10	10
18,08	criseno-d12	240,2	*Wide*	236,2	*Wide*	10	35
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		236,1	*Wide*	232,1	*Wide*	10	40
18,23	PCB180	393,8	*Wide*	323,8	*Wide*	10	30
		393,8	*Wide*	358,8	*Wide*	10	15
18,08	criseno-d12	240,2	*Wide*	236,2	*Wide*	10	35
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		236,1	*Wide*	232,1	*Wide*	10	40
19,49	permetrina	183,1	*Wide*	153,1	*Wide*	10	15
		183,1	*Wide*	168,1	*Wide*	10	10
18,08	criseno-d12	240,2	*Wide*	236,2	*Wide*	10	35
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		240,2	*Wide*	212,2	*Wide*	10	30
		236,1	*Wide*	232,1	*Wide*	10	40
20,17	benzofluoranteno	252,1	*Wide*	250,1	*Wide*	10	35
		126	*Wide*	113,1	*Wide*	10	10
20,89	perileno-d12	264,2	*Wide*	260,1	*Wide*	10	35
		260,1	*Wide*	256,1	*Wide*	10	40

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

		130,1	*Wide*	116,1	*Wide*	10	15
20,78	benz[a]pireno	252,1	*Wide*	250,1	*Wide*	10	35
		125	*Wide*	124,1	*Wide*	10	10
20,89	perileno-d12	264,2	*Wide*	260,1	*Wide*	10	35
		260,1	*Wide*	256,1	*Wide*	10	40
		130,1	*Wide*	116,1	*Wide*	10	15
20,78	dibenzoantraceno	278,1	*Wide*	276,1	*Wide*	10	35
		139	*Wide*	138,1	*Wide*	10	10
		125	*Wide*	124,1	*Wide*	10	10
20,89	perileno-d12	264,2	*Wide*	260,1	*Wide*	10	35
		260,1	*Wide*	256,1	*Wide*	10	40
		130,1	*Wide*	116,1	*Wide*	10	15
23,23	indeno(1,2,3)pireno	138,1	*Wide*	137,1	*Wide*	10	10
		137	*Wide*	136	*Wide*	10	15
		276,1	*Wide*	274,1	*Wide*	10	40
20,89	perileno-d12	264,2	*Wide*	260,1	*Wide*	10	35
		260,1	*Wide*	256,1	*Wide*	10	40
		130,1	*Wide*	116,1	*Wide*	10	15

A Tabela 20 mostra os parâmetros de mérito alcançados na validação do procedimento de análise dos compostos semivoláteis contemplados na resolução CONAMA 396/08.

Tabela 20- Valores obtidos para os parâmetros de validação dos SVOCs em água subterrânea

Analito	**Linearidade ($R^2 \geq 0,90$)**	**Recuperação (%)**	**Repetibilidade (razão de *Horwitz* < 2,0)**	**Precisão intermediária (razão de *Horwitz* < 2,0)**	**LQ (µg/L)**	**LD (µg/L)**
aldrin	0,8924	0 - 43	0,52-0,63	0,87-17,92	0,0884	0,0227
dieldrin	0,9196	99-104	0,06-0,16	0,11-0,19	0,0087	0,0022
endrin	0,9155	100-105	0,11-0,28	0,19-0,32	0,3290	0,0846
heptacloro	0,9485	128-134	0,09-0,11	0,12-0,29	0,0145	0,0037
heptacloro epóxido	0,8028	65-149	0,15-0,94	0,20-0,68	0,0237	0,0061
hexaclorobenzeno	0,9683	101-111	0,20-0,35	0,29-0,48	0,9435	0,2425
lindano	0,8524	64-114	0,43-1,18	0,61-1,15	5,1085	1,3132
DDD	0,9282	93-108	0,18-0,50	0,21-0,47	0,3938	0,1012
DDT	0,9293	92-109	0,17-0,58	0,20-0,52	0,4380	0,1126
DDE	0,9214	95-118	0,05-0,26	0,05-0,32	0,5203	0,1337
trans-clordano	0,9787	92-122	0,20-0,43	0,27-0,36	0,0965	0,0248
cis-clordano	0,9064	88-106	0,16-0,42	0,29-0,45	0,0281	0,0072
benzoantraceno	0,9389	98-110	0,08-0,41	0,15-0,35	0,0325	0,0073
benzopireno	0,9052	113-143	0,06-0,20	0,15-0,26	0,0692	0,0157
indeno(1,2,3)pireno	0,8316	86-117	0,18-0,46	0,23-0,38	0,0563	0,0127
criseno	0,9122	94-114	0,08-0,15	0,16-0,21	0,0439	0,0099
dibenzoantraceno	0,9051	114-143	0,07-0,22	0,18-0,26	0,0759	0,0172
benzofluoranteno	0,7718	169-214	0,13-0,47	0,21-0,50	0,2388	0,0540
PCB28	0,9208	56-110	0,23-0,49	0,27-0,57	0,0162	0,0042
PCB52	0,9112	71-88	0,10-0,41	0,12-0,37	0,0228	0,0059
PCB101	0,9287	94-102	0,13-0,45	0,11-0,46	0,0073	0,0019
PCB118	0,9578	83-96	0,14-0,42	0,14-0,34	0,0067	0,0017
PCB138	0,9588	75-102	0,07-0,43	0,08-0,34	0,0017	0,0004
PCB153	0,9573	70-99	0,07-0,50	0,11-0,37	0,0012	0,0003
PCB180	0,9023	80-97	0,08-0,62	0,12-0,57	0,0049	0,0012
clorotalonil	0,9762	97-106	0,36-0,90	0,31-0,74	17,6570	4,5389
endosulfan i	0,9694	87-99	0,19-0,73	0,45-0,61	8,4439	2,1706
endosulfan ii	0,9140	99-109	0,20-0,31	0,25-0,46	4,6919	1,2061
endosulfan sulfato	0,9416	99-108	0,15-0,21	0,21-0,31	1,7065	0,4387
metoxicloro	0,6762	74-94	0,48-0,90	0,60-1,04	28,8114	7,4062
permetrina	0,9528	102-130	0,26-0,42	0,26-0,36	11,4873	2,9529

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Dos 31 SVOCs analisados, 21 foram validados e 10 não alcançaram todos os critérios de aceitação para validação. Embora esses 10 analitos não tenham sido quantificados, uma comparação dos sinais obtidos nos cromatogramas das amostras com o sinal de uma amostra dopada com a concentração do VMP indica que eles estão abaixo dos respectivos VMPs. Os compostos aldrin, heptacloro epóxido, lindano, indeno(1,2,3)pireno, benzofluoranteno e metoxicloro não apresentaram linearidade adequada de acordo com os critérios estabelecidos, ou seja, coeficiente de correlação (R^2) maior que 0,90. Os compostos heptacloro, benzopireno, dibenzo(a,h)antraceno e permetrina não alcançaram recuperação adequada em um dos níveis de concentração estudados. Todos os compostos apresentaram precisão adequada nos três níveis de concentração estudados, com valores da razão de *Horwitz* menores do que 2. Em relação ao LD e LQ, para todos os compostos foi reportado valores abaixo do VMP exigido pela resolução CONAMA 396/08, exceto dieldrin, que apresentou LQ (0,090 μg/L) maior que o VMP (0,030 μg/L). O cálculo das incertezas percentuais e dos valores abrangência (k) associadas a cada analito também se mostrou consistente com os níveis de concentração traço (partes por trilhão ou inferior) presentes em amostras complexas Tabela 21.

Tabela 21- Incerteza percentual, fator de abrangência (k) e limite de decisão (LDC) para os SVOCs validados.

Analito	Incerteza expandida percentual (%)	k (a = 0,05)	LDC (μg/L)
dieldrin	27,7	2,31	0,0383
endrin	28,3	2,31	0,74
hexaclorobenzeno	38,9	2,31	1,31
DDD	38,1	2,31	2,31[a]
DDT	40,9	2,31	
DDE	29,1	2,31	
trans-clordano	59,3	2,31	0,258[b]
cis-clordano	47,7	2,31	
benzoantraceno	32,0	2,31	0,063
criseno	23,3	2,31	0,060
clorotalonil	39,2	2,26	39,5
PCB 101	58,2	2,31	0,582[c]
PCB 118	40,9	2,31	
PCB 28	77,3	2,31	
PCB 52	86,9	2,31	
PCB 138	43,9	2,31	
PCB 153	41,9	2,31	
PCB 180	50,2	2,31	
endosulfan I	39,5	2,23	22,7[d]
endosulfan II	27,9	2,18	
endosulfan sulfato	22,3	2,18	

[a] soma DDs (DDD +DDE + DDT); [b] soma clordanos (*cis*-clordano + *trans*-clordano); [c]soma PCBs (PCB 101 + PCB 118 + PCB 28 + PCB 52 + PCB 138 + PCB 153 + PCB 180); [d]soma endosulfans (endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato)

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

5.3.2. Aplicação dos Métodos Validados para Determinação de Compostos Semivoláteis (SVOCs) com o Sistema GC-MS/MS

As tabelas (Tabela 23, Tabela 24 e Tabela 23) mostram os valores de concentração em cada ponto de coleta para os compostos semivoláteis validados da resolução CONAMA 396/08.

Tabela 22- Concentrações dos SVOCs dieldrin, endrin, hexaclorobenzeno, DDD, DDT, DDE, *trans*-clordano em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão coerentes com as incertezas expandidas.

Posição calha	Ponto coleta	dieldrin	endrin	hexaclorobenzeno	DDD	DDE	DDT	*trans*-clordano
		Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)
5	A020	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
7	A037	<LD	<LQ	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
8	A025	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
9	A024	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
10	A041	<LD	<LQ	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
11	A022	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
13	A006	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
14	A019	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
15	A018	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
16	A021	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
17	A086	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
18	A017	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
20	A098	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
22	A083	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
23	A099	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
24	A100	<LD	<LQ	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
25	A005	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
26	A101	<LD	0,60	0,99	<LQ	0,64	0,68	<LQ
27	A102	<LD	<LQ	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
30	A031	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
31	A029	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
32	A078	<LD	<LQ	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
33	A079	<LD	<LQ	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
34	A053	<LD	<LQ	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
35	A054	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
36	A080	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
38	A033	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
39	A034	<LD	0,60	0,99	<LQ	0,64	0,68	<LQ
40	A048	<LD	<LQ	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
42	A036	<LD	0,60	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
43	A118	<LD	<LQ	0,99	0,69	0,64	0,68	<LQ
44	A049	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
46	A050	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
47	A119	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
49	A061	<LD	<LQ	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
50	A059	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
52	A120	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
53	A070	<LD	<LQ	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
56	A042	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
58	A077	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
59	A074	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
60	A075	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
61	A071	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Posição calha	Ponto coleta	dieldrin	endrin	hexaclorobenzeno	DDD	DDE	DDT	*trans*-clordano
		Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)
62	A103	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
63	A105	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
65	A130	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
68	A108	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
69	A106	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
71	A134	<LD	<LQ	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
72	A110	<LD	<LQ	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
73	A109	<LD	0,60	1,00	<LQ	0,67	0,69	<LQ
75	A111	<LD	0,60	1,00	0,69	0,67	0,69	<LQ
VMP		**0,005**	**0,01**	**0,01**	**0,01**	**0,01**	**0,01**	**0,01**

Tabela 23- Concentrações dos SVOCs *cis*-clordano, benzoantraceno, criseno, clorotalonil, PCB 101, PCB 118, PCB 28 em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão coerentes com as incertezas expandidas.

Posição calha	Ponto coleta	*cis*-clordano	benzoantraceno	criseno	clorotalonil	PCB 101	PCB 118	PCB 28
		Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)
5	A020	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0088	0,0090	<LQ
7	A037	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0087	<LQ
8	A025	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0087	<LQ
9	A024	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0087	<LQ
10	A041	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0087	<LQ
11	A022	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0087	<LQ
13	A006	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0088	<LQ
14	A019	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0087	<LQ
15	A018	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0087	<LQ
16	A021	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0087	<LQ
17	A086	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0086	0,0087	<LQ
18	A017	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0087	<LQ
20	A098	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0087	<LQ
22	A083	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0087	<LQ
23	A099	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0087	<LQ
24	A100	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0087	<LQ
25	A005	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0088	<LQ
26	A101	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0087	<LQ
27	A102	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0087	<LQ
30	A031	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0087	<LQ
31	A029	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0086	<LQ
32	A078	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0087	<LQ
33	A079	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0086	<LQ
34	A053	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0087	<LQ
35	A054	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0087	<LQ
36	A080	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0084	0,0087	<LQ
38	A033	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0087	<LQ
39	A034	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0087	<LQ
40	A048	0,099	0,053	<LQ	<LQ	0,0089	0,0090	<LQ
42	A036	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0087	<LQ
43	A118	0,098	<LQ	<LQ	<LQ	0,0085	0,0087	<LQ
44	A049	0,099	0,095	<LQ	<LQ	0,0089	0,0090	<LQ
46	A050	0,099	0,107	0,0388	<LQ	0,0089	0,0090	<LQ
47	A119	0,099	<LQ	<LQ	<LQ	0,0090	0,0090	<LQ
49	A061	0,099	<LQ	<LQ	<LQ	0,0090	0,0090	<LQ
50	A059	0,099	<LQ	<LQ	<LQ	0,0089	0,0090	<LQ
52	A120	0,099	0,101	0,052	<LQ	0,0090	0,0090	<LQ
53	A070	0,099	<LQ	0,0406	<LQ	0,0092	0,0092	<LQ

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Posição calha	Ponto coleta	*cis*-clordano	benzoantraceno	criseno	clorotalonil	PCB 101	PCB 118	PCB 28
		Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)
56	A042	0,099	<LQ	<LQ	<LQ	0,0088	0,0090	<LQ
58	A077	0,099	<LQ	<LQ	<LQ	0,0088	0,0090	<LQ
59	A074	0,099	0,146	<LQ	<LQ	0,0088	0,0089	<LQ
60	A075	0,099	0,116	<LQ	<LQ	0,0089	0,0090	<LQ
61	A071	0,099	0,099	0,116	<LQ	0,0088	0,0089	<LQ
62	A103	0,099	<LQ	<LQ	<LQ	0,0088	0,0089	<LQ
63	A105	0,099	<LQ	<LQ	<LQ	0,0088	0,0090	<LQ
65	A130	0,099	0,155	<LQ	<LQ	0,0088	0,0089	<LQ
68	A108	0,099	0,091	<LQ	<LQ	0,0088	0,0089	<LQ
69	A106	0,099	<LQ	<LQ	<LQ	0,0088	0,0089	<LQ
71	A134	0,099	<LQ	<LQ	<LQ	0,0088	0,0089	<LQ
72	A110	0,099	<LQ	<LQ	<LQ	0,0088	0,0089	<LQ
73	A109	0,099	<LQ	<LQ	<LQ	0,0088	0,0089	<LQ
75	A111	0,099	<LQ	<LQ	<LQ	0,0088	0,0089	<LQ
VMP		**0,01**	**0,15**	**0,15**	**0,1**	**0,01**	**0,01**	**0,01**

Tabela 24- Concentrações dos SVOCs PCB 52, PCB 138, PCB 153, PCB 180, endosulfan, endosulfan II, endosulfan sulfato em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão coerentes com as incertezas expandidas.

Posição calha	Ponto coleta	PCB 52	PCB 138	PCB 153	PCB 180	endosulfan I	endosulfan II	endosulfan sulfato
		Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)
5	A020	< LQ	0,0091	0,0090	0,0090	< LQ	10,8	7,4
7	A037	< LQ	0,0089	0,0088	0,0088	< LQ	10,8	7,4
8	A025	< LQ	0,0088	0,0088	0,0088	< LQ	10,8	7,4
9	A024	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
10	A041	< LQ	0,0089	0,0088	0,0088	< LQ	10,8	7,4
11	A022	< LQ	0,0089	0,0088	0,0088	< LQ	10,8	7,4
13	A006	< LQ	0,0089	0,0088	0,0088	< LQ	<LQ	7,4
14	A019	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
15	A018	< LQ	0,0089	0,0088	0,0088	< LQ	10,8	7,4
16	A021	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
17	A086	< LQ	0,0089	0,0088	0,0088	< LQ	10,8	7,4
18	A017	< LQ	0,0089	0,0088	0,0088	< LQ	10,8	<LQ
20	A098	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
22	A083	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
23	A099	< LQ	0,0089	0,0088	0,0088	< LQ	10,8	7,4
24	A100	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
25	A005	< LQ	0,0089	0,0088	0,0088	< LQ	10,8	7,4
26	A101	< LQ	0,0089	0,0088	0,0088	< LQ	10,8	7,4
27	A102	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	<LQ	7,4
30	A031	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
31	A029	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
32	A078	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
33	A079	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
34	A053	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
35	A054	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
36	A080	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
38	A033	< LQ	0,0089	0,0088	0,0088	< LQ	10,8	7,4
39	A034	< LQ	0,0088	0,0087	0,0088	< LQ	10,8	7,4
40	A048	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
42	A036	< LQ	0,0089	0,0088	0,0088	< LQ	10,8	7,4
43	A118	< LQ	0,0089	0,0088	0,0088	< LQ	10,8	7,4
44	A049	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Posição calha	Ponto coleta	PCB 52	PCB 138	PCB 153	PCB 180	endosulfan I	endosulfan II	endosulfan sulfato
		Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)
46	A050	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
47	A119	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
49	A061	< LQ	0,0090	0,0091	0,0090	< LQ	8,1	6,9
50	A059	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
52	A120	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
53	A070	< LQ	0,0091	0,0092	0,0091	< LQ	8,1	6,9
56	A042	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
58	A077	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
59	A074	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
60	A075	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
61	A071	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
62	A103	< LQ	0,0090	0,0089	0,0089	< LQ	8,1	6,9
63	A105	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
65	A130	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
68	A108	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
69	A106	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
71	A134	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
72	A110	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
73	A109	< LQ	0,0090	0,0089	0,0090	< LQ	8,1	6,9
75	A111	< LQ	0,0090	0,0090	0,0090	< LQ	8,1	6,9
VMP		**0,01**	**0,01**	**0,01**	**0,01**		**SOMA: 20**	

As figuras (Figura 17 e Figura 18) apresentam os resultados, juntamente com os VMPs pela Resolução CONAMA 396/08, além dos limites de quantificação (LQ) e limite de detecção (LD) do procedimento desenvolvido, em função das amostras coletadas. As amostras estão dispostas de forma georreferenciada na sequência em que aparecem ao longo da calha do Rio Paraopeba. Essa disposição, e os códigos utilizados, são os mesmos que os dos Subprojeto 10 e 16.

Para o composto dieldrin todas as amostras apresentaram valores abaixo do LD, o qual é menor que o VMP. Sendo assim, o gráfico para esse analito não foi reportado. Para as amostras que ficaram com valores abaixo do LQ, o valor numérico também não foi reportado. Assim, o gráfico para o analito clorotalonil não foi apresentado neste relatório.

Para os DDs (DDD + DDT + DDE), clordanos (*trans*-clordano + *cis*-clordano), PCBs (PCB 101 + PCB 118 + PCB 28 + PCB 52 + PCB 138 + PCB 153 + PCB 180) e endosulfans (endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato), a soma total foi apresentada graficamente.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 95

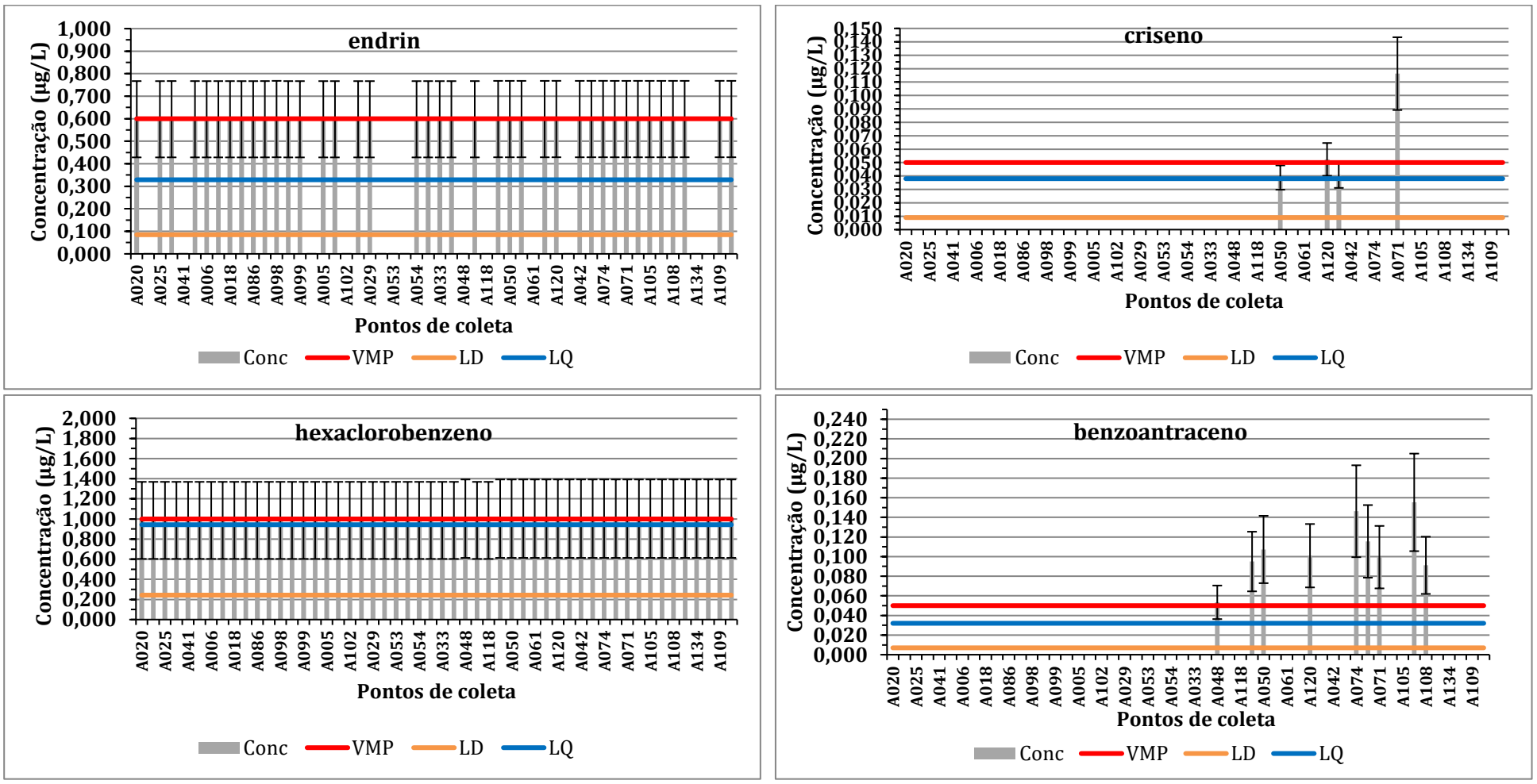


Figura 17- Concentrações determinadas dos analitos endrin, criseno, hexaclorobenzeno e benzoantraceno nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

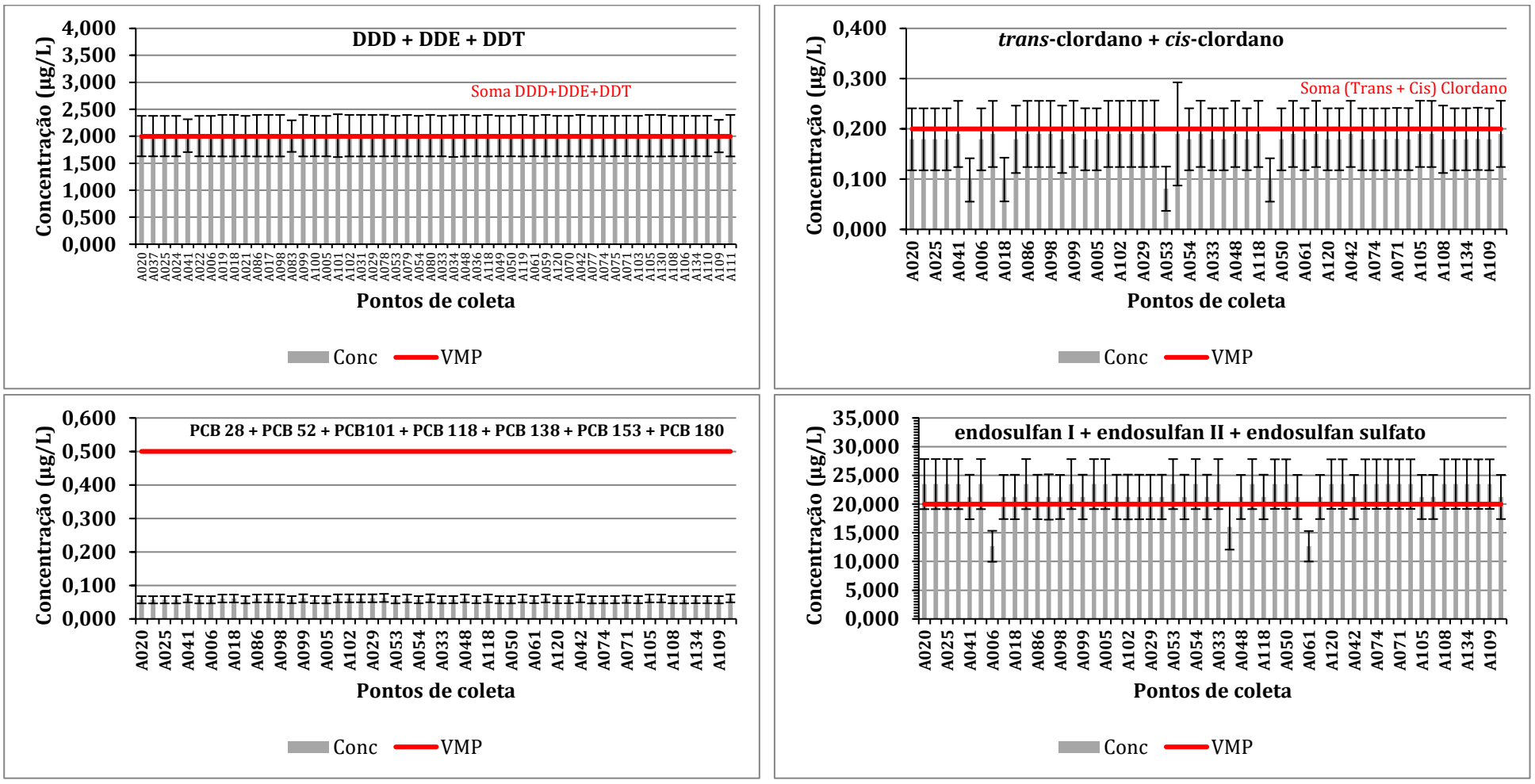


Figura 18- Soma das concentrações dos DDs (DDD + DDE + DDT), clordanos (*trans*-clordano + *cis*-clordano), PCBs (PCB28 + PCB52 + PCB101 + PCB118 + PCB 138 + PCB153 + PCB180) e endosulfans (endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato) nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396/08.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Como pode ser observado nos gráficos, a maioria dos analitos quantificados apresentou valores de concentração, incluindo a incerteza do procedimento, dentro da conformidade (valores abaixo do LDC). No entanto, as amostras A071 (criseno e benzoantraceno) e A049, A050, A120, A074, A075, A130, A108 (benzoantraceno) foram classificadas como não-conformes. Seguindo o limite de decisão (LDC), vários pontos foram também classificados como não-conformes para os endosulfans (endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato): A020, A037, A025, A024, A022, A021, A083, A100, A005, A053, A054, A033, A036, A049, A050, A120, A070, A077, A074, A075, A071, A103, A108, A106, A134, A110 e A109.

Os compostos benzoantraceno e criseno são classificados como HPAs (hidrocarbonetos policíclicos aromáticos) e geralmente são muito lipossolúveis. São produzidos pela pirólise ou combustão incompleta de matéria orgânica. A ocorrência desses compostos está associada ao aumento das atividades industriais em geral, destacando-se a queima de combustíveis, processos de defumação e cocção de carnes e frituras sob temperatura extremamente elevada, a fumaça de tabaco, queima de pneus plásticos e outros materiais. A ocorrência desses compostos em água subterrânea é reportada em literatura em estudos realizados em regiões de minas de carvão na Índia (Ambade et al., 2021) e na China (Wang et al., 2009). Como não há esse tipo de mineração próximo a esses poços, as possíveis fontes seriam as combustões de materiais industriais, como plásticos, pneus, e outros materiais poliméricos em geral.

Os inseticidas da família endosulfan (endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato) são também usados como acaricidas. São agrotóxicos altamente controversos, devido à grande toxicidade, ao potencial de biocumulação e por causarem interrupção endócrina. Banido em mais de 62 países, incluindo a União Europeia e várias nações ao Oeste da África e Ásia, continua sendo extensivamente usado na Índia e Austrália, por exemplo. Foram proibidos no Brasil em 16 de agosto de 2010, pela Anvisa. De acordo com cronograma estabelecido pela norma, o endossulfan não poderia ser comercializado no Brasil a partir de 31 de julho de 2013 (https://pt.wikipedia.org/wiki/Endosulfan, acessado em 18/06/2022). Os resultados descritos neste relatório indicam, no entanto, que tal agrotóxico tem sido utilizado, provavelmente nas lavouras da região, o qual é percolado através do solo e atinge os mananciais de água subterrânea.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 98

5.4. ANÁLISE DE COMPOSTOS VOLÁTEIS (VOCS) COM A TÉCNICA GC-MS/MS

5.4.1. Qualidade Analítica do Método HS-GC-MS/MS

Os principais parâmetros de desempenho analítico do método foram avaliados de acordo com o Guia Eurachem. Em geral, a avaliação da seletividade é o passo inicial na etapa de validação de um método analítico, uma vez que, se a seletividade não for assegurada, outros parâmetros de interesse podem ser comprometidos. A seletividade do método foi avaliada inicialmente pela inspeção visual dos cromatogramas obtidos da análise de uma matriz branca (água subterrânea sem os analitos) adicionada com os VOCs de interesse. Na identificação dos analitos foram utilizados os tempos de retenção (RT) cromatográficos, e as razões (*m/z*) dos fragmentos obtidos com o espectrômetro de massas operando no modo de aquisição Monitoramento de Reação Múltipla (MRM- *Multiple Reation Monitoring*). Neste modo de varredura a fragmentação de vários íons precursores e seus correspondentes íons produtos podem ser monitorada simultaneamente. Além de aumentar a sensibilidade, a alta seletividade proporcionada pelo MRM elimina interferências da matriz que podem estar presentes. A Tabela 25 mostra, para cada analito e os respectivos padrões internos, o tempo de retenção (TR), os íons precursores, e os respectivos íons produtos utilizados na identificação dos VOCs analisados. O critério de aceitação para o tempo de retenção foi de ± 0,1 min. A janela de razão massa/carga (*m/z*) para o íon produto foi de 0,3 à esquerda e 0,7 à direita. Os padrões internos foram utilizados para minimizar as flutuações do método que podem interferir no processo de quantificação.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 25- Tempo de retenção (TR), íons precursores, íons produtos, tempo da reação, e voltagem (CE) aplicada para cada analito, e padrões internos no modo de aquisição MRM do espectrômetro de massas

TR (min)	Analito	*m/z* íon Precursor	*m/z* íon Produto	tempo (ms)	CE (V)
1,47	cloreto de vinila	64,0	64,0	70,00	0
		62,0	62,0	70,00	0
5,82	fluorobenzeno	96,0	50,0	10,00	35
		96,0	70,0	10,00	20
2,58	diclorometano	85.9	51,0	20,00	10
		83,9	49,0	20,00	10
5,82	fluorobenzeno	96,0	50,0	10,00	35
		96,0	70,0	10,00	20
2,82	*trans*-1,2-dicloroeteno	97,9	62,9	11,43	25
		97,9	60,9	11,43	25
5,82	fluorobenzeno	96	50,0	10,00	35
		96	70,0	10,00	20
3,91	*cis*-1,2-dicloroeteno	98,0	62,9	13,33	25
		96,0	61,0	13,33	25
5,82	fluorobenzeno	96,0	50,0	10,00	35
		96,0	70,0	10,00	20
4,90	tetracloreto de carbono	118,9	83,9	20,00	40
		116,9	81,9	20,00	40
11,36	clorobenzeno-d5	116,9	54,1	13,33	40
		116,9	82,1	13,33	20
5,27	benzeno	78,0	52,0	11,43	20
		77,0	51,0	11,43	20
11,36	clorobenzeno-d5	116,9	54,1	13,33	40
		116,9	82,1	13,33	20
5,30	1,2-dicloroetano	98,0	61,9	11,43	5
		49,0	47,0	11,43	25
5,82	fluorobenzeno	96,0	50,0	10,00	35
		96,0	70,0	10,00	20
6,51	tricloroeteno	129,99	94,9	10,00	20
		94,9	60,0	10,00	30
11,36	clorobenzeno-d5	116,9	54,1	13,33	40
		116,9	82,1	13,33	20
8,89	tolueno	92,0	91,0	10,00	15
		91,0	65,0	10,00	20
11,36	clorobenzeno-d5	116,9	54,1	13,33	40
		116,9	82,1	13,33	20
9,86	tetracloroeteno	164,0	93,9	11,43	45
		129	93,9	11,43	30
11,36	clorobenzeno-d5	116,9	54,1	13,33	40
		116,9	82,1	13,33	20
11,67	etilbenzeno	106,0	91,0	10,00	15
		91,01	65,0	10,00	20
11,36	clorobenzeno-d5	116,9	54,1	13,33	40
		116,9	82,1	13,33	20
11,90	*m*, *p*-xileno	106,0	91,1	8,89	15
		91,0	65	8,89	15
11,36	clorobenzeno-d5	116,9	54,1	13,33	40
		116,9	82,1	13,33	20
12,58	*o*-xileno	106,0	91,1	8,89	15
		91,0	65	8,89	20

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

TR (min)	Analito	*m/z* íon Precursor	*m/z* íon Produto	tempo (ms)	CE (V)
11,36	clorobenzeno-d5	116,9	54,1	13,33	40
		116,9	82,1	13,33	20
12,59	estireno	104,0	78,1	8,00	15
		103,0	77,0	8,00	15
11,36	clorobenzeno-d5	116,9	54,1	13,33	40
		116,9	82,1	13,33	20
18,05	1,3,5-triclorobenzeno	182,0	74,0	8,00	45
		180,0	74,0	8,00	45
		180,0	109,0	8,00	35
16,21	1,4-diclorobenzeno	149,9	78,0	6,67	40
		149,9	115,0	6,67	20
19,14	1,2,3-triclorobenzeno	181,9	74,0	6,00	45
		179,9	74,0	6,00	45
		179,9	109,0	6,00	35
16,21	1,4-diclorobenzeno	149,9	78,0	6,67	40
		149,9	115,0	6,67	20
19,98	1,2,4-triclorobenzeno	181,9	74,0	6,00	45
		179,9	74,0	6,00	45
		179,9	109,0	6,00	35
16,21	1,4-diclorobenzeno	149,9	78,0	6,67	40
		149,9	115,0	6,67	20

Na avaliação da linearidade o pressuposto da homogeneidade das variâncias dos resíduos (homocedasticidade) foi verificado pelo teste de Cochran. Os modelos lineares foram construídos pelo método dos mínimos quadrados, e coeficientes de determinação (R^2) acima de 0,9 foram aceitos. Identificação de observações atípicas (*outliers*) foram feitas de acordo com o teste de Jacknife com nível de significância de 5 %. Todos os VOCs apresentaram coeficientes de determinação acima de 0,9 indicando que os modelos lineares propostos estão bem ajustados. Na inspeção visual dos gráficos de resíduos não foram identificadas tendências. Os limites de detecção (LD) e limites de quantificação (LQ) foram calculados pelo desvio-padrão de dez medidas dos brancos injetados sob as mesmas condições calculados pelas expressões que se seguem.

$$LD = (Y + 3s)$$

$$LQ = (Y + 10s)$$

onde:

Y = média do sinal obtido para os dez brancos

s = desvio padrão amostral do sinal dos dez brancos

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Para expressar o LD e LQ em função da concentração foram utilizadas as equações dos modelos lineares obtidos.

$$LD = [(Y+3s) – b] / a$$

$$LQ = [(Y+10s) – b] / a$$

onde:

b = intercepto da curva analítica

a = inclinação da curva analítica

Todos os limites calculados ficaram abaixo dos valores máximos permitidos (VMP-consumo humano) para águas subterrâneas de acordo com a Resolução 396 do CONAMA de abril de 2008. Os ensaios de recuperação, repetibilidade e de precisão intermediária foram realizados analisando seis replicatas em três níveis de concentração (P2, P4 e P6). Para estimativa da precisão intermediária, as condições foram estendidas para dois dias de trabalho e a variabilidade conjunta foi avaliada pela métrica do desvio padrão relativo ou coeficiente de variação relativo (% CV). O critério de aceitação foi calculado pela equação de *Horwitz* com valores da razão menores do que dois. De acordo com este critério, o método apresentou precisão adequada para os VOCs de interesse. A recuperação foi estimada pela análise da matriz branca fortificada com os analitos em três níveis de concentração (P2, P4 e P6). O critério de aceitação estabelecido pela equipe de validação foi na faixa de 40 % a 120 %. A maioria dos analitos apresentou valores de recuperação dentro dessa faixa. Cloreto de vinila, benzeno e tolueno apresentaram recuperações menores do que o limite inferior estabelecido (40 %) para um ou mais dos três níveis de concentração avaliados. Os outros parâmetros de mérito, no entanto, foram considerados satisfatórios, razão pela qual esses três analitos não foram removidos. Portanto, os resultados da validação indicaram que o método HS-GC-MS/MS foi adequado para o uso pretendido (Tabela 26). O diclorometano foi suprimido do processo de validação pois, o uso extensivo deste composto como solvente em processos de extração no laboratório contribuiu para aumentar o ruído de fundo no detector de espectrometria de massas. Apesar de todos os cuidados de segurança e proteção no manuseio deste tipo de solvente, não foi possível eliminar esta interferência. O clorofórmio que consta do Anexo I da Resolução 396 do CONAMA não foi contemplado por este processo de validação devido ao atraso na entrega

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

do padrão pelo fornecedor, principalmente em decorrência da pandemia de COVID-19. Para cada analito foi avaliada a incerteza de medição pelo cálculo da incerteza expandida. O nível de significância de 0,5 foi utilizado para o cálculo do fator de abrangência k.

Tabela 26- Resultados da validação do método HS-GC-MS/MS para análise de VOCs em águas subterrâneas.

Analito	Linearidade ($R^2 > 0,9$)	Recuperação (40 – 120%)	Repetibilidade (razão de *Horwitz* < 2)	Precisão intermediária (razão de *Horwitz* < 2)	LD (µg/L)	LQ (µg/L)
cloreto de vinila	0,9788	36 - 56	0,08-0,84	0,15-0,78	1,27	1,51
trans-1,2-dicloroeteno	0,9520	43 - 52	0,15-0,71	0,14-0,68	5,09	5,13
cis-1-2-dicloroeteno	0,9832	42 - 45	0,09-0,31	0,08-0,29	0,01	0,04
tetracloreto de carbono	0,9497	49 - 60	0,12-0,16	0,12-0,14	0,30	0,31
benzeno	0,9900	35 - 46	0,04-0,23	0,03-0,22	0,19	0,22
1,2-dicloroetano	0,9893	70 - 78	0,11-0,36	0,11-0,34	1,25	1,83
tricloroeteno	0,9473	41 - 42	0,20-0,33	0,18-0,32	4,36	5,64
tolueno	0,9616	28 - 30	0,10-0,20	0,09-0,19	0,60	0,69
tetracloroeteno	0,9431	46 - 67	0,13-0,20	0,13-0,18	1,94	1,94
etilbenzeno	0,9915	43 - 56	0,33-0,36	0,31-034	0,16	0,22
p,*m*-xileno	0,9928	40 - 46	0,41-0,98	0,38-0,94	16,94	17,06
o-xileno	0,9913	45 - 55	0,28-0,36	0,26-0,34	2,51	2,67
soma xilenos	---	---	---	---	19,45	19,73
estireno	0,9398	51 - 59	0,23-0,70	0,22-0,67	1,28	1,34
1,3,5-triclorobenzeno	0,9814	65 - 70	0,14-0,22	0,13-0,21	0,16	0,51
1,2,3-triclorobenzeno	0,9974	59 - 64	0,12-0,25	0,11-0,24	1,28	2,00
1,2,4-triclorobenzeno	0,9773	72 - 73	0,13-0,25	0,12-0,24	0,75	1,38
soma triclorobenzenos	---	---	---	---	2,19	3,89

O cálculo das incertezas percentuais, dos valores abrangência (k) e dos limites de decisão (LDCs) associados a cada analito também se mostrou consistente com os níveis de concentração traço (partes por trilhão ou inferior) presentes em amostras complexas (Tabela 27).

Tabela 27- Incerteza percentual, fator de abrangência (k) e limite de decisão (LDC) para os VOCs validados.

Analito	Incerteza expandida percentual (%)	k (a = 0,05)	LDC (µg/L)
cloreto de vinila	37,9	2,31	6,61
trans-1,2-dicloroeteno	43,3	2,78	71,70
cis-1-2-dicloroeteno	24,9	2,78	71,70
tetracloreto de carbono	10,0	2,31	2,20
benzeno	10,7	2,57	5,53
1,2-dicloroetano	19,7	2,57	11,97
tricloroeteno	102,1	3,18	141,40
tolueno	11,8	2,57	190,17
tetracloroeteno	84,1	2,78	73,68
etilbenzeno	6,6	2,36	213,16
p,*m*-xileno	25,6	2,45	393,65[a]
o-xileno	14,0	2,26	
estireno	43,3	2,45	37,00
1,3,5-triclorobenzeno	15,6	2,36	25,90[b]
1,2,3-triclorobenzeno	13,	2,16	
1,2,4-triclorobenzeno	21,4	2,36	

[a] soma xilenos (*o*-xileno + *m*-xileno + *p*-xileno); [b] soma triclorobenzenos (1,3,5-triclorobenzeno + 1,2,3-triclorobenzeno + 1,2,4-triclorobenzeno)

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

5.4.2. Aplicação dos Métodos Validados para Determinação de Compostos Voláteis (VOCs) com o Sistema GC-MS/MS

As tabelas (Tabela 28, Tabela 29, Tabela 30) mostram os resultados obtidos das determinações dos VOCs nas 52 amostras de água subterrânea, utilizando a determinação pelo método HS-GC-MS/MS validado. Para amostras analisadas em dias diferentes, foram injetados sete brancos fortificados nos níveis de concentração utilizados para a construção da curva analítica (pontos P1 a P7). Para cada analito foi avaliado o coeficiente de determinação, e em todos os dias avaliados este coeficiente ficou em conformidade com o limite aceitável (R^2 > 0,9).

As figuras (Figura 19, Figura 20, Figura 21 e Figura 22) mostram as concentrações (μg/L) dos VOCs determinados nas 52 amostras de água subterrânea, coletadas na área de estudo, utilizando o método HS-GC-MS/MS validado. As barras de erros indicam as incertezas expandidas estimadas com os respectivos fatores de abrangência (k) para um nível de confiança de 95 % (Tabela 27).

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 28- Resultados de concentração dos VOCs: cloreto de vinila, *trans*-1,2-dicloroeteno, *cis*-1,2-dicloroeteno, tetracloreto de carbono, benzeno e 1,2-dicloroetano determinados em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão coerentes com as incertezas expandidas.

Posição calha	Ponto coleta	cloreto de vinila	*trans*-1,2-dicloroeteno	*cis*-1,2-dicloroeteno	tetracloreto de carbono	benzeno	1,2-dicloroetano
		Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)
5	A020	5,9	8,1	0,316	0,674	0,663	< LD
7	A037	6,7	8,1	0,327	0,661	0,662	< LD
8	A025	5,9	8,1	0,307	0,661	0,662	< LD
9	A024	4,5	8,1	0,301	0,660	0,889	< LD
10	A041	6,2	8,1	0,311	0,662	1,86	< LD
11	A022	4,3	8,1	0,312	0,667	0,658	< LD
13	A006	3,7	8,1	0,302	0,656	0,96	< LD
14	A019	5,8	8,1	0,319	0,688	1,88	< LD
15	A018	4,7	8,1	0,306	0,661	1,87	< LD
16	A021	5,6	8,1	0,304	0,660	0,657	< LD
17	A086	5,0	8,1	0,305	0,663	1,86	< LD
18	A017	3,5	8,1	0,304	0,667	1,88	< LD
20	A098	5,3	8,1	0,305	0,659	1,86	< LD
22	A083	4,9	8,1	0,303	0,657	0,890	< LD
23	A099	2,6	6,3	0,191	< LD	0,663	< LD
24	A100	4,9	8,1	0,305	0,661	0,90	< LD
25	A005	5,7	8,1	0,316	0,660	0,90	< LD
26	A101	4,1	8,1	0,304	0,659	0,662	< LD
27	A102	5,8	8,1	0,313	0,852	0,656	< LD
30	A031	5,8	8,1	0,301	0,764	0,662	< LD
31	A029	9,2	8,1	0,305	0,664	0,659	< LD
32	A078	< LD	6,9	0,196	0,511	0,671	< LD
33	A079	< LD	6,3	0,191	0,509	0,90	< LD
34	A053	3,3	7,0	0,200	0,512	17,2	33,5
35	A054	< LD	6,4	0,192	0,509	0,90	< LD
36	A080	< LD	6,3	0,190	< LD	0,657	< LD
38	A033	2,6	6,4	0,193	0,509	0,878	< LD
39	A034	< LD	6,4	0,191	0,509	0,93	< LD
40	A048	< LD	6,3	0,190	0,509	23,7	38,7
42	A036	< LD	6,6	0,191	0,510	0,89	< LD
43	A118	< LD	6,5	0,193	0,510	20,6	31,25
44	A049	2,7	6,3	0,191	< LD	0,883	< LD
46	A050	< LD	6,3	0,190	< LD	0,89	< LD
47	A119	< LD	6,3	0,193	0,509	1,87	< LD
49	A061	< LD	6,3	<LD	0,509	0,90	< LD
50	A059	2,6	6,3	0,192	< LD	1,89	< LD
52	A120	< LD	6,3	< LD	0,509	0,90	< LD
53	A070	2,7	6,3	0,191	0,509	0,886	< LD
56	A042	3,0	13,6	< LD	< LD	32,5	58
58	A077	5,3	65	598	3,57	0,878	< LD
59	A074	5,3	59	509	3,24	0,890	< LD
60	A075	5,3	51	468	2,53	0,878	< LD
61	A071	3,3	13,7	2,67	< LD	0,89	< LD
62	A103	< LD	13,7	< LD	< LD	0,656	< LD
63	A105	< LD	13,6	2,66	< LD	1,88	< LD
65	A130	6,9	91	892	4,60	1,91	< LD
68	A108	3,7	13,6	2,68	< LD	0,91	< LD
69	A106	< LD	13,7	2,66	< LD	0,658	< LD
71	A134	3,4	13,6	< LD	< LD	0,656	< LD
72	A110	< LD	14	2,66	< LD	0,658	< LD
73	A109	< LD	14	2,66	< LD	0,661	< LD
75	A111	3,1	14	2,67	< LD	0,667	< LD
VMP		**2**	**50**	**50**	**2**	**2**	**5**

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 29- Resultados de concentração dos VOCs: tricloroeteno, tolueno, tetracloroeteno, etilbenzeno e *p,m*-xileno determinados em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão coerentes com as incertezas expandidas.

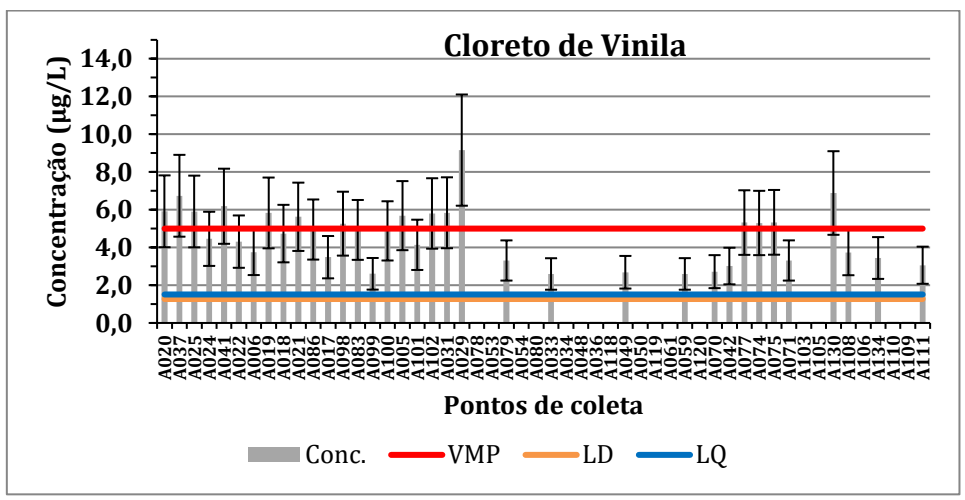
Posição calha	Ponto coleta	tricloroeteno	tolueno	tetracloroeteno	etilbenzeno	*p,m*-xileno
		Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)
5	A020	< LD	< LD	5,9	< LD	46
7	A037	< LD	< LD	5,9	< LD	46
8	A025	< LD	< LD	5,9	< LD	46
9	A024	< LD	< LD	< LD	< LD	61
10	A041	< LD	< LD	< LD	< LD	96
11	A022	< LD	< LD	5,9	< LD	46
13	A006	3,3	3,29	6,2	< LD	62
14	A019	< LD	< LD	< LD	< LD	96
15	A018	< LD	< LD	< LD	< LD	96
16	A021	< LD	< LD	5,9	< LD	47
17	A086	< LD	< LD	< LD	< LD	96
18	A017	< LD	< LD	< LD	< LD	96
20	A098	< LD	< LD	< LD	< LD	96
22	A083	< LD	< LD	6,2	< LD	62
23	A099	< LD	< LD	5,9	< LD	48
24	A100	< LD	< LD	< LD	< LD	62
25	A005	< LD	< LD	6,2	< LD	62
26	A101	< LD	< LD	5,9	< LD	47
27	A102	< LD	< LD	5,9	< LD	48
30	A031	< LD	< LD	5,9	< LD	48
31	A029	< LD	< LD	< LD	< LD	46
32	A078	< LD	< LD	5,9	< LD	48
33	A079	< LD	< LD	< LD	< LD	62
34	A053	34	33,5	8,3	268	498
35	A054	< LD	< LD	< LD	< LD	62
36	A080	< LD	< LD	5,9	< LD	47
38	A033	< LD	< LD	6,2	< LD	62
39	A034	< LD	< LD	< LD	< LD	62
40	A048	39	38,7	9,1	420	783
42	A036	< LD	< LD	6,2	< LD	62
43	A118	31	31,2	8,9	377	708
44	A049	< LD	< LD	6,2	< LD	62
46	A050	< LD	< LD	6,2	< LD	62
47	A119	< LD	< LD	7,0	< LD	95
49	A061	< LD	< LD	6,2	< LD	62
50	A059	< LD	< LD	< LD	< LD	96
52	A120	< LD	< LD	< LD	< LD	62
53	A070	< LD	< LD	6,2	< LD	62
56	A042	58	58,3	10,0	640	1206
58	A077	< LD	< LD	6,2	< LD	62
59	A074	< LD	< LD	6,2	< LD	62
60	A075	< LD	< LD	6,2	< LD	62
61	A071	< LD	< LD	6,2	< LD	62
62	A103	< LD	< LD	< LD	< LD	46
63	A105	< LD	< LD	< LD	< LD	96
65	A130	< LD	< LD	< LD	< LD	96
68	A108	< LD	< LD	< LD	< LD	62
69	A106	< LD	< LD	5,9	< LD	47
71	A134	< LD	< LD	5,9	< LD	47
72	A110	< LD	< LD	5,9	< LD	46
73	A109	< LD	< LD	5,9	< LD	46
75	A111	< LD	< LD	5,9	< LD	47
VMP		**5**	**5**	**5**	**5**	**10**

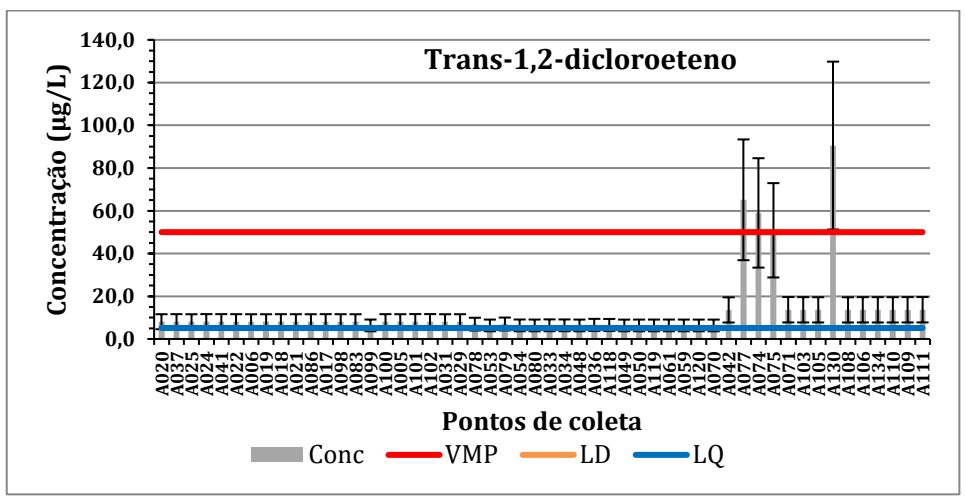
Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

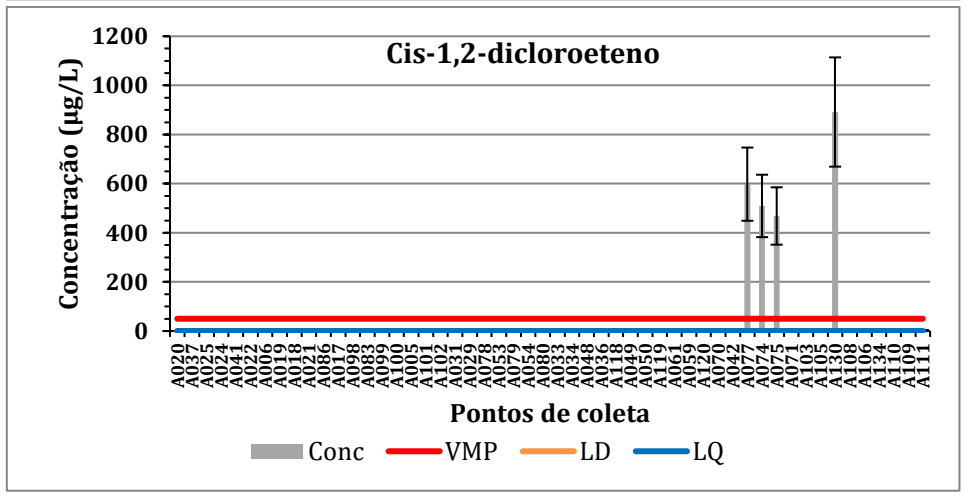
Tabela 30- Resultados de concentração dos VOCs: o-xileno, estireno, 1,3,5-triclorobenzeno, 1,2,3-triclorobenzeno, 1,2,4-triclorobenzeno determinados em água subterrânea. Os algarismos significativos das concentrações estão coerentes com as incertezas expandidas.

Posição calha	Ponto coleta	*o*-xileno	estireno	1,3,5-triclorobenzeno	1,2,3-triclorobenzeno	1,2,4-triclorobenzeno
		Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)	Conc. (µg/L)
5	A020	7,0	1,7	< LD	< LD	< LD
7	A037	7,1	1,7	< LD	< LD	< LD
8	A025	7,0	1,6	< LD	< LD	< LD
9	A024	10,0	2,3	< LD	< LD	< LD
10	A041	9,7	6,2	< LD	< LD	< LD
11	A022	7,1	1,7	< LD	< LD	< LD
13	A006	11,0	2,5	< LD	< LD	< LD
14	A019	10,6	6,5	< LD	< LD	< LD
15	A018	9,8	6,3	< LD	< LD	< LD
16	A021	7,8	1,7	< LD	< LD	< LD
17	A086	10,6	6,5	< LD	< LD	< LD
18	A017	10,5	6,4	< LD	< LD	< LD
20	A098	9,9	6,3	< LD	< LD	< LD
22	A083	11,1	2,5	< LD	< LD	< LD
23	A099	8,8	1,9	< LD	< LD	< LD
24	A100	11,1	2,5	< LD	< LD	< LD
25	A005	10,7	2,4	< LD	< LD	< LD
26	A101	8,1	1,8	< LD	< LD	< LD
27	A102	8,2	1,8	< LD	< LD	< LD
30	A031	8,4	1,8	< LD	< LD	< LD
31	A029	6,9	1,6	< LD	< LD	< LD
32	A078	8,5	1,8	< LD	< LD	< LD
33	A079	11,0	2,6	< LD	< LD	< LD
34	A053	593	83	22,8	18,7	22,5
35	A054	10,6	2,4	< LD	< LD	< LD
36	A080	8,2	1,8	< LD	< LD	< LD
38	A033	10,7	2,4	< LD	< LD	< LD
39	A034	10,6	2,4	< LD	< LD	< LD
40	A048	1006	126	38,2	29,5	35,0
42	A036	10,8	2,4	< LD	< LD	< LD
43	A118	898	108	35,5	27,6	30,4
44	A049	10,6	2,4	< LD	< LD	< LD
46	A050	10,7	2,5	< LD	< LD	< LD
47	A119	9,3	6,1	< LD	< LD	< LD
49	A061	10,6	2,5	< LD	< LD	< LD
50	A059	10,5	6,7	< LD	< LD	< LD
52	A120	10,6	2,4	< LD	< LD	< LD
53	A070	11,0	2,6	< LD	< LD	< LD
56	A042	1619	190	51,7	38,9	45,87
58	A077	10,4	2,5	< LD	< LD	< LD
59	A074	10,6	2,4	< LD	< LD	< LD
60	A075	10,5	2,4	< LD	< LD	< LD
61	A071	10,7	2,4	< LD	< LD	< LD
62	A103	6,9	1,6	< LD	< LD	< LD
63	A105	10,0	6,3	< LD	< LD	< LD
65	A130	10,2	6,4	< LD	< LD	< LD
68	A108	11,9	2,5	< LD	< LD	< LD
69	A106	7,1	1,7	< LD	< LD	< LD
71	A134	7,2	1,7	< LD	< LD	< LD
72	A110	6,9	1,7	< LD	< LD	< LD
73	A109	7,0	1,7	< LD	< LD	< LD
75	A111	7,3	1,7	< LD	< LD	< LD
VMP		**5**	**5**	**5**	**5**	**5**

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25







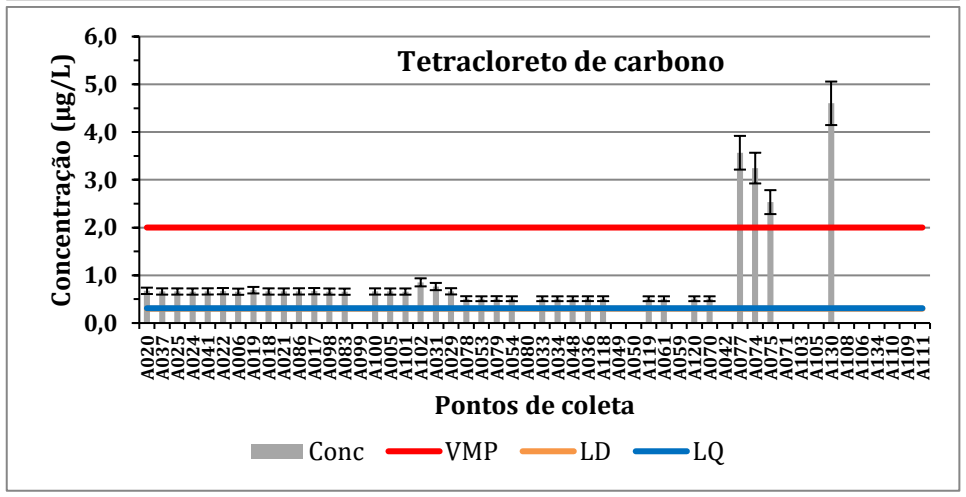
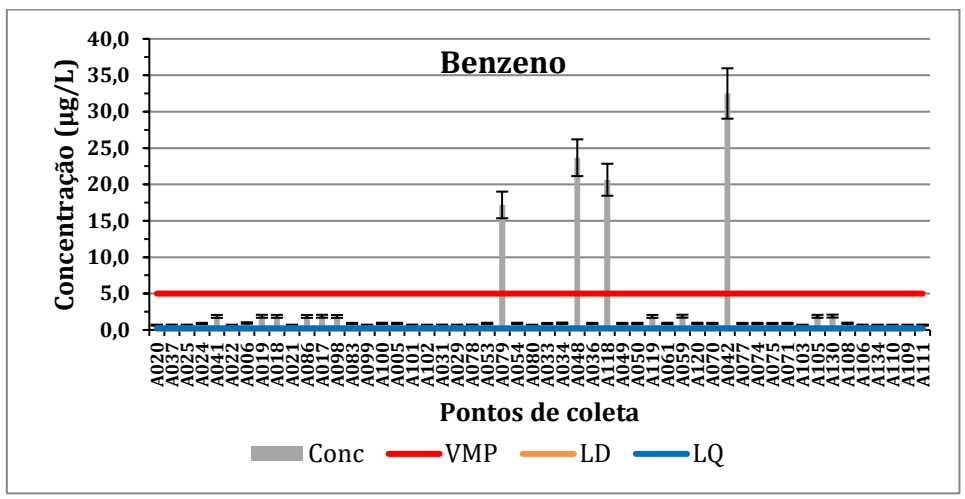
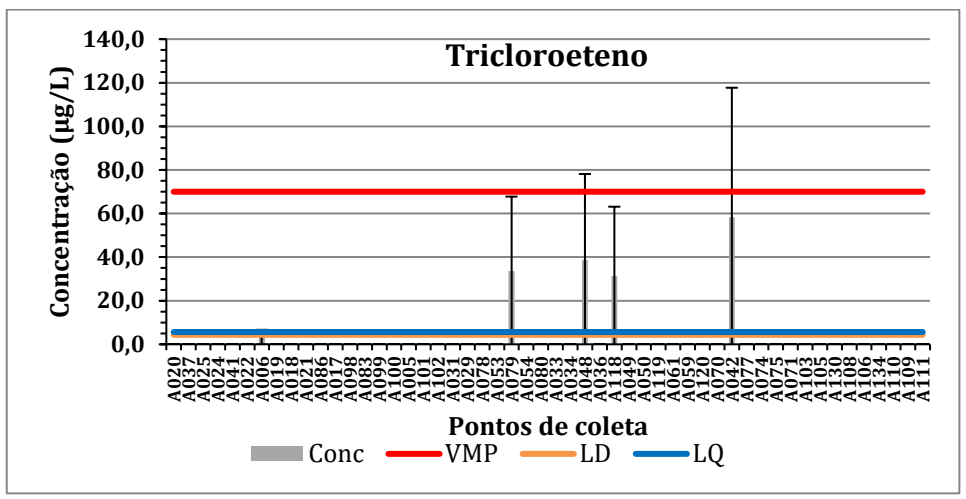
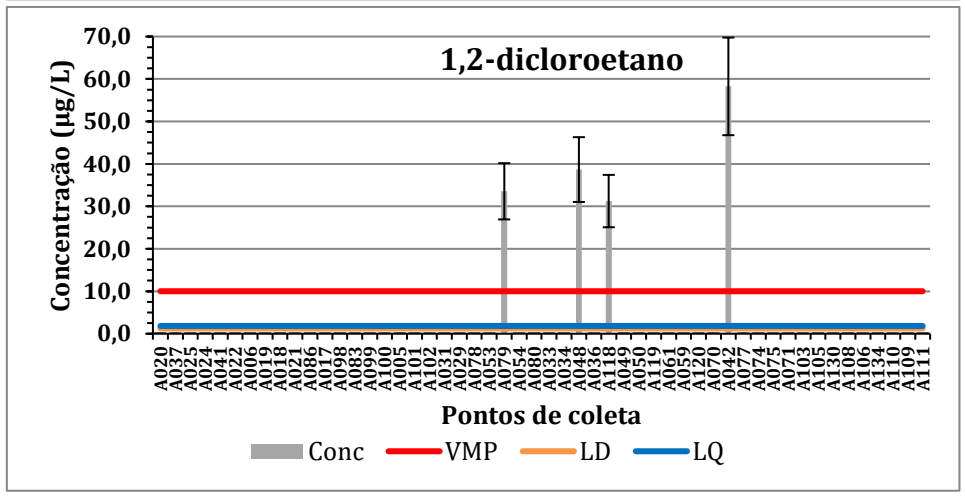


Figura 19- Concentrações determinadas dos analitos cloreto de vinila, *trans*-1,2-dicloroeteno, *cis*-1,2-dicloroeteno e Tetracloreto de carbono nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396/08, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25







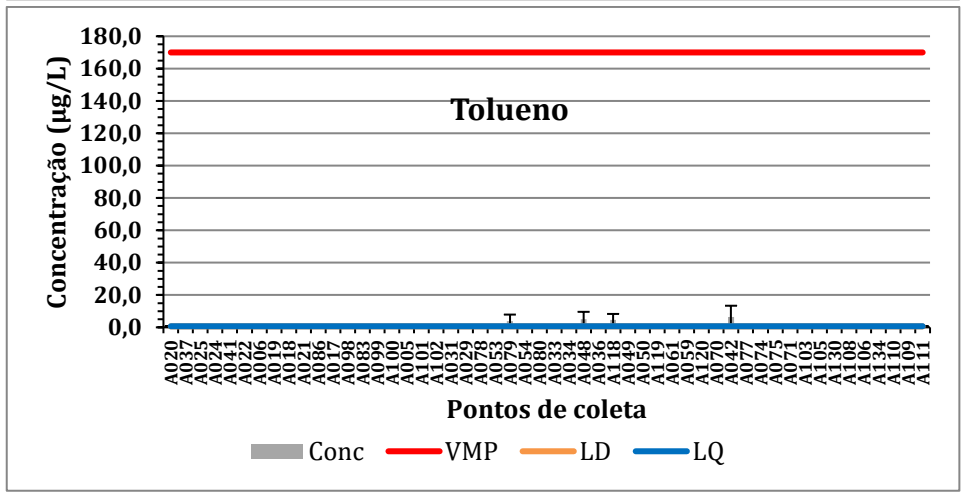
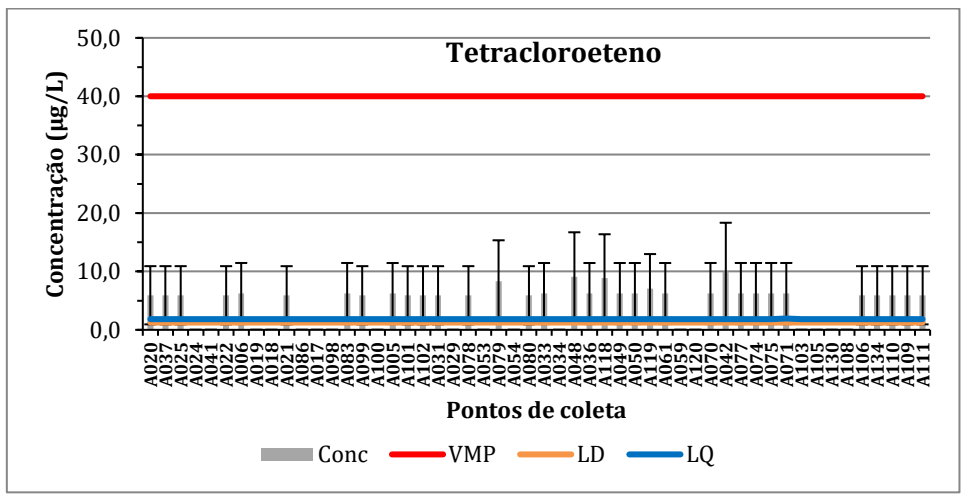
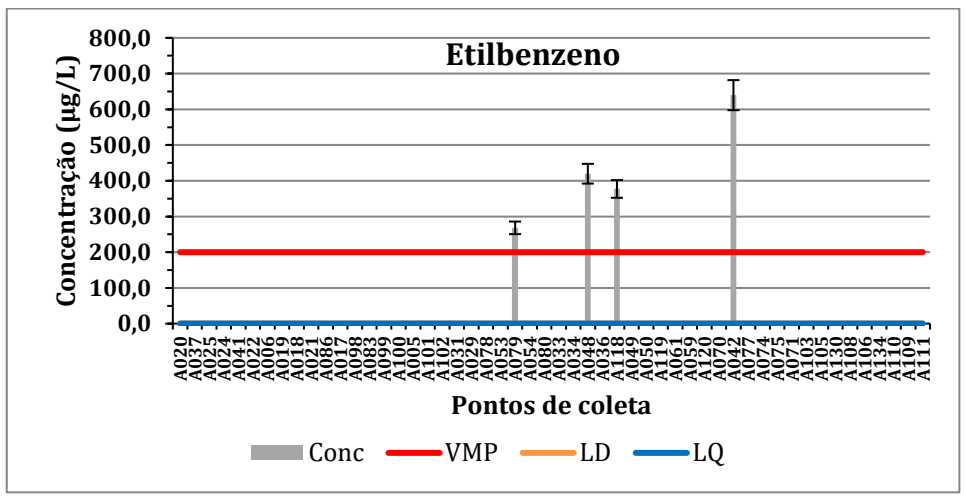


Figura 20- Concentrações determinadas dos analitos benzeno, 1,2-dicloroetano, tricloroeteno e tolueno nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396/08, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25





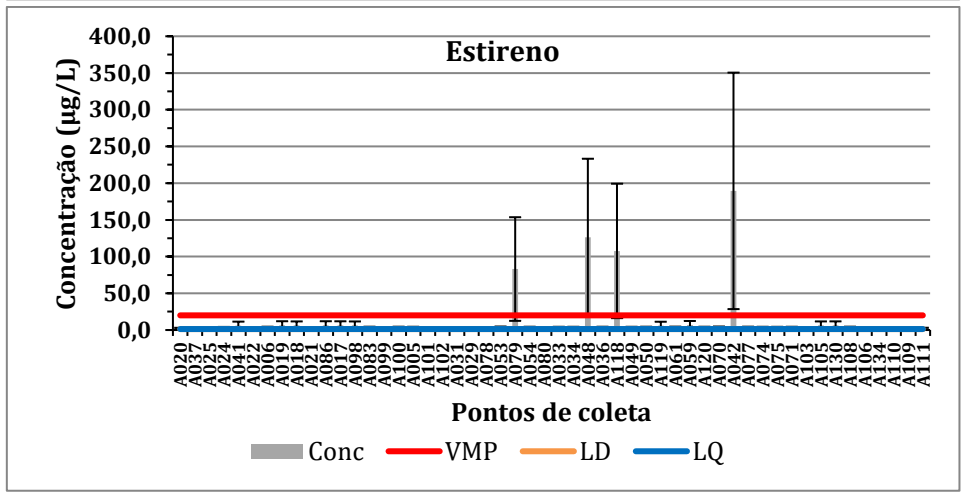
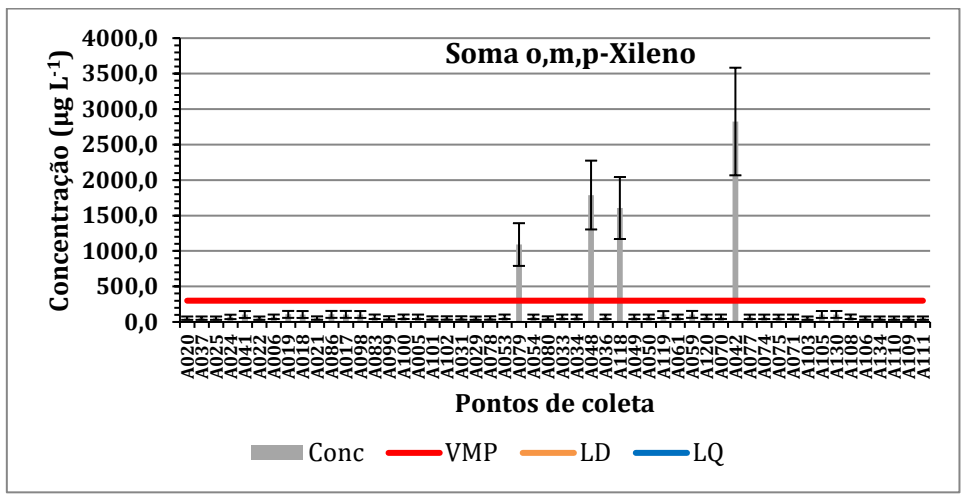


Figura 21- Concentrações determinadas dos analitos tetracloreteno, etilbenzeno e estireno nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396/08, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25



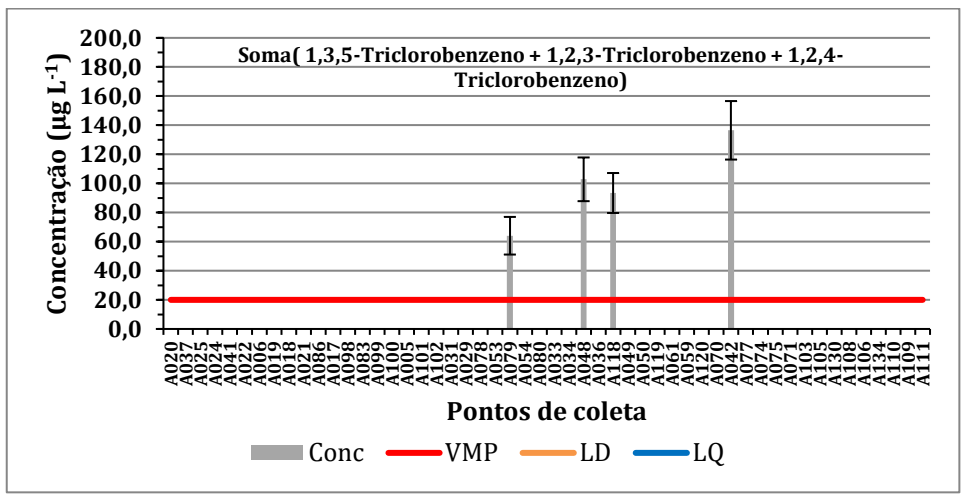


Figura 22- Soma dos xilenos (*o*-xileno + *m*-xileno + *p*-xileno) e triclorobenzenos (1,3,5-triclorobenzeno + 1,2,3-triclorobenzeno + 1,2,4-triclorobenzeno) nas amostras de água subterrânea, com o valor máximo permitido (VMP) pela Resolução CONAMA 396/08, e os valores de limite de quantificação (LQ) e limite de detecção do procedimento analítico

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

A interpretação dos resultados de não-conformidade para os VOCs foi feita para cada analito, como mostrado na Tabela 31.

Tabela 31- Frequência de quantificação e frequência de não-conformidade em relação aos valores máximos permitidos (Resolução CONAMA 396/08, uso humano), para um total de 52 amostras

Analito	Número de amostras com quantificação	Número de amostras não-conformes	Frequência de quantificação (%)	Frequência de não-conformidades (%)	Pontos de coleta com não-conformidades
cloreto de vinila	35	3	67,31	5,77	A037, A029, A130
trans-1,2-dicloroeteno	52	1	100	1,92	A130
cis-1,2-dicloroeteno	48	4	92,31	7,69	A077, A074, A075, A130
tetracloreto de carbono	38	4	73,08	7,69	A077, A074, A075, A130
benzeno	52	4	100	7,69	A079, A048, A118, A042
1,2-dicloroetano	4	4	7,69	7,69	A079, A048, A118, A042
tricloroeteno	4	0	7,69	0	-
tolueno	4	0	7,69	0	-
tetracloroeteno	34	0	65,39	0	-
etilbenzeno	4	4	7,69	7,69	A079, A048, A118, A042
soma xilenos	52	4	100	7,69	A079, A048, A118, A042
estireno	52	4	100	7,69	A079, A048, A118, A042
soma triclorobenzenos	4	4	7,69	7,69	A079, A048, A118, A042

A frequência de quantificação foi calculada como porcentagem de amostras em que a concentração dos VOCs foi maior que os limite de quantificação (LQ), e a frequência de não-conformidade foi calculada como porcentagem de amostras em que a concentração dos VOCs ultrapassou o limite de decisão (LDC, Tabela 27). Todas as frequências foram calculadas levando em consideração as incertezas expandidas para um nível de confiança de 95 %. Analisando-se todas as incertezas individuais que contribuem para a incerteza geral expandida, observou-se que a curva analítica foi a que proporcionou a maior parcela da incerteza combinada do método utilizado.

É possível observar que, assim como no caso dos SVOCs, houve uma tendência nas ocorrências das concentrações mais elevadas com relação à localização geográfica. Observando-se os perfis de distribuição ao longo do Rio Paraopeba, dois padrões principais chamam atenção

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384025 - Pág. 11

para as não-conformidades (além desses, cloreto de vinila ficou acima da RD nos pontos A037, A029, A130):

1) *trans*-1,2-dicloroeteno, *cis*-1,2-dicloroeteno e tetracloreto de carbono: pontos de coleta A075, A074, A077 e A130;

2) benzeno, triclorobenzenos, 1,2-dicloroetano, xilenos, etilbenzeno estireno: pontos de coleta A079, A048, A118, A042.

Segundo Lemaire e colaboradores (Lemaire *et al*., 2020), águas subterrâneas contaminadas com hidrocarbonetos alifáticos clorados é um indicativo de contaminação por atividades industriais. Devido sua persistência, onipresença e baixa degradabilidade, eles são uma grande preocupação em relação aos possíveis contaminantes de águas subterrâneas. O conhecimento sobre a dinâmica desses e de outros contaminantes orgânicos no meio ambiente é bastante escasso, o que em geral torna limitada uma avaliação de possíveis riscos e organismos alvo causados pela presença deles no meio ambiente (Lemaire *et al*., 2020). Já a presença de benzeno e seus derivados clorados, estão associadas, em geral, com contaminação por combustíveis fósseis.

Uma atribuição a possíveis fontes desses contaminantes, presentes nessas áreas de coleta, não é possível de ser feita apenas com os resultados deste subprojeto. As informações de descrição dos locais de coleta, nesse caso, não contribuíram para um esclarecimento desta questão. Portanto, considerando a importância desses achados (a frequência da concentração de compostos orgânicos acima dos LDCs), da toxicidade desses compostos e do aumento do uso da água para diversos fins, é importante ressaltar a continuidade de um monitoramento dessas águas subterrâneas.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

5.5. DISCUSSÃO DOS RESULTADOS OBTIDOS PARA OS ANALITOS NVOCS, SVOCS E VOCS NAS AMOSTRAS DE ÁGUA SUBTERRÂNEA

A Figura 23 mostra a localização dos 52 poços onde as amostras de água subterrânea foram coletadas. Os pontos indicados em vermelho são aqueles onde alguma não-conformidade foi detectada.

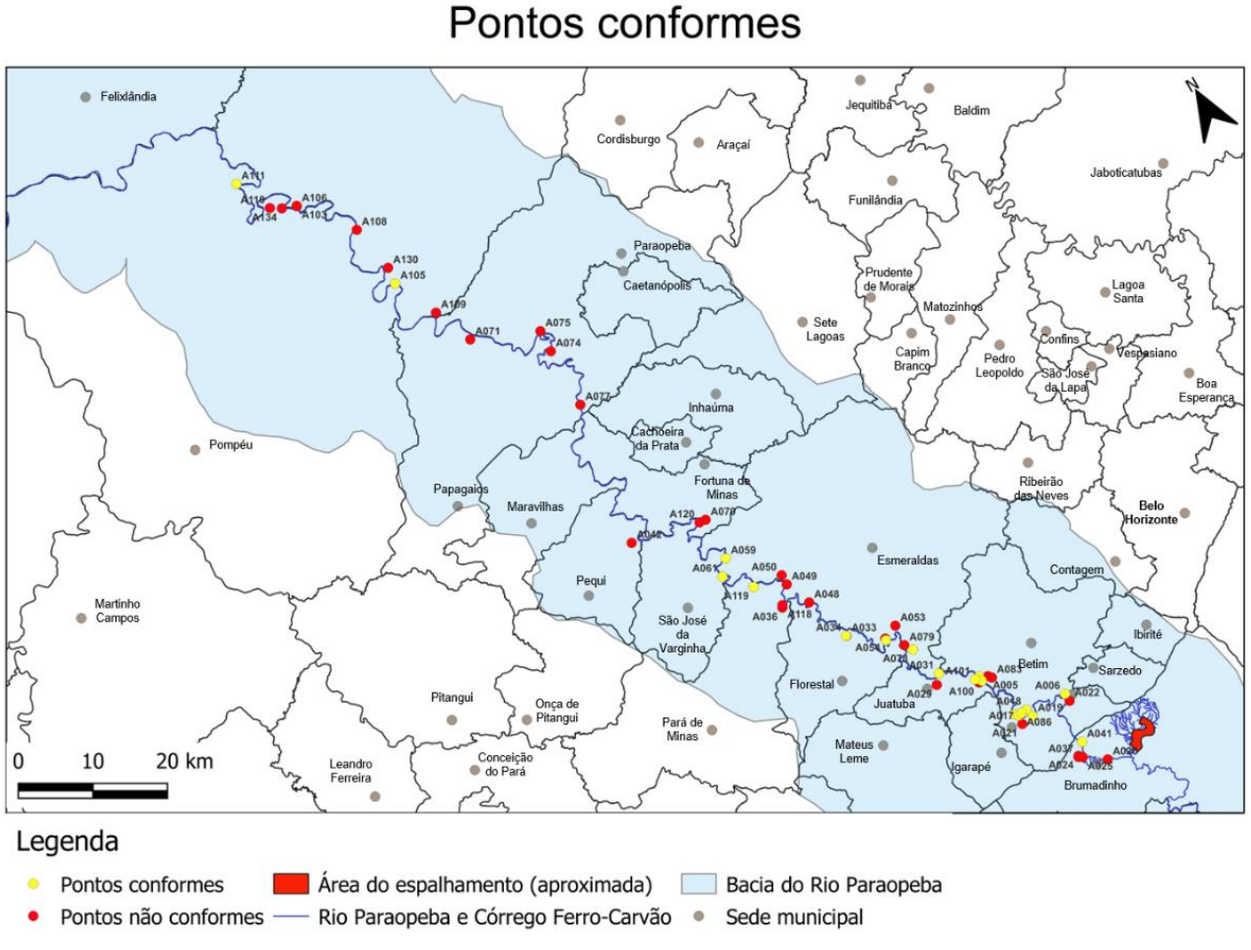


Figura 23- Localização dos 52 poços amostrados na coleta de água subterrânea ao longo da bacia hidrográfica do rio Paraopeba, MG. Os pontos em vermelho indicam os poços onde alguma não-conformidade foi detectada

A Tabela 32 mostra as não-conformidades observadas e, nos mesmos pontos, as não-conformidades detectadas na análise de metais e metalóides, de acordo com os dados descritos no Relatório Final do Subprojeto 16.

Número do documento: 22072121082434900009553475694
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082434900009553475694
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 32- Localidades onde não-conformidades foram observadas na análise dos analitos NVOCs, SVOCs e VOCs nas amostras de água subterrânea.

Pontos com não-conformidades			Analitos orgânicos não-conformes (NVOC, SVOC e VOC)	Metais ou metalóides não-conformes[a]
Posição calha	Ponto coleta	Número poço		
5	A020	50	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
7	A037	46	cloreto de vinila (VOC), endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	urânio, chumbo
8	A025	49	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	urânio
9	A024	45	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	manganês, urânio
11	A022	51	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
16	A021	55	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	urânio
22	A083	39	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
24	A100	37	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
25	A005	36	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
31	A029	72	cloreto de vinila (VOC)	ferro
33	A079	91	benzeno (VOC), 1,2- dicloroetano (VOC), etilbenzeno (VOC), *o*-xileno + *m*-xileno + *p*-xileno (VOC), estireno (VOC)	ferro
34	A053	30	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	ferro
35	A054	31	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	ferro, manganês
38	A033	29	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
40	A048	96	benzeno (VOC), 1,2- dicloroetano (VOC), etilbenzeno (VOC), *o*-xileno + *m*-xileno + *p*-xileno (VOC), estireno (VOC), 1,2,3-triclorobenzeno + 1,2,4-triclorobenzeno + 1,3,5-triclorobenzeno (VOC)	–––
42	A036	25	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
43	A118	95	benzeno (VOC), 1,2- dicloroetano (VOC), etilbenzeno (VOC), *o*-xileno + *m*-xileno + *p*-xileno (VOC), estireno (VOC), 1,2,3-triclorobenzeno + 1,2,4-triclorobenzeno + 1,3,5-triclorobenzeno (VOC)	–––
44	A049	24	benzoantraceno (SVOC), endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	ferro
46	A050	21	benzoantraceno (SVOC), endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
52	A120	13	benzoantraceno (SVOC), endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
53	A070	14	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	alumínio, ferro
56	A042	100	benzeno (VOC), 1,2- dicloroetano (VOC), etilbenzeno (VOC), *o*-xileno + *m*-xileno + *p*-xileno (VOC), estireno (VOC), 1,2,3-triclorobenzeno + 1,2,4-triclorobenzeno + 1,3,5-triclorobenzeno (VOC)	–––
58	A077	8	*trans*-1,2-dicloroeteno (VOC), *cis*-1,2-dicloroeteno (VOC), tetracloreto de carbono (VOC), endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
59	A074	7	*cis*-1,2-dicloroeteno (VOC), tetracloreto de carbono (VOC), benzoantraceno (SVOC), endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	manganês
60	A075	4	*cis*-1,2-dicloroeteno (VOC), tetracloreto de carbono (VOC), benzoantraceno (SVOC), endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
61	A071	3	benzoantraceno (SVOC), criseno (SVOC), endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
62	A103	61	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
65	A130	124	benzoantraceno (SVOC), *trans*-1,2-dicloroeteno (VOC), *cis*-1,2-dicloroeteno (VOC), tetracloreto de carbono (VOC), cloreto de vinila (VOC)	–––
68	A108	23	benzoantraceno (SVOC), endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	–––
69	A106	59	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	manganês

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Pontos com não-conformidades			Analitos orgânicos não-conformes (NVOC, SVOC e VOC)	Metais ou metalóides não-conformes[a]
Posição calha	Ponto coleta	Número poço	Posição calha	Ponto coleta
71	A134	67	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	ferro
72	A110	70	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	---
73	A109	64	endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato (SVOC)	---

[a]Dados obtidos no relatório final do Subprojeto 16

Os dados indicam que dos 52 pontos analisados, 33 apresentaram algum tipo de não-conformidade, representando 63,5 % do total. Dos 33 pontos de não-conformidade para os compostos orgânicos, 20 pontos estavam com concentrações de metais e metalóides abaixo dos valores máximos permitidos pela resolução CONAMA 396/08. As exceções foram os seguintes 13 pontos: A037, A025, A024, A021, A029, A79, A053, A054, A049, A070, A074, A106 e A134. Para esses, foram observados valores anômalos para urânio, chumbo, manganês, alumínio e ferro. Esses resultados indicam que não há uma correlação clara entre os níveis dos compostos orgânicos e metais/metaloides, ao menos para aqueles previstos na Resolução CONAMA 396/08.

Observa-se, também, que as não-conformidades ocorreram em poços localizados ao longo da calha do Rio Paraopeba (Figura 23).

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

5.6. ANÁLISES *UNTARGETED* POR LC-HRMS/MS

5.6.1. Análises de *Screening*

As análises de *screening* realizadas nas amostras de águas superficiais indicaram a presença de alguns contaminantes previstos na resolução CONAMA 396/08, porém em níveis inferiores ao limite de quantificação praticável. A Tabela 33 apresenta os resultados obtidos para cada composto avaliado, considerando os seguintes parâmetros: limite de quantificação praticável (LQP) da Resolução CONAMA 396/08, capacidade de detecção (CCβ), acordância média (ACOm) e concordância (CON).

Tabela 33- Principais resultados de validação qualitativa para amostras de água subterrânea

Analitos	LQP (μg/L)	CCβ (μg/L)	ACOm	CON
2,4-D	2,0	1,0	1	1
alaclor	0,10	0,05	1	1
aldicarb sulfona	3,0	1,5	1	1
aldicarb sulfóxido	3,0	1,5	1	1
atrazina	0,50	0,25	1	1
bentazona	30,0	15,0	1	1
carbofuran	5,0	2,5	1	1
clorpirifós	2,0	1,0	1	1
malation	2,0	1,0	1	1
metolacloro	0,10	0,05	1	1
molinato	5,0	2,5	1	1
propanil	10,0	5,0	1	1
simazina	1,0	0,5	1	1

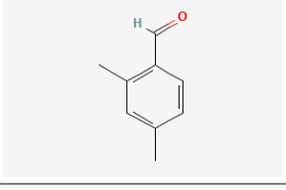
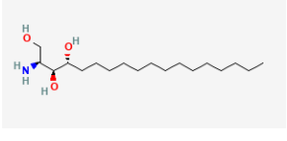
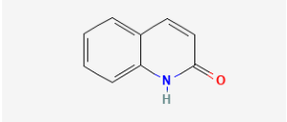
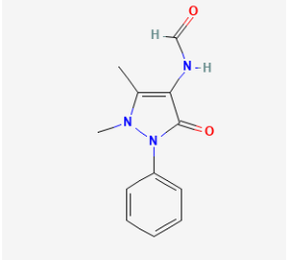
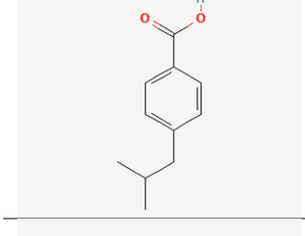
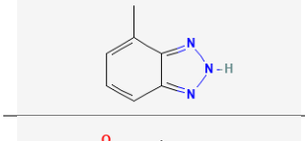
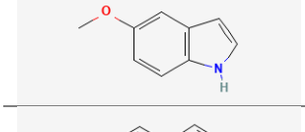
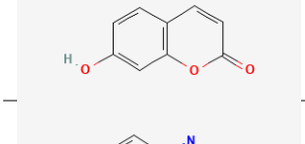
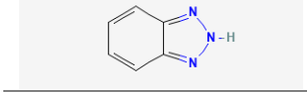
Na análise das 52 amostras de água subterrânea avaliadas, não foi verificada a presença de nenhum dos compostos validados em concentrações acima do CCβ.

5.6.2. Análises *Untargeted*

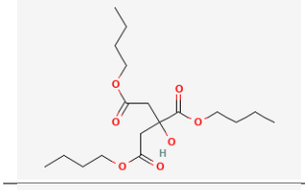
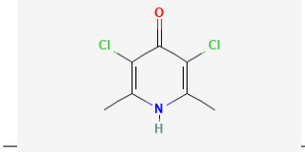
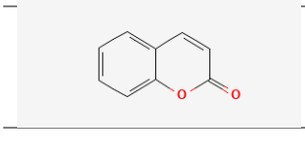
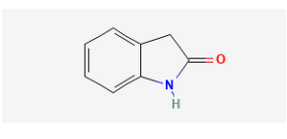
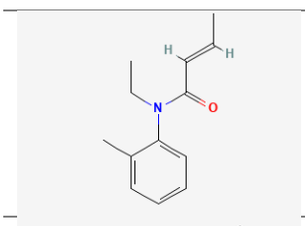
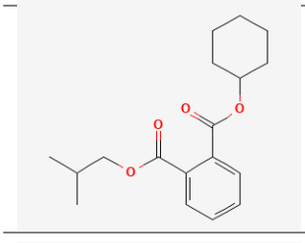
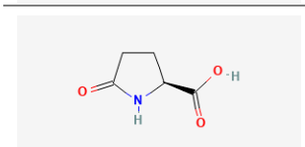
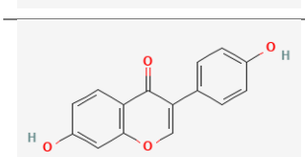
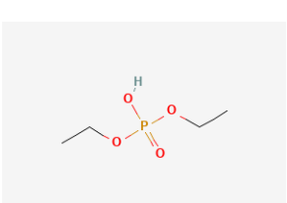
Nas análises *untargeted*, após aplicação dos critérios de aceitação previamente estabelecidos, foram tentativamente identificados 85 compostos em modo positivo e 60 em modo negativo. Com isso, totalizam-se 145 substâncias químicas distintas, identificadas em pelo menos uma das 52 amostras incluídas no estudo. As tabelas (Tabela 34 e Tabela 35) apresentam alguns desses compostos, para os modos positivo e negativo, respectivamente. Mais detalhes sobre os compostos listados nessas tabelas podem ser encontrados no Anexo V

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

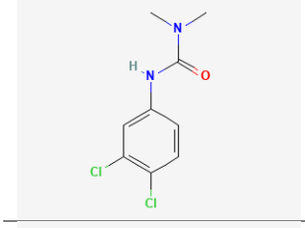
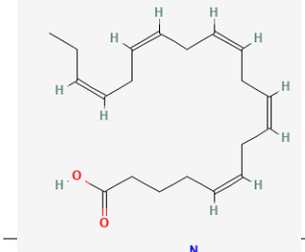
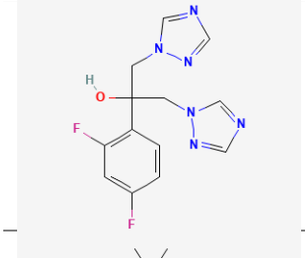
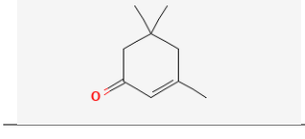
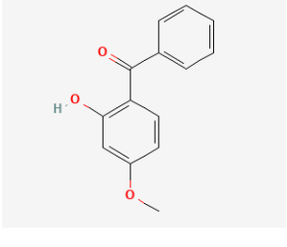
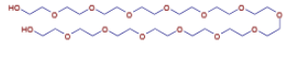
Tabela 34- Compostos orgânicos detectados nas amostras de água superficial no modo positivo

Estrutura química	Nome	Fórmula molecular	Descrição	Pontos detectados
	2,4-dimetilbenzaldeído	$C_9H_{10}O$	Composto orgânico utilizado na produção de agentes flavorizantes, fragrâncias, produtos agrícolas, pigmentos, resinas e outros.	A020, A006, A018, A086, A041, A005, A083, A024, A037, A025, A021, A019, A098, A100, A029, A102, A031, A101, A036, A034
	fitoesfingosina	$C_{18}H_{39}NO_3$	Fosfolipídeo que participa da formação de membranas biológicas e está envolvido em diversos processos celulares, encontrado em fungos, plantas e animais, incluindo humanos.	Todas as amostras
	2-hidroxiquinolina	C_9H_7NO	Metabólito intermediário produzido na degradação microbiana de quinolina.	A075
	4-formaminoantipirina	$C_{12}H_{13}N_3O_2$	Metabólito do medicamento aminofenazona, utilizado como analgésico, antiinflamatório e antipirético	A101
	ácido 4-isobutilbenzoico	$C_{11}H_{14}O_2$	Intermediário na síntese de compostos como o fármaco ibuprofeno.	A020, A006, A022, A037, A019, A101, A036, A034, A033, A118, A053, A054, A099, A070 e A042
	4-metilbenzotriazol	$C_7H_7N_3$	Derivado de benzotriazol utilizado como inibidor de corrosão.	A098, A106, A109, A111, A134, A110
	5-metoxindol	C_9H_9NO	Composto da classe dos indóis.	A099, A075
	7-hidroxicumarina	$C_9H_6O_3$	Metabólito primário de plantas e componente de alimentos.	A033, A070, A075, A105
	benzotriazol	$C_6H_5N_3$	Inibidor de corrosão para cobre e ligas de cobre, amplamente utilizado em indústrias.	A022, A024, A031

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

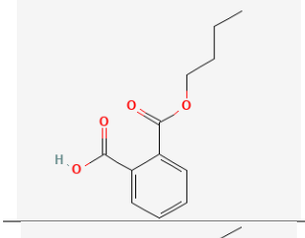
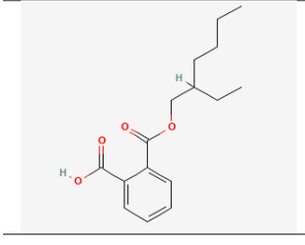
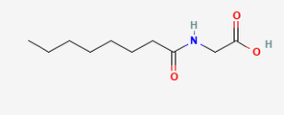
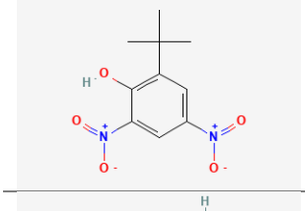
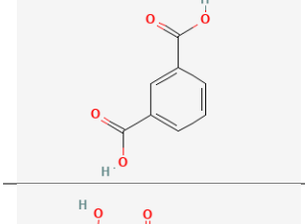
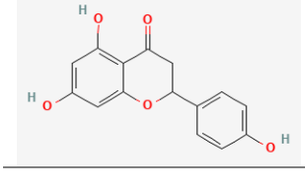
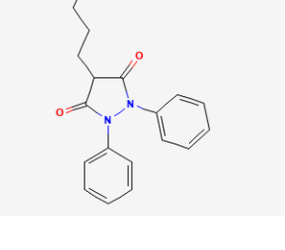
Estrutura química	Nome	Fórmula molecular	Descrição	Pontos detectados
	tributilcitrato (ciproflex 4)	$C_{18}H_{32}O_7$	Composto utilizado como aditivo de alimentos e do revestimento de fármacos. Plastificante do PVC e de outros plásticos similares.	A005, A037, A031, A101, A053, A054, A099, A078 e A079
	clopidol	$C_7H_7Cl_2NO$	Composto utilizado em medicamento veterinário contra o crescimento de parasitas patogênicos.	A118
	cumarina	$C_9H_6O_2$	Metabólito encontrado naturalmente em diversos tipos de plantas	A029, A101, A054, A099, A078, A075, A077
	2-oxindol	C_8H_7NO	Metabólito produzido por bactérias a partir do aminoácido triptofano. Presente em fezes humanas, e em algumas plantas e	A099 e A075
	crotamiton	$C_{13}H_{17}NO$	Acaricida utilizado no tratamento de sarna no alívio de coceiras, disponível na forma de creme ou loção	A109
	ftalato de cicloexila isobutila	$C_{18}H_{24}O_4$	Composto da classe dos ftalatos, que são utilizados na produção de plásticos.	A053 e A049
	ácido piroglutâmico	$C_5H_7NO_3$	Metabólito endógeno da classe dos derivados de aminoácidos.	A006, A041, A005, A024, A025, A021, A029, A102, A033, A118, A054, A080, A120, A050, A048, A059, A103 e A042
	daidzein	$C_{15}H_{10}O_4$	Metabólito endógeno encontrado em algumas plantas, com ação antioxidante e fitoestrogênica.	A099
	dietilfosfato	$C_4H_{11}O_4P$	Metabólito da classe dos dialquil fosfatos, que está presente em todos os organismos vivos.	A020, A006, A022, A017, A018, A086, A041, A005, A083, A024, A037, A025, A021, A019, A098, A100, A029, A102, A031, A101, A036, A034, A033, A118, A053, A054, A099, A080, A078, A079

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

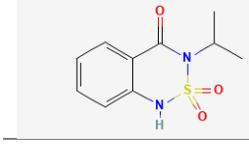
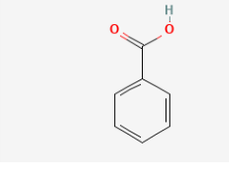
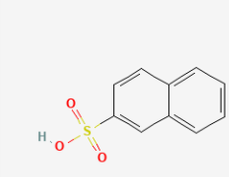
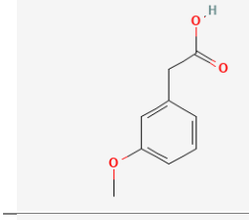
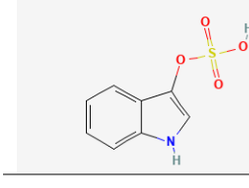
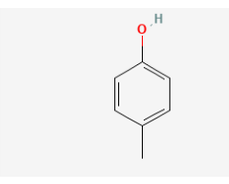
Estrutura química	Nome	Fórmula molecular	Descrição	Pontos detectados
	diuron	$C_9H_{10}Cl_2N_2O$	Algicida e herbicida que age por inibição da fotossíntese.	A017 e A031
	ácido eicosapentanóico	$C_{20}H_{30}O_2$	Ácido graxo poliinsaturado encontrado em peixes e um dos constituintes do ômega-3.	A005, A130, A105, A071, A108, A103, A042, A106, A109, A111 e A134
	fluconazol	$C_{13}H_{12}F_2N_6O$	Medicamento antifúngico da classe dos triazois.	A022, A017, A024, A021, A031 e A048
	isoforona	$C_9H_{14}O$	Metabólito secundário de plantas, pertencente à classe das cicloexanonas.	Todas as amostras
	oxibenzona	$C_{14}H_{12}O_3$	Derivativo da benzofenona utilizado em protetores solares e outros cosméticos.	A006, A022, A017, A018, A086, A041, A005, A083, A024, A025, A021, A019, A098, A100, A029, A031, A101, A036, A034, A033, A118, A053, A054, A099, A078, A079, A119, A120, A070, A050, A049, A048, A059, A075, A074, A077, A106, A109 e A111
	PEG 14	$C_{28}H_{58}O_{15}$	Polímero presente em cosméticos e produtos de higiene pessoal.	Todas as amostras

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 35- Compostos orgânicos detectados nas amostras de água superficial no modo negativo

Estrutura química	Nome	Fórmula molecular	Descrição	Pontos detectados
	monobutil ftalato	$C_{12}H_{14}O_4$	Metabólito do dibutil ftalato, que é um plastificante presente em diversos produtos de uso comum.	A022, A083, A021, A100, A101, A034, A118, A053, A054, A099, A120, A070, A049, A048, A059, A074, A077, A130, A105, A071, A042 e A109
	mono(2-etilexil) ftalato (MEHP)	$C_{16}H_{22}O_4$	Metabólito do di(2-etilexil) ftalato, que é um plastificante presente em diversos produtos de uso comum.	A020, A006, A022, A017, A024, A025, A021, A100, A029, A101, A033, A118, A054, A099, A080, A078, A120, A070, A050, A049, A048, A075, A105 e A110
	capriloil glicina	$C_{10}H_{19}NO_3$	Metabólito endógeno da classe das acilglicinas. Comumente utilizado como ingrediente de cosméticos, com função condicionante ou surfactante.	A099, A070, A050, A049, A048, A075, A074, A077, A105, A108, A106 e A134
	dinoterb	$C_{10}H_{12}N_2O_5$	Composto utilizado como herbicida e raticida.	A070
	ácido isoftálico	$C_8H_6O_4$	Composto utilizado industrialmente na produção do polímero PET e de outros tipos de resinas.	Todas as amostras, exceto A134 e A110
	naringenina	$C_{15}H_{12}O_5$	Composto da classe dos flavonoides encontrado em diversas frutas e ervas.	A075
	fenilbutazona	$C_{19}H_{20}N_2O_2$	Composto utilizado como anti-inflamatório, antipirético e analgésico.	A031

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Estrutura química	Nome	Fórmula molecular	Descrição	Pontos detectados
	bentazona	$C_{10}H_{12}N_2O_3S$	Herbicida da classe das tiadiazinas.	A020, A022, A034, A075, A074, A077, A130, A105, A071, A108, A042, A106, A109, A111 e A134
	ácido benzóico	$C_7H_6O_2$	Metabólito de diversas plantas. Aditivo alimentar com função de preservativo. Precursor da síntese industrial de várias substâncias.	Todas as amostras, exceto A034 e A134
	ácido 2-naftalenosulfônico	$C_{10}H_8O_3S$	Composto utilizado na fabricação de corantes, já reportado como contaminante ambiental.	A005, A083, A024, A037, A025, A019, A098, A100, A029, A101, A033, A118, A119, A070, A049, A075, A074, A077, A130, A105, A071, A108, A042 e A134
	ácido 3-metoxifenilacético	$C_9H_{10}O_3$	Material de partida para a síntese industrial de um grande número de compostos. Metabólito produzido por certos fungos que habitam os solos	A075
	3-indoxilsulfato	$C_8H_7NO_4S$	Metabólito do aminoácido triptofano que ocorre na urina e no sangue de mamíferos.	A075
	4-metilfenol (p-cresol)	C_7H_8O	Metabólito produzido pela microbiota intestinal de humanos e animais. Industrialmente, é utilizado na produção de diversos compostos.	A099 e A075

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

6. AVALIAÇÃO DE IMPACTOS

Os resultados reportados neste Relatório Final, referente ao Subprojeto 14 do Projeto Brumadinho/UFMG, mostraram, com relação à Resolução CONAMA 396/08, a ocorrência de valores não-conformes para 13 compostos orgânicos no total, 3 classificados como SVOCs, i.e., criseno, benzoantraceno e endosulfans (endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato) e 9 classificados como VOCs, i.e., cloreto de vinila, *trans*-1,2-dicloroeteno, *cis*-1,2-dicloroeteno, tetracloreto de carbono, benzeno, 1,2-dicloroetano, etilbenzeno, xilenos e triclorobenzenos.

No caso dos VOCs, entre as 9 ocorrências de valores de concentração acima do limite de decisão (LDC), as seguintes classes de compostos foram encontradas: hidrocarbonetos alifáticos clorados, benzeno + seus derivados clorados e etilbenzeno + estireno + xilenos.

Com relação à localização geográfica, foi possível observar perfis de distribuição semelhantes para compostos da mesma classe, ou seja, os VOCs e HPAs (benzoantraceno e criseno), ao longo do Rio Paraopeba. Isto indica que pode realmente estar havendo percolação desses compostos da superfície para as águas subterrâneas e que a origem deles é a mesma. Uma atribuição de possíveis fontes desses contaminantes, presentes nessas áreas de coleta, não é possível de ser feita apenas com os resultados deste subprojeto. As informações de descrição dos locais de coleta, nesse caso, infelizmente, não contribuíram para um esclarecimento desta questão e dados de outros Subprojetos ainda não estão disponíveis.

Para o caso dos agrotóxicos da família dos endosulfans (endosulfan I + endosulfan II + endosulfan sulfato), sua presença nos 27 pontos mencionados se deve, provavelmente, ao uso nas lavouras da região. Esse resultado é preocupante porque o uso dos endosulfans está proibido no Brasil devido seus efeitos colaterais danosos aos humanos e ao ecossistema.

As análises *untargeted*, de compostos que não estão no escopo da Resolução CONAMA 396/08, possibilitaram a identificação de 145 compostos orgânicos presentes nas amostras. São compostos nocivos à saúde humana e do meio ambiente, como medicamentos, fungicidas e compostos utilizados em processos industriais.

Finalmente, deve-se enfatizar que uma avaliação mais detalhada dos impactos ambientais poderá ser feita a partir da associação dos dados reportados no presente relatório com os

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

resultados oriundos de outros subprojetos, como por exemplo o Subprojeto 23 (compostos orgânicos em solos e rejeitos) e Subprojeto 17+19 (compostos orgânicos em águas superficiais) que ainda não estão finalizados.

Os resultados deixam clara a importância de um levantamento detalhado de possíveis fontes de compostos orgânicos e ainda da continuidade de uma investigação sobre a qualidade de águas subterrâneas da região, com relação à presença desses compostos. Esta investigação deve considerar uma malha amostral maior, incluindo não apenas poços outorgados ou em processo de outorga, mas todos que estão sendo utilizados como fonte de água para os mais diversos fins.

Considerando-se a toxicidade desses compostos orgânicos e o aumento do uso da água dessa região para os diversos fins (consumo humano, dessedentação animal e irrigação), após o rompimento da Barragem do Córrego do Feijão, os resultados mostram também a importância de uma investigação da área da saúde, incluindo avaliação de possíveis riscos à saúde humana.

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

7. CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os 53 métodos analíticos validados para a determinação de compostos orgânicos presentes na Resolução CONAMA 396/08 foram utilizados nas análises das amostras de água subterrânea coletadas em 52 pontos distintos pertencentes à bacia do rio Paraopeba. Esses locais de coleta situam-se no máximo a 1000 m das margens do Rio Paraopeba e pertencem a empreendimento ou a propriedades rurais.

Com relação à Resolução 396/08 foram encontrados valores de concentração acima do VMP para 12 compostos orgânicos no total, 3 classificados como SVOCs e 9 classificados como VOCs. No caso dos SVOCs, 2 deles pertencem à classe dos HPAs, os quais são compostos produzidos pela pirólise ou combustão incompleta de matéria orgânica e sua ocorrência está associada ao aumento das atividades industriais em geral, destacando-se a queima de combustíveis, processos de defumação e cocção de carnes e frituras sob temperatura extremamente elevada, a fumaça de tabaco, queima de pneus plásticos e outros materiais. O outro SVOC detectado (endosulfan I + endosulfan II + endosulfgan sulfato) é um agrotóxico cujo uso está proibido no Brasil. Sua origem está relacionada, provavelmente, a seu uso nas lavouras da região, o qual, após aplicação, infiltra no solo e atinge os mananciais de água subterrânea.

No caso dos VOCs, entre as 9 ocorrências de valores de concentração acima do VMP, três tipos de compostos foram encontrados: hidrocarbonetos alifáticos clorados, benzeno + seus derivados clorados e etilbenzeno + xilenos + estireno. A presença dos hidrocarbonetos alifáticos clorados é um indicativo de contaminação por atividades industriais. Já a presença de benzeno + seus derivados clorados e etilbenzeno + xilenos + estireno está associada, em geral, a contaminações por combustíveis fósseis. Uma atribuição de possíveis fontes desses contaminantes, presentes nessas áreas de coleta, não é possível de ser feita apenas com os resultados deste subprojeto. As informações de descrição dos locais de coleta, nesse caso, infelizmente, não contribuíram para um esclarecimento desta questão e dados de outros Subprojetos ainda não estão disponíveis.

Com as análises *untargeted*, foi possível identificar 145 compostos orgânicos presentes nas amostras, os quais não estão no escopo da Resolução CONAMA 396/08. São compostos

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384026 - Pág. 11

nocivos à saúde humana e do meio ambiente, como medicamentos, fungicidas e compostos utilizados em processos industriais.

Considerando a importância desses achados, em termos de frequência de valores de concentração de compostos orgânicos acima dos valores de qualidade preconizados pela Resolução CONAMA 396/08, toxicidade desses compostos, e ao aumento do uso da água dessa região para diversos fins, é importante ressaltar a continuidade de um monitoramento dessas águas subterrâneas.

É importante dizer que o IGAM (Instituto Mineiro de Gestão das Águas) iniciou o monitoramento da qualidade das águas subterrâneas em 2005, implementando a Rede Estadual de Monitoramento de Qualidade de Águas Subterrâneas. O último relatório publicado pelo IGAM descreve os resultados do monitoramento das redes Norte de Minas, Bacia do Rio das Velhas, Guarani, para o período dos anos hidrológicos de 2015 a 2017, e da rede Bauru, para o período de 2011 a 2017. Os resultados reportados mostraram que todos os agroquímicos monitorados estavam abaixo dos limites de detecção dos métodos analíticos utilizados. Poucas ocorrências para fenóis totais foram observadas. No entanto, análises com os endosulfans (endosulfan I + endosulfan II + endosulfgan sulfato) não foram realizadas, o que evidencia a importância dos resultados descritos no presente relatório. Independente da origem, no caso de não-conformidades foi recomendada a restrição/vedação do consumo dessas águas. Ainda foi ponderada uma ampliação da rede de monitoramento e aumento do número de medições para um melhor conhecimento das características das águas dos aquíferos estudados (http://www.repositorioigam.meioambiente.mg.gov.br/bitstream/123456789/612/1/Resumo_Executivo_2016_Agua_Subteranea.pdf, acessado em 18/06/2022).

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Ambade, B., Sethi, S. S., Kumar, A., Sankar, T. K., & Kurwadkar, S. (2021). Health Risk Assessment, Composition, and Distribution of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs) in Drinking Water of Southern Jharkhand, East India. *Archives of Environmental Contamination and Toxicology*, *80*(1), 120-133. doi:10.1007/s00244-020-00779-y

Araujo, D. M., Yoshida, M. I., Takahashi, J. A., Carvalho, C. F., & Stapelfeldt, F. (2010). Biodegradation studies on fatty amines used for reverse flotation of iron ore. *International Biodeterioration & Biodegradation*, *64*, 151-155. doi:10.1016/j.ibiod.2010.01.004

Babushkina, Y. A., & Nazarenko, N. N. (2018). Migration of pollutants and contamination of groundwater when mining iron ore. *Theoretical and Applied Ecology*, *3*, 55-61. doi:10.25750/1995-4301-2018-3-055-061

Bi, E., Liu, Y., He, J., Wang, Z., & Liu, F. (2012). Screening of Emerging Volatile Organic Contaminants in Shallow Groundwater in East China. *Groundwater Monitoring & Remediation*, *32*(1), 53-58. doi:10.1111/j.1745-6592.2011.01362.x

Bilkova, Z., Mala, J., & Hrich, K. (2019). Fate and behaviour of veterinary sulphonamides under denitrifying conditions. *Science of the Total Environment*, *695*, 133824. doi:10.1016/j.scitotenv.2019.133824

Burke, V., Richter, D., Greskowiak, J., Mehrtens, A., Schulz, L., & Massmann, G. (2016). Occurrence of Antibiotics in Surface and Groundwater of a Drinking Water Catchment Area in Germany. *Water Environment Research*, *88*(7), 652-659. doi:10.2175/106143016X14609975746604

Chaulya, S. K., Trivedi, R., Kumar, A., Tiwary, R. K., Singh, R. S., Pandey, P. K., & Kumar, R. (2019). Air quality modelling for prediction of dust concentrations in iron ore mines of Saranda region, Jharkhand, India. *Atmospheric Pollution Research*, *10*(3), 675-688. doi:10.1016/j.apr.2018.11.005

Chen, D., Feng, O., Liang, H., Gao, B., & Alam, E. (2019). Distribution characteristics and ecological risk assessment of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in underground coal

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384026 - Pág. 13

mining environment of Xuzhou. *Human and Ecological Risk Assessment: An International Journal, 25*(6), 1564-1578. doi:10.1080/10807039.2018.1489715

Chen, L., Jin, S., Liu, Y., & Liu, F. (2014). Presence of Semi-Volatile Organic Contaminants in Shallow Groundwater of Selected Regions in China. *Groundwater Monitoring & Remediation, 34*(4), 33-43. doi:10.1111/gwmr.12078

Diami, S. M., Kusin, F. M., & Madzin, Z. (2016). Potential ecological and human health risks of heavy metals in surface soils associated with iron ore mining in Pahang, Malaysia. *Environmental Science and Pollution Research International, 23*(20), 21086-21097. doi:10.1007/s11356-016-7314-9

Huba, A. K., Mirabelli, M. F., & Zenobi, R. (2018). High-throughput screening of PAHs and polar trace contaminants in water matrices by direct solid-phase microextraction coupled to a dielectric barrier discharge ionization source. *Analytica Chimica Acta, 1030*, 125-132. doi:10.1016/j.aca.2018.05.050

Jahanshahi, R., & Zare, M. (2015). Assessment of heavy metals pollution in groundwater of Golgohar iron ore mine area, Iran. *Environmental Earth Sciences, 74*(1), 505-520. doi:10.1007/s12665-015-4057-8

Lemaire, G. G., McKnight, U. S., Schulz, H., Roost, S., & Bjerg, P. L. (2020). Evidence of Spatio-Temporal Variations in Contaminants Discharging to a Peri-Urban Stream. *Ground Water Monitoring & Remediation, 40*(2), 40-51.

Martínez-López, S., Martínez-Sánchez, M. J., & Pérez-Sirvent, C. (2021). Do Old Mining Areas Represent an Environmental Problem and Health Risk? A Critical Discussion through a Particular Case. *Minerals, 11*(6), 594-616. doi:10.3390/min11060594

Pinheiro, T. M. M., Polignano, M. V., Goulart, E. M. A., & Procópio, J. C. (2019). *Mar de lama da Samarco na bacia do rio Doce: em busca de respostas*. Belo Horizonte - Minas Gerais: Instituto Guaicuy / Projeto Manuelzão da UFMG.

Shestakova, M., & Sillanpaa, M. (2013). Removal of dichloromethane from ground and wastewater: a review. *Chemosphere, 93*(7), 1258-1267. doi:10.1016/j.chemosphere.2013.07.022

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Székács, A., Mörtl, M., & Darvas, B. (2015). Monitoring Pesticide Residues in Surface and Ground Water in Hungary: Surveys in 1990–2015. *Journal of Chemistry,* Article ID 717948. doi:10.1155/2015/717948

Vasseghian, Y., Hosseinzadeh, S., Khataee, A., & Dragoi, E. N. (2021). The concentration of persistent organic pollutants in water resources: A global systematic review, meta-analysis and probabilistic risk assessment. *Science of the Total Environment, 796*, 149000. doi:10.1016/j.scitotenv.2021.149000

Wang, X. W., Zhong, N. N., Hu, D. M., Liu, Z. Z., & Zhang, Z. H. (2009). Polycyclic aromatic hydrocarbon (PAHs) pollutants in groundwater from coal gangue stack area: characteristics and origin. *Water Science & Technology, 59*(5), 1043-1051. doi:10.2166/wst.2009.050

Yang, Y. Y., Zhao, J. L., Liu, Y. S., Liu, W. R., Zhang, Q. Q., Yao, L., Ying, G. G. (2018). Pharmaceuticals and personal care products (PPCPs) and artificial sweeteners (ASs) in surface and ground waters and their application as indication of wastewater contamination. *Science of the Total Environment, 616-617,* 816-823. doi:10.1016/j.scitotenv.2017.10.241

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25
Num. 9557384026 - Pág. 15

ANEXO I – RELATÓRIO EMITIDO PELA EMPRESA QUE REALIZOU A COLETA DAS AMOSTRAS

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

Folha: 1/23

Ensaios NBR ISO/IEC 17025
CRL 0195

CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

LABORATÓRIO DE ÁGUA E EFLUENTES LÍQUIDOS

Cliente: Fundação de Desenvolvimento da Pesquisa

Endereço: Avenida Presidente Antônio Carlos, 6627
Pampulha
31.270-901 Belo Horizonte, MG

Contato: Daysy Moreira daisymoreira@fundep.ufmg.br

Guia de Atendimento de Serviços (GAS) Nº: ISTMA-2021-600

Objeto: 52 (cinquenta e duas) amostras de água

Natureza do trabalho: Amostragem e preservação das amostras conforme SMEWW 1060 e PT 2112. Ensaio dos constituintes conforme SMEWW

Data de conclusão
27-10-2021

Data de emissão
04-11-2021

PATRICIA NERES DOS SANTOS:04494186694

Patricia Neres dos Santos
Química CRQ 2ª Reg. Nº 02102219
Responsável pelo Laboratório de Água e Efluentes Líquidos

Os resultados apresentados referem-se exclusivamente à(s) amostra(s) descrita(s) no item 1.
O CIT SENAI autoriza a reprodução deste certificado, desde que qualquer cópia sempre apresente seu conteúdo integral.

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

1 Identificação das amostras

Identificação do Laboratório	Data de coleta	Hora de coleta	Condições do tempo	Ponto	Coordenadas	
					Latitude	Longitude
15977	20-09-2021	10:21	Bom	Poço 50	-20° 8'45.25"	-44° 11'16.69"
16062	21-09-2021	09:45	Bom	Poço 40	-20° 2'45.69"	-44° 11'36.50"
16063	21-09-2021	11:00	Bom	Poço 51	-20° 3'29.08"	-44° 11'35.18"
16064	21-09-2021	14:45	Bom	Poço 119	-20° 2'25.91"	-44° 15'32.91"
16065	21-09-2021	16:00	Bom	Poço 120	-20° 2'19.00"	-44° 14'47.99"
16066	21-09-2021	15:25	Bom	Poço 123	-20° 2'22.00"	-44° 15'14.00"
16067	21-09-2021	11:47	Bom	Poço 134	-20° 6'35.99"	-44° 12'19.00"
16091	22-09-2021	15:50	Bom	Poço 36	-19° 58'37.00"	-44° 16'4.000"
16092	22-09-2021	15:05	Bom	Poço 39	-19° 58'52.00"	-44° 15'50.99"
16093	22-09-2021	09:46	Bom	Poço 45	-20° 7'23.99"	-44° 13'4.999"
16094	22-09-2021	10:05	Bom	Poço 46	-20° 7'27.99"	-44° 13'7.999"
16095	22-09-2021	10:36	Bom	Poço 49	-20° 7'38.99"	-44° 12'50.99"
16096	22-09-2021	11:42	Bom	Poço 55	-20° 3'7.000"	-44° 15'35.99"
16097	22-09-2021	12:30	Bom	Poço 116	-20° 2'58.99"	-44° 14'35.99"
16098	22-09-2021	13:49	Bom	Poço 117	-20° 2'11.00"	-44° 15'42.99"
16177	23-09-2021	10:15	Bom	Poço 37	-19° 58'41.59"	-44° 16'53.69"
16178	23-09-2021	11:00	Bom	Poço 72	-19° 57'13.99"	-44° 19'48.00"
16179	23-09-2021	09:15	Bom	Poço 74	-19° 58'17.99"	-44° 16'38.99"
16180	23-09-2021	14:20	Bom	Poço 76	-19° 56'33.00"	-44° 19'12.99"
16181	23-09-2021	09:45	Bom	Poço 83	-19° 58'20.99"	-44° 17'2.000"
16206	24-09-2021	11:30	Bom	Poço 25	-19° 46'9.999"	-44° 27'7.000"
16207	24-09-2021	09:10	Bom	Poço 28	-19° 50'28.93"	-44° 23'56.83"
16208	24-09-2021	09:30	Bom	Poço 29	-19° 50'30.20"	-44° 23'55.90"
16209	24-09-2021	11:00	Bom	Poço 95	-19° 45'59.99"	-44° 27'0.999"
16292	27-09-2021	13:10	Bom	Poço 30	-19° 51'42.40"	-44° 20'17.07"
16293	27-09-2021	12:20	Bom	Poço 31	-19° 52'10.89"	-44° 21'27.32"
16294	27-09-2021	15:30	Bom	Poço 80	-19° 58'42.00"	-44° 16'37.99"

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

1 Identificação das amostras (conclusão)

Identificação do Laboratório	Data de coleta	Hora de coleta	Condições do tempo	Ponto	Coordenadas	
					Latitude	Longitude
16295	27-09-2021	12:00	Bom	Poço 86	-19º 52'19.00"	-44º 21'27.99"
16296	27-09-2021	11:20	Bom	Poço 87	-19º 53'35.40"	-44º 19'35.39"
16297	27-09-2021	14:20	Bom	Poço 91	-19º 53'20.99"	-44º 20'25.99"
16341	28-09-2021	10:30	Bom	Poço 17	-19º 41'48.00"	-44º 29'55.00"
16342	28-09-2021	09:35	Bom	Poço 139	-19º 43'41.00"	-44º 28'14.00"
16421	29-09-2021	14:15	Bom	Poço 13	-19º 37'19.00"	-44º 29'22.00"
16422	29-09-2021	15:45	Bom	Poço 14	-19º 37'22.79"	-44º 28'51.39"
16423	29-09-2021	11:10	Bom	Poço 21	-19º 43'59.59"	-44º 25'55.48"
16424	29-09-2021	10:40	Bom	Poço 24	-19º 44'47.53"	-44º 25'56.19"
16425	29-09-2021	09:20	Bom	Poço 96	-19º 46'50.99"	-44º 25'7.999"
16426	29-09-2021	13:00	Bom	Poço 105	-19º 40'42.99"	-44º 29'0.000"
16531	30-09-2021	16:20	Nublado	Poço 124	-19º 8'26.00"	-44º 40'20.00"
16532	01-10-2021	11:25	Bom	Poço 03	-19º 16'20.99"	-44º 37'37.00"
16533	30-09-2021	11:50	Bom	Poço 04	-19º 18'29.60"	-44º 32'37.46"
16534	30-09-2021	11:00	Bom	Poço 07	-19º 20'13.99"	-44º 32'42.00"
16535	30-09-2021	10:10	Bom	Poço 08	-19º 24'54.90"	-44º 32'47.10"
16536	30-09-2021	14:25	Bom	Poço 128	-19º 9'44.99"	-44º 40'28.00"
16537	01-10-2021	09:05	Bom	Poço 100	-19º 36'3.999"	-44º 34'40.00"
16538	01-10-2021	14:40	Bom	Poço 23	-19º 4'42.34"	-44º 40'57.81"
16539	01-10-2021	15:40	Bom	Poço 61	-19º 13'15.00"	-44º 38'51.99"
16559	04-10-2021	09:35	Bom	Poço 59	-19º 0'49.99"	-44º 44'3.000"
16560	04-10-2021	10:40	Bom	Poço 64	-18º 57'1.999"	-44º 47'12.99"
16561	04-10-2021	11:15	Bom	Poço 65	-18º 54'2.999"	-44º 47'9.999"
16563	04-10-2021	14:30	Bom	Poço 67	-19º 0'32.99"	-44º 44'47.00"
16564	04-10-2021	16:05	Bom	Poço 70	-18º 59'54.99"	-44º 45'55.00"

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

2 Resultados

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-15977			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	20-09-2021	112	±	7,5E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	20-09-2021	137,5	±	6,2E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	20-09-2021	3,9	±	2,1E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	20-09-2021	6,8	±	4,6E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	20-09-2021	25,8	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	20-09-2021	25,0	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	20-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16062			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	21-09-2021	48,0	±	3,2E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	21-09-2021	69,8	±	3,2E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	21-09-2021	5,8	±	3,1E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	21-09-2021	6,0	±	4,1E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	21-09-2021	25,2	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	21-09-2021	28,0	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	21-09-2021	6,20	±	3,9E-01	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16063			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	21-09-2021	162	±	1,1E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	21-09-2021	52,4	±	2,4E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	21-09-2021	5,2	±	2,8E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	21-09-2021	6,9	±	4,7E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	21-09-2021	28,0	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	21-09-2021	27,5	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	21-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16064			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	21-09-2021	100	±	6,7E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	21-09-2021	70,3	±	3,2E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	21-09-2021	5,6	±	3,0E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	21-09-2021	6,5	±	4,4E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	21-09-2021	30,9	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	21-09-2021	32,5	±	1,3E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	21-09-2021	1,36	±	8,6E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16065			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	21-09-2021	75,0	±	5,1E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	21-09-2021	65,5	±	3,0E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	21-09-2021	6,2	±	3,4E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	21-09-2021	6,7	±	4,6E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	21-09-2021	25,1	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	21-09-2021	33,0	±	1,3E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	21-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16066			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	21-09-2021	113	±	7,6E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	21-09-2021	68,1	±	3,1E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	21-09-2021	5,4	±	3,0E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	21-09-2021	6,7	±	4,6E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	21-09-2021	26,8	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	21-09-2021	33,0	±	1,3E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	21-09-2021	0,82	±	5,2E-02	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16067			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	21-09-2021	49,0	±	3,3E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	21-09-2021	71,5	±	3,2E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	21-09-2021	3,8	±	2,1E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	21-09-2021	5,5	±	3,7E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	21-09-2021	23,4	±	9,4E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	21-09-2021	28,0	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	21-09-2021	35,4	±	2,2E+00	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16091			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	22-09-2021	98,0	±	6,6E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	22-09-2021	62,3	±	2,8E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	22-09-2021	6,7	±	3,6E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	22-09-2021	6,2	±	4,2E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	22-09-2021	23,7	±	9,5E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	22-09-2021	33,5	±	1,3E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	22-09-2021	5,06	±	3,2E-01	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16092			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	22-09-2021	126	±	8,5E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	22-09-2021	67,3	±	3,1E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	22-09-2021	4,7	±	2,5E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	22-09-2021	5,8	±	4,0E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	22-09-2021	25,9	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	22-09-2021	35,0	±	1,4E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	22-09-2021	5,38	±	3,4E-01	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

Folha: 7/23

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16093			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	22-09-2021	113	±	7,6E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	22-09-2021	28,8	±	1,3E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	22-09-2021	6,4	±	3,5E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	22-09-2021	6,1	±	4,1E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	22-09-2021	24,1	±	9,6E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	22-09-2021	24,5	±	9,8E-01	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	22-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16094			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	22-09-2021	95,0	±	6,4E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	22-09-2021	119,1	±	5,4E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	22-09-2021	4,1	±	2,2E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	22-09-2021	6,1	±	4,1E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	22-09-2021	23,1	±	9,3E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	22-09-2021	26,0	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	22-09-2021	22,3	±	1,4E+00	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16095			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	22-09-2021	112	±	7,5E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	22-09-2021	6,8	±	3,1E-01	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	22-09-2021	6,4	±	3,5E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	22-09-2021	7,6	±	5,2E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	22-09-2021	25,2	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	22-09-2021	28,5	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	22-09-2021	7,35	±	4,6E-01	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

Folha: 8/23

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16096			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	22-09-2021	21,0	±	1,4E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	22-09-2021	46,2	±	2,1E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	22-09-2021	5,2	±	2,8E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	22-09-2021	5,9	±	4,0E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	22-09-2021	26,0	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	22-09-2021	30,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	22-09-2021	2,35	±	1,5E-01	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16097			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	22-09-2021	96,0	±	6,5E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	22-09-2021	36,3	±	1,6E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	22-09-2021	6,4	±	3,5E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	22-09-2021	6,8	±	4,6E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	22-09-2021	28,0	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	22-09-2021	32,0	±	1,3E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	22-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16098			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	22-09-2021	103	±	6,9E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	22-09-2021	40,6	±	1,8E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	22-09-2021	6,5	±	3,5E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	22-09-2021	6,7	±	4,6E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	22-09-2021	25,7	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	22-09-2021	33,0	±	1,3E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	22-09-2021	2,55	±	1,6E-01	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16177			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	23-09-2021	193	±	1,3E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	23-09-2021	205,8	±	9,3E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	23-09-2021	5,1	±	2,8E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	23-09-2021	7,2	±	4,9E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	23-09-2021	23,5	±	9,4E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	23-09-2021	29,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	23-09-2021	0,74	±	4,7E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16178			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	23-09-2021	51,0	±	3,4E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	23-09-2021	158,4	±	7,2E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	23-09-2021	3,5	±	1,9E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	23-09-2021	6,1	±	4,1E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	23-09-2021	24,1	±	9,7E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	23-09-2021	29,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	23-09-2021	20,4	±	1,3E+00	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16179			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	23-09-2021	124	±	8,4E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	23-09-2021	790,2	±	3,6E+01	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	23-09-2021	6,8	±	3,7E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	23-09-2021	6,4	±	4,3E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	23-09-2021	24,7	±	9,9E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	23-09-2021	25,0	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	23-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16180 Valor	±	Incerteza	Método de ensaio
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	23-09-2021	216	±	1,5E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	23-09-2021	218,7	±	9,9E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	23-09-2021	3,6	±	2,0E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	23-09-2021	5,8	±	3,9E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	23-09-2021	26,1	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	23-09-2021	32,0	±	1,3E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	23-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16181 Valor	±	Incerteza	Método de ensaio
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	23-09-2021	157	±	1,1E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	23-09-2021	139,3	±	6,3E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	23-09-2021	3,5	±	1,9E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	23-09-2021	5,7	±	3,9E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	23-09-2021	24,7	±	9,9E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	23-09-2021	27,0	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	23-09-2021	3,97	±	2,5E-01	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16206 Valor	±	Incerteza	Método de ensaio
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	24-09-2021	107	±	7,2E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	24-09-2021	48,4	±	2,2E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	24-09-2021	4,8	±	2,6E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	24-09-2021	6,5	±	4,4E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	24-09-2021	28,7	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	24-09-2021	30,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	24-09-2021	14,0	±	8,9E-01	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16207			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	24-09-2021	239	±	1,6E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	24-09-2021	22,1	±	1,0E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	24-09-2021	3,1	±	1,7E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	24-09-2021	6,4	±	4,4E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	24-09-2021	21,9	±	8,8E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	24-09-2021	22,0	±	8,8E-01	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	24-09-2021	1,62	±	1,0E-01	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16208			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	24-09-2021	153	±	1,0E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	24-09-2021	52,5	±	2,4E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	24-09-2021	2,3	±	1,2E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	24-09-2021	6,0	±	4,1E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	24-09-2021	23,9	±	9,6E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	24-09-2021	23,5	±	9,4E-01	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	24-09-2021	22,2	±	1,4E+00	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16209			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	24-09-2021	126	±	8,5E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	24-09-2021	57,4	±	2,6E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	24-09-2021	4,1	±	2,2E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	24-09-2021	6,5	±	4,4E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	24-09-2021	27,0	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	24-09-2021	28,5	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	24-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

Folha: 12/23

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16292			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	27-09-2021	95,0	±	6,4E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	27-09-2021	26,4	±	1,2E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	27-09-2021	2,9	±	1,6E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	27-09-2021	6,2	±	4,2E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	27-09-2021	24,0	±	9,6E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	27-09-2021	34,0	±	1,4E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	27-09-2021	17,5	±	1,1E+00	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16293			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	27-09-2021	175	±	1,2E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	27-09-2021	-58,1	±	-2,6E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	27-09-2021	1,7	±	9,2E-02	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	27-09-2021	6,7	±	4,6E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	27-09-2021	22,2	±	8,9E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	27-09-2021	26,0	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	27-09-2021	20,5	±	1,3E+00	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16294			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	27-09-2021	88,0	±	5,9E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	27-09-2021	19,4	±	8,8E-01	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	27-09-2021	1,2	±	6,6E-02	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	27-09-2021	5,4	±	3,7E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	27-09-2021	22,3	±	8,9E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	27-09-2021	31,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	27-09-2021	24,4	±	1,5E+00	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

Folha: 13/23

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16295			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	27-09-2021	76,0	±	5,1E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	27-09-2021	10,6	±	4,8E-01	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	27-09-2021	2,5	±	1,3E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	27-09-2021	6,0	±	4,1E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	27-09-2021	24,6	±	9,9E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	27-09-2021	31,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	27-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16296			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	27-09-2021	130	±	8,8E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	27-09-2021	33,0	±	1,5E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	27-09-2021	1,6	±	8,8E-02	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	27-09-2021	6,5	±	4,4E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	27-09-2021	24,6	±	9,9E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	27-09-2021	30,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	27-09-2021	13,1	±	8,2E-01	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16297			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	27-09-2021	77,0	±	5,2E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	27-09-2021	5,8	±	2,6E-01	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	27-09-2021	4,6	±	2,5E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	27-09-2021	6,7	±	4,6E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	27-09-2021	27,0	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	27-09-2021	31,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	27-09-2021	133	±	8,4E+00	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16341			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	28-09-2021	89,0	±	6,0E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	28-09-2021	29,0	±	1,3E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	28-09-2021	4,1	±	2,2E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	28-09-2021	6,6	±	4,5E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	28-09-2021	24,4	±	9,8E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	28-09-2021	31,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	28-09-2021	11,0	±	6,9E-01	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16342			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	28-09-2021	71,0	±	4,8E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	28-09-2021	23,0	±	1,0E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	28-09-2021	3,1	±	1,7E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	28-09-2021	6,1	±	4,1E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	28-09-2021	23,8	±	9,5E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	28-09-2021	30,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	28-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16421			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	29-09-2021	53,0	±	3,6E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	29-09-2021	42,1	±	1,9E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	29-09-2021	4,0	±	2,2E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	29-09-2021	5,8	±	3,9E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	29-09-2021	28,2	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	29-09-2021	35,0	±	1,4E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	29-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

Folha: 15/23

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16422			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	29-09-2021	74,0	±	5,0E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	29-09-2021	83,0	±	3,8E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	29-09-2021	1,5	±	7,9E-02	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	29-09-2021	6,1	±	4,2E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	29-09-2021	23,8	±	9,5E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	29-09-2021	34,0	±	1,4E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	29-09-2021	14,0	±	8,8E-01	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16423			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	29-09-2021	78,0	±	5,3E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	29-09-2021	51,4	±	2,3E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	29-09-2021	4,6	±	2,5E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	29-09-2021	6,3	±	4,3E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	29-09-2021	25,4	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	29-09-2021	32,0	±	1,3E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	29-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16424			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	29-09-2021	184	±	1,2E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	29-09-2021	11,6	±	5,3E-01	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	29-09-2021	2,0	±	1,1E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	29-09-2021	6,8	±	4,6E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	29-09-2021	26,1	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	29-09-2021	31,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	29-09-2021	18,4	±	1,2E+00	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

Folha: 16/23

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16425			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	29-09-2021	115	±	7,7E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	29-09-2021	6,9	±	3,1E-01	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	29-09-2021	3,7	±	2,0E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	29-09-2021	6,4	±	4,3E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	29-09-2021	24,3	±	9,7E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	29-09-2021	29,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	29-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16526			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	29-09-2021	69,0	±	4,6E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	29-09-2021	56,0	±	2,5E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	29-09-2021	4,6	±	2,5E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	29-09-2021	6,9	±	4,7E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	29-09-2021	28,2	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	29-09-2021	33,0	±	1,3E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	29-09-2021	10,6	±	6,7E-01	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16531			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	30-09-2021	192	±	1,3E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	30-09-2021	34,0	±	1,5E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	30-09-2021	1,6	±	8,4E-02	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	30-09-2021	7,1	±	4,8E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	30-09-2021	26,1	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	30-09-2021	31,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	30-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

Folha: 17/23

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16532			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	01-10-2021	69,0	±	4,6E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	01-10-2021	45,4	±	2,1E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	01-10-2021	2,4	±	1,3E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	01-10-2021	5,8	±	4,0E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	01-10-2021	25,3	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	01-10-2021	33,0	±	1,3E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	01-10-2021	2,16	±	1,4E-01	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16533			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	30-09-2021	266	±	1,8E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	30-09-2021	-122,0	±	-5,5E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	30-09-2021	1,4	±	7,4E-02	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	30-09-2021	6,9	±	4,7E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	30-09-2021	25,3	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	30-09-2021	33,0	±	1,3E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	30-09-2021	104	±	6,6E+00	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16534			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	30-09-2021	171	±	1,2E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	30-09-2021	43,0	±	2,0E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	30-09-2021	3,8	±	2,1E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	30-09-2021	6,6	±	4,5E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	30-09-2021	26,0	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	30-09-2021	30,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	30-09-2021	7,02	±	4,4E-01	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

Folha: 18/23

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16535			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	30-09-2021	115	±	7,7E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	30-09-2021	-6,1	±	-2,8E-01	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	30-09-2021	2,3	±	1,3E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	30-09-2021	6,3	±	4,3E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	30-09-2021	24,0	±	9,6E-01	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	30-09-2021	29,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	30-09-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16536			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	30-09-2021	307	±	2,1E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	30-09-2021	-191,9	±	-8,7E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	30-09-2021	1,0	±	5,6E-02	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	30-09-2021	9,3	±	6,3E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	30-09-2021	26,2	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	30-09-2021	33,0	±	1,3E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	30-09-2021	8,57	±	5,4E-01	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16537			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	01-10-2021	58,0	±	3,9E+00	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	01-10-2021	56,0	±	2,5E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	01-10-2021	4,3	±	2,4E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	01-10-2021	6,2	±	4,2E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	01-10-2021	25,3	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	01-10-2021	30,0	±	1,2E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	01-10-2021	9,96	±	6,3E-01	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16538			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	01-10-2021	172	±	1,2E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	01-10-2021	46,6	±	2,1E+00	SMEWW 2580 B
/Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	01-10-2021	2,1	±	1,2E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	01-10-2021	6,4	±	4,4E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	01-10-2021	27,1	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	01-10-2021	35,0	±	1,4E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	01-10-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16539			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	01-10-2021	296	±	2,0E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	01-10-2021	55,6	±	2,5E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	01-10-2021	3,6	±	2,0E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	01-10-2021	7,7	±	5,2E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	01-10-2021	26,3	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	01-10-2021	35,0	±	1,4E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	01-10-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16559			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	04-10-2021	250	±	1,7E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	04-10-2021	9,7	±	4,4E-01	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	04-10-2021	2,0	±	1,1E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	04-10-2021	7,1	±	4,9E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	04-10-2021	25,3	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	04-10-2021	35,0	±	1,4E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	04-10-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

2 Resultados (continuação)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16560			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	04-10-2021	286	±	1,9E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	04-10-2021	1,5	±	6,8E-02	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	04-10-2021	1,8	±	9,9E-02	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	04-10-2021	7,4	±	5,1E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	04-10-2021	27,3	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	04-10-2021	32,0	±	1,3E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	04-10-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16561			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	04-10-2021	150	±	1,0E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	04-10-2021	38,1	±	1,7E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	04-10-2021	2,6	±	1,4E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	04-10-2021	6,6	±	4,5E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	04-10-2021	27,7	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	04-10-2021	35,0	±	1,4E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	04-10-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16563			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	04-10-2021	381	±	2,6E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	04-10-2021	-38,6	±	-1,8E+00	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	04-10-2021	2,8	±	1,5E-01	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	04-10-2021	7,7	±	5,2E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / ºC	04-10-2021	26,1	±	1,0E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / ºC	04-10-2021	35,0	±	1,4E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	04-10-2021	38,5	±	2,4E+00	SMEWW 2130 B

Continua...

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

Folha: 21/23

2 Resultados (conclusão)

Determinação / unidade	Data do ensaio	Amostra nº-16564			Método de ensaio
		Valor	±	Incerteza	
Condutividade elétrica, *in loco*, 25oC / µS/cm	04-10-2021	331	±	2,2E+01	SMEWW 2510 B
Eh, in loco / mV	04-10-2021	16,8	±	7,6E-01	SMEWW 2580 B
Oxigênio dissolvido, *in loco* / mg/L	04-10-2021	1,8	±	9,6E-02	SMEWW 4500-O G e H
pH, *in loco*	04-10-2021	7,3	±	4,9E-01	SMEWW 4500 H^+ B
Temperatura da água, *in loco* / °C	04-10-2021	27,1	±	1,1E+00	SMEWW 2550 B
Temperatura do ar, *in loco* / °C	04-10-2021	36,0	±	1,4E+00	SMEWW 2550 B
Turbidez, *in loco* / NTU	04-10-2021	<0,50	±	3,2E-02	SMEWW 2130 B

3 Plano de amostragem

O Plano de amostragem Nº 081/2021 compreende:

3.1 Execução de amostragens em 76 (setenta e seis) pontos de coleta georreferenciados (Figura 1) localizados na bacia do rio Paraopeba para o Centro de Referência Ambiental, do Departamento de Química - UFMG;

3.2 As coletas são do tipo simples e as preservações das amostras conforme SMEWW 1060. As coletas foram acompanhadas pela auditora da CLAM Engenharia;

3.3 Os ensaios nas amostras subterrânea dos respectivos pontos são constantes do Contrato de Prestação de Serviços nº 8280.21 celebrado entre FUNDEP – Fundação de Desenvolvimento da Pesquisa e Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial – SENAI assinado em 08-06-2021.

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

3 Plano de amostragem (conclusão)

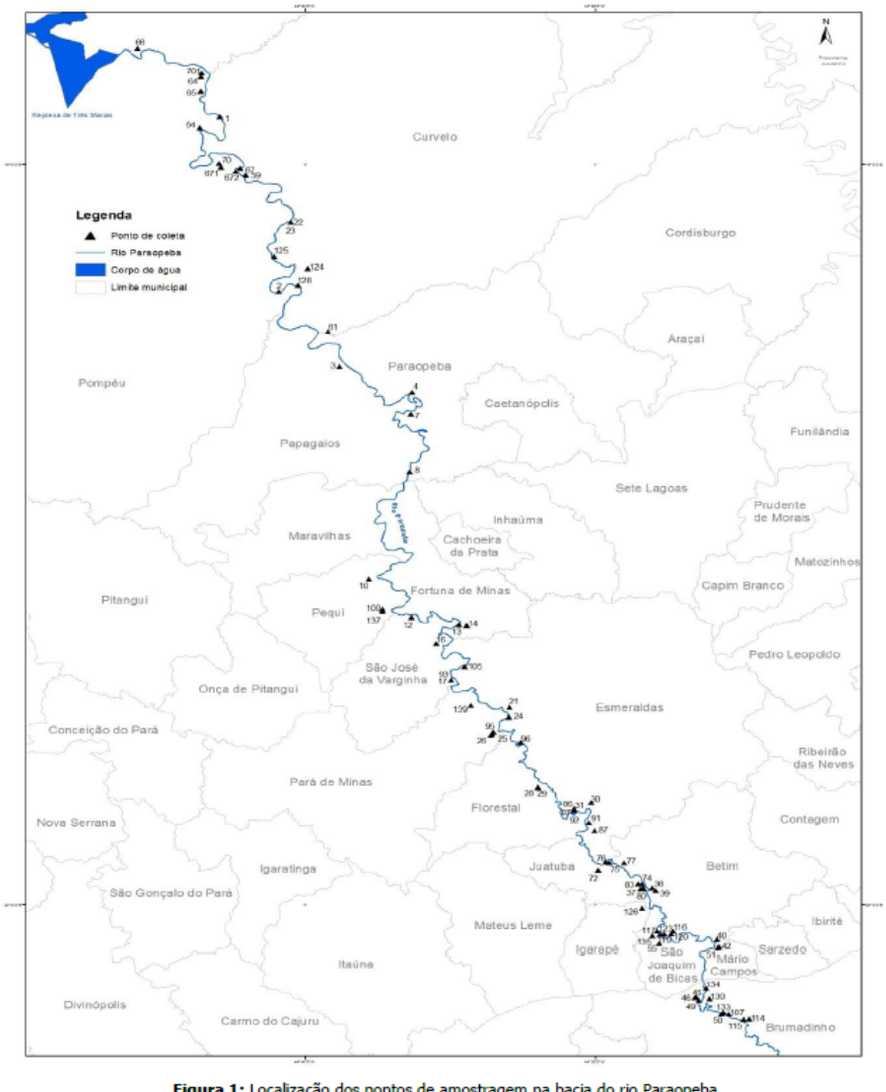


Figura 1: Localização dos pontos de amostragem na bacia do rio Paraopeba

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

SERVIÇO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL
DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS
CENTRO DE INOVAÇÃO E TECNOLOGIA SENAI

Av. José Cândido da Silveira, 2000 - Bairro Horto Florestal
31035-536 Belo Horizonte - MG - Brasil www.fiemg.com.br

IST em Meio Ambiente

Tel.: (31)3489-2396
e-mail: ist-meioambiente@fiemg.com.br

Certificado de Ensaio Nº 258652

4 Observação

4.1 Campo

- Poço 133 – inativo, sem energia.
- Poço 107 – painel desenergizado. Morador relatou que poço está inativo à dois anos (dona Terezinha / Marly).
- Poço 135 – inativo.
- Poços 114, 115, 126 e 130 inativos. De acordo informações de Alexandre Virgílio, colaborador da COPASA, repassados ao professor Rodinei Auugusti da UFMG.
- Poço 77 – cisterna com muita lama e bomba soterrada.
- Poço 26 – não coletado por falta de clareza e resistência do proprietário.
- Poço 87 – indicado por Francilene. As coordenadas informadas por ela coincidem com o poço 92. Ambos os pontos são de responsabilidade da COPASA.
- Poço 75 – não coletado por falta de autorização do proprietário.
- Poço 17 – igual ao poço 93.
- Poço 16 – o proprietário não estava na residência.
- Poço 24 – coordenada direcionada no povoado, apenas o sr. Paulo Pereira da Silva atendeu.
- Poço 02 – poço seco segundo o proprietário Carlos.
- Poço 10 – em manutenção, sem energia.
- Poço 137 – porteira fechada sem número de telefone para contato.
- Poço 12 – poço seco.
- Poço 03 – coletado na cisterna com balde.
- Poço 125 – poço interditado.
- Poço 01 – não localizado e o proprietário não se encontra no local.
- Poço 66 – porteira fechada e sem telefone para contato.
- Os ensaios *in loco* são realizados nos locais de amostragem especificados no item 1 deste certificado.

4.2 Laboratório

4.2.1 A incerteza relatada refere-se à incerteza expandida, declarada como a incerteza padrão de medição multiplicada pelo fator de abrangência k = 2, que para uma distribuição normal, corresponde a uma probabilidade de abrangência de aproximadamente 95%.

4.2.2 Para resultados menores que o Limite de Quantificação (LQ) a incerteza expandida foi estimada na concentração equivalente a este limite.

5 Referência bibliográfica

5.1 STANDARD methods for the examination of water and wastewater (SMEWW) 23 ed. Washington: APHA, AWWA, WEF, 2017. 1v.

5.2 Instituto SENAI de Tecnologia em Meio Ambiente (ISTMA). Procedimento Técnico PT 2112 - Amostragem de água, efluentes líquidos e sedimento, versão 8.0, de 27-08-2018.

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025 sob o nº CRL 0195

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

ANEXO II – RELATÓRIO EMITIDO PELA EMPRESA QUE REALIZOU A AUDITORIA DA COLETA DAS AMOSTRAS

RELATÓRIO TÉCNICO DE AUDITORIA

ACOMPANHAMENTO DE COLETA E ENTREGA DE AMOSTRAS DE ÁGUAS SUBTERRÂNEAS NA REGIÃO DE BRUMADINHO/MG PARA O DEPARTAMENTO DE QUÍMICA DA UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS – UFMG.

FUNDEP/UFMG

CL-HC-689-RTA-01-00

OUTUBRO/2021

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

1 ÍNDICE

1 ÍNDICE 2
2 LISTA DE FIGURA 3
3 LISTA DE TABELA 4
4 APRESENTAÇÃO 5
5 PONTOS DE MONITORAMENTO 6
6 ATIVIDADES REALIZADAS E AVALIADAS 10
6.1 EQUIPAMENTOS, DOCUMENTOS E FRASCARIAS 10
6.1 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 20/09/2021 11
6.2 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 21/09/2021 12
6.3 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 22/09/2021 13
6.4 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 23/09/2021 14
6.5 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 24/09/2021 15
6.6 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 27/09/2021 16
6.7 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 28/09/2021 16
6.8 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 29/09/2021 17
6.9 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 30/09/2021 18
6.10 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 01/10/2021 19
6.11 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 04/10/2021 20
7 CONCLUSÃO 22
8 EQUIPE TÉCNICA 23

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

2 LISTA DE FIGURA

Figura 5-1- Localização dos pontos de amostragem de águas subterrâneas 9

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

3 LISTA DE TABELA

Tabela 5-1 - Pontos de monitoramento de águas subterrâneas previstos 6

Tabela 6-1 - Equipamentos 10

Tabela 6-2 - Documentos 10

Tabela 6-3 - Frascos por pontos de amostragem 10

Tabela 6-4 - Ensaios realizados e avaliados em campo 11

Tabela 6-5 - Amostragens realizadas em 20/09/2021 11

Tabela 6-6 - Amostragens realizadas em 21/09/2021 12

Tabela 6-7 - Amostragens realizadas em 22/09/2021 13

Tabela 6-8 - Amostragens realizadas em 23/09/2021 14

Tabela 6-9 - Amostragens realizadas em 24/09/2021 15

Tabela 6-10 - Amostragens realizadas em 27/09/2021 16

Tabela 6-11 - Amostragens realizadas em 28/09/2021 17

Tabela 6-12 - Amostragens realizadas em 29/09/2021 18

Tabela 6-13 - Amostragens realizadas em 30/09/2021 18

Tabela 6-14 - Amostragens realizadas em 01/10/2021 19

Tabela 6-15 - Amostragens realizadas em 04/10/2021 20

Tabela 8-1 - Equipe Técnica responsável pelo desenvolvimento dos trabalhos 23

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

4 APRESENTAÇÃO

A CLAM apresenta nesse documento, o Relatório Técnico de Auditoria, referente ao acompanhamento de coleta e entrega de amostras de águas subterrâneas na região de Brumadinho/MG e municípios próximos, para o Departamento de Química – Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG).

Os requisitos avaliados foram baseados nos seguintes documentos:

- ABNT NBR ISO/IEC 17.025:2017 - Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração pelo item 7.3 - Amostragem;
- Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras: Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas e Efluentes Líquidos:2011.

A auditoria das atividades foi realizada presencialmente, por Flávia Pereira Gonçalves (CRQ II – 0202252 - currículo anexo), que acompanhou a equipe de campo do SENAI (Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial), empresa responsável pelas coletas, no período de 20/09/2021 a 04/10/2021. As amostras foram entregues no laboratório do Departamento de Química – Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), para ensaio posterior dos parâmetros amostrados.

.

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

5 PONTOS DE MONITORAMENTO

Os códigos dos pontos de monitoramento previstos, de águas subterrâneas, as coordenadas geográficas e o respectivo município pertencente são apresentados na **Erro! Fonte de referência não encontrada.**.

Tabela 5-1 - Pontos de monitoramento de águas subterrâneas previstos

Código	Coordenadas (Graus, Minutos e Segundos)		Município	Código	Coordenadas (Graus, Minutos e Segundos)		Município
	Latitude	Longitude			Latitude	Longitude	
1	18°56'9"S	44°45'52"W	Pompéu	24	19°44'50"S	44°20'2.7"W	Esmeraldas
2	19°10'17.87"S	44°41'48.79"W	Curvelo	25	19°46'10"S	44°27'7"W	Pará de Minas
3	19°16'21"S	44°37'37"W	Papagaios	26	19°46'14"S	44°27'11"W	Pará de Minas
4	19°18'29.6"S	44°32'37.47"W	Paraopeba	28	19°50'28.94"S	44°23'56.83" W	Florestal
7	19°20'14"S	44°32'42"W	Paraopeba	29	19°50'30.2"S	44°23'55.9"W	Florestal
8	19°24'54.91"S	44°32'47.11"W	Paraopeba	30	19°51'42.4"S	44°20'17.08" W	Esmeraldas
10	19°33'34.7"S	44°35'35"W	Pequi	31	19°52'10.9"S	44°21'27.33" W	Esmeraldas
12	19°36'42.61"S	44°32'39.41"W	São José da Varginha	36	19°58'37"S	44°16'4"W	Betim
13	19°37'19"S	44°29'22"W	Fortuna de Minas	37	19°58'41.6"S	44°16'53.7"W	Juatuba
14	19°37'22.8"S	44°28'51.4"W	Fortuna de Minas	39	19°58'52"S	44°15'51"W	Betim
16	19°38'49.23"S	44°30'57.13"W	São José da Varginha	40	20°2'45.7"S	44°11'36.5"W	Betim
17	19°41'48"S	44°29'55"W	São José da Varginha	42	20°3'23.4"S	44°11'27.7"W	Mário Campos
21	19°43'59.6"S	44°25'55.49"W	Esmeraldas	45	20°7'24"S	44°13'5"W	Brumadinho
22	19°4'42.21"S	44°40'58.02"W	Curvelo	46	20°7'28"S	44°13'8"W	Brumadinho
23	19°4'42.35"S	44°40'57.81"W	Curvelo	49	20°7'39"S	44°12'51"W	Brumadinho

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Código	Coordenadas (Graus, Minutos e Segundos)		Município	Código	Coordenadas (Graus, Minutos e Segundos)		Município
	Latitude	Longitude			Latitude	Longitude	
24	19°44'47.54"S	44°25'56.2"W	Esmeraldas	50	20°8'45.4"S	44°11'16.4"W	Brumadinho
51	20°3'24"S	44°11'34"W	Mário campos	96	19°46'51"S	44°25'8"W	Esmeraldas
55	20°3'7"S	44°15'36"W	São joaquim de bicas	100	19°36'4"S	44°34'40"W	Pequi
59	19°0'50"S	44°44'3"W	Curvelo	105	19°40'43"S	44°29'0"W	Esmeraldas
61	19°13'15"S	44°38'52"W	Curvelo	107	20°8'43"S	44°10'46"W	Brumadinho
64	18°57'2"S	44°47'13"W	Pompéu	114	20°9'9"S	44°9'22"W	Brumadinho
65	18°54'3"S	44°47'10"W	Pompéu	115	20°9'12"S	44°9'47"W	Brumadinho
66	18°50'34"S	44°51'33"W	Felixlândia	116	20°2'59"S	44°14'36"W	Betim
67	19°0'24"S	44°45'8"W	Pompéu	117	20°2'11"S	44°15'43"W	São Joaquim de Bicas
67	19°0'33"S	44°44'47"W	Pompéu	119	20°2'25"S	44°15'31"W	São Joaquim de Bicas
70	18°59'55"S	44°45'55"W	Pompéu	120	20°2'19"S	44°14'48"W	Betim
72	19°57'14"S	44°19'48"W	Juatuba	123	20°2'22"S	44°15'14"W	Betim
74	19°58'18"S	44°16'39"W	Juatuba	124	19°8'26"S	44°40'20"W	Curvelo
75	19°56'35"S	44°19'3"W	Juatuba	125	19°7'28"S	44°42'6"W	Curvelo
76	19°56'33"S	44°19'13"W	Juatuba	126	20°0'16"S	44°16'46"W	Igarapé
77	19°56'42"S	44°17'57"W	Betim	128	19°9'45"S	44°40'28"W	Curvelo
80	19°58'42"S	44°16'38"W	Juatuba	130	20°7'30"S	44°12'6"W	Brumadinho
83	19°58'21"S	44°17'2"W	Juatuba	133	20°8'37"S	44°11'9"W	Brumadinho
86	19°52'19"S	44°21'28"W	Esmeraldas	134	20°6'36"S	44°12'19"W	Brumadinho
87	19°53'58"S	44°20'2"W	Esmeraldas	135	20°2'30"S	44°16'5"W	São joaquim de Bicas
91	19°53'21"S	44°20'26"W	Esmeraldas	137	19°36'20"S	44°34'18"W	Pequi

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Código	Coordenadas (Graus, Minutos e Segundos)		Município	Código	Coordenadas (Graus, Minutos e Segundos)		Município
	Latitude	Longitude			Latitude	Longitude	
92	19°52'22"S	44°21'27"W	Esmeraldas	139	19°43'41"S	44°28'14"W	Pará de minas
95	19°46'0"S	44°27'1"W	Pará de Minas	-	-	-	-

A Figura 5-1 representa a localização geográfica espacial dos pontos de monitoramento previstos.

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

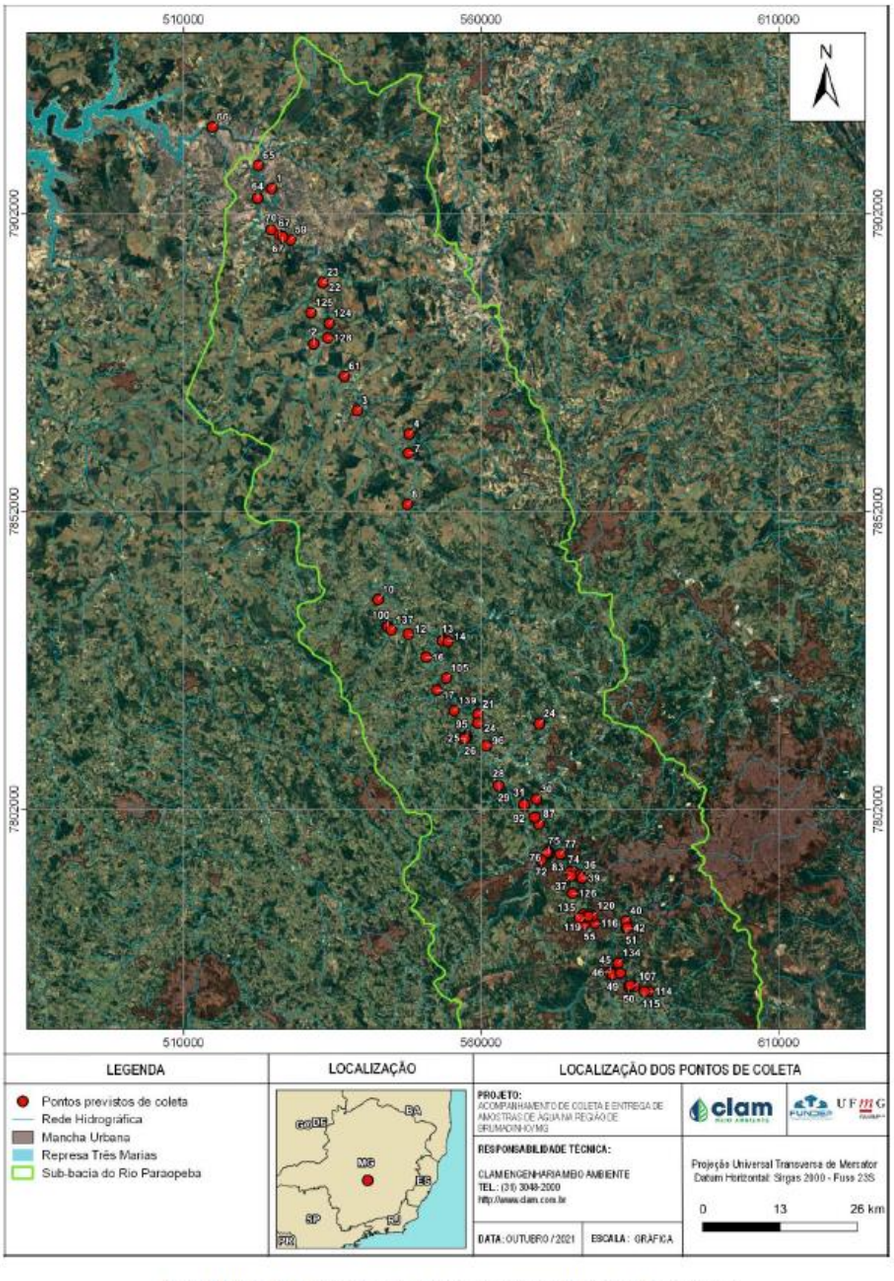


Figura 5-1- Localização dos pontos de amostragem de águas subterrâneas
Fonte: UFMG (2021)

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

6 ATIVIDADES REALIZADAS E AVALIADAS

Nesse item estão descritas as atividades realizadas pelo SENAI (Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial) e avaliadas pela auditora da CLAM Engenharia (Flávia Pereira Gonçalves), no período de 20 de setembro a 04 de outubro de 2021. Todos os equipamentos e procedimentos são de responsabilidade do SENAI (Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial).

6.1 EQUIPAMENTOS, DOCUMENTOS E FRASCARIAS

Os equipamentos, documentos e frascos utilizados durante a realização das atividades estão descritos na Tabela 6-1, Tabela 6-2 e Tabela 6-3, respectivamente.

Tabela 6-1 - Equipamentos

Equipamento / Documentos	Nº do certificado de calibração	Data de calibração
Sonda Multiparâmetro Hanna HI98194 – ISTMA 954.00	LV00016-11959-21-R0 (oxigênio dissolvido) LV00016-11951-21-R0 (condutividade digital) LV00016-11953-21-R0 (ph digital) LV00016-11733-21-R0 (temperatura)	15/04/2021 15/04/2021 14/04/2021 14/04/2021
Medidor de Turbidez Hanna TD-300 – ISTMA 897 00	Calibração interna – PT2144	Todos os dias durante o campo

Tabela 6-2 - Documentos

Descrição dos documentos
PT-2112 – Plano de Amostragem – Versão 7.0 – Número : 081/2021 – 14/09/2021
Registro de amostragem – Referência: PT-2112 – Amostragem – Versão 4.0
Procedimento de amostragem – PT-2112 – Amostragem de água, efluentes líquidos e sedimento – Versão 9.0

Tabela 6-3 - Frascos por pontos de amostragem

Quantidade	Tipo	Volume	Objetivo de utilização
3	Frascos âmbar	1 L	Compostos orgânicos (R1, R2, R3)

Na Tabela 6-4 estão descritos os ensaios realizados em campo.

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 6-4 - Ensaios realizados e avaliados em campo

Ensaio em campo
pH
Temperatura
Turbidez
Oxigênio Dissolvido
Potencial Redox
Condutividade Eletrolítica

6.1 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 20/09/2021

Durante a realização das atividades em campo os envolvidos foram, Fábio do Amaral Vale (Técnico de amostragem e coleta) e Pierri Henrique de Menezes Paixas (Auxiliar de Laboratório), colaboradores do SENAI. Não houve acompanhamento por parte da empresa Vale S.A. ou pela assessoria dos atingidos.

Os resultados dos ensaios de campo foram registrados no documento "Registro de amostragem – Referência: PT-2112 – Amostragem – Versão 4.0" e as amostras foram acondicionadas sob refrigeração adequada, em caixas térmicas, garantindo a temperatura de transporte e entrega das amostras. Na Tabela 6-5 são apresentados os registros dos pontos de amostragem realizados no dia 20/09/2021.

Tabela 6-5 - Amostragens realizadas em 20/09/2021

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
50	Coletado	10:00 h	10:40 h	17:15 h
107	Inativo*	-	-	-
114	Inativo**	-	-	-
115	Inativo**	-	-	-
133	Inativo***	-	-	-

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório

* Sem energia elétrica.

** Informação fornecedia pelo Sr. Alexandre Virgílio, colaborador da COPASA ao prof. Rodinei Augusti.

*** Painel de energia desenergizado (a moradora, Sr. Terezinha relatou que o poço já está inativo a mais de dois anos).

As amostras foram entregues no laboratório do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG).

6.2 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 21/09/2021

Durante a realização das atividades em campo os envolvidos foram, Fábio do Amaral Vale (Técnico de amostragem e coleta) e Pierri Henrique de Menezes Paixas (Auxiliar de Laboratório), colaboradores do SENAI. Não houve acompanhamento por parte da empresa Vale S.A. ou pela assessoria dos atingidos.

Os resultados dos ensaios de campo foram registrados no documento "Registro de amostragem – Referência: PT-2112 – Amostragem – Versão 4.0" e as amostras foram acondicionadas sob refrigeração adequada, em caixas térmicas, garantindo a temperatura de transporte e entrega das amostras. Na Tabela 6-6 são apresentados os registros dos pontos de amostragem realizados no dia 21/09/2021.

Tabela 6-6 - Amostragens realizadas em 21/09/2021

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
40	Coletado	09:30 h	10:00 h	17:52 h
42	Não autorizado	-	-	-
51*	Coletado	11:00 h	11:20 h	17:52 h
130	Inativo**	-	-	-
134	Coletado	11:30 h	12:10 h	17:52 h
119	Coletado	14:40 h	15:10 h	17:52 h
120	Coletado	15:50 h	16:10 h	17:52 h
123	Coletado	15:20 h	15:35 h	17:52 h

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório

* Empresa Plasdias.

** Informação fornecedia pelo Sr. Alexandre Virgílio , colaborador da COPASA ao prof. Rodinei Augusti.

As amostras foram entregues no laboratório do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG).

6.3 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 22/09/2021

Durante a realização das atividades em campo os envolvidos foram, Fábio do Amaral Vale (Técnico de amostragem e coleta) e Huelbert Lucas Monteiro do Amaral (Auxiliar de Laboratório), colaboradores do SENAI. Não houve acompanhamento por parte da empresa Vale S.A. ou pela assessoria dos atingidos.

Os resultados dos ensaios de campo foram registrados no documento "Registro de amostragem – Referência: PT-2112 – Amostragem – Versão 4.0" e as amostras foram acondicionadas sob refrigeração adequada, em caixas térmicas, garantindo a temperatura de transporte e entrega das amostras. Na Tabela 6-7 são apresentados os registros dos pontos de amostragem realizados no dia 22/09/2021.

Tabela 6-7 - Amostragens realizadas em 22/09/2021

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
45	Coletado	09:40 h	09:55 h	17:52 h
46	Coletado	10:00 h	10:20 h	17:52 h
49	Coletado	10:33 h	10:50 h	17:52 h
55	Coletado	10:40 h	10:55 h	17:52 h
116	Coletado	12:15 h	12:30 h	17:52 h
39	Coletado	14:50 h	15:10 h	17:52 h
117	Coletado	13:50 h	14:10 h	17:52 h
36	Coletado	15:50 h	16:10 h	17:52 h
135	Inativo*	-	-	-

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório

* A bomba do poço foi furtada recentemente.

As amostras foram entregues no laboratório do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG).

6.4 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 23/09/2021

Durante a realização das atividades em campo os envolvidos foram, Fábio do Amaral Vale (Técnico de amostragem e coleta) e Huelbert Lucas Monteiro do Amaral (Auxiliar de Laboratório), colaboradores do SENAI. Não houve acompanhamento por parte da empresa Vale S.A. ou pela assessoria dos atingidos.

Os resultados dos ensaios de campo foram registrados no documento "Registro de amostragem – Referência: PT-2112 – Amostragem – Versão 4.0" e as amostras foram acondicionadas sob refrigeração adequada, em caixas térmicas, garantindo a temperatura de transporte e entrega das amostras. Na Tabela 6-8 são apresentados os registros dos pontos de amostragem realizados no dia 23/09/2021.

Tabela 6-8 - Amostragens realizadas em 23/09/2021

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
37	Coletado	10:10 h	10:20 h	16:02 h
72	Coletado	10:55 h	11:10 h	16:02 h
74	Coletado	09:02 h	09:15 h	16:02 h
76	Coletado	14:10 h	14:24 h	16:02 h
77	Inativo*	-	-	-
83	Coletado	09:40 h	09:55 h	16:02 h

* Cisterna com muita lama e bomba soterrada.

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

As amostras foram entregues no laboratório do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG).

6.5 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 24/09/2021

Durante a realização das atividades em campo os envolvidos foram, Fábio do Amaral Vale (Técnico de amostragem e coleta) e Huelbert Lucas Monteiro do Amaral (Auxiliar de Laboratório), colaboradores do SENAI. Não houve acompanhamento por parte da empresa Vale S.A. ou pela assessoria dos atingidos.

Os resultados dos ensaios de campo foram registrados no documento "Registro de amostragem – Referência: PT-2112 – Amostragem – Versão 4.0" e as amostras foram acondicionadas sob refrigeração adequada, em caixas térmicas, garantindo a temperatura de transporte e entrega das amostras. Na Tabela 6-9Tabela 6-5 são apresentados os registros dos pontos de amostragem realizados no dia 24/09/2021.

Tabela 6-9 - Amostragens realizadas em 24/09/2021

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
126	Inativo*	-	-	-
80	Inativo*	-	-	-
25	Coletado	11:30 h	12:30 h	15:30 h
26	Não Coletado**	-	-	-
28	Coletado	09:00 h	09:15 h	15:30 h
29	Coletado	09:20 h	09:40 h	15:30 h
95	Coletado	10:48 h	11:05 h	15:30 h

* Informação fornecedia pelo Sr. Alexandre Virgílio, colaborador da COPASA ao prof. Rodinei Augusti. Posteriormente a estas informações no dia 27/09 a Mara responsável pelo poço autorizou a coleta por utilizar o poço para fins menos nobres em sua propriedade.

** O proprietário (Sr. Antônio), indicou que o ponto 26 seria uma nascente próximo a uma estrada desativada. A equipe foi até o local e não encontrou, então o proprietário indicou outro local, sendo este, próximo ao ponto 25. Como as localizações estavam muito próximas, o proprietário recomendou coletar somente ponto 26.

As amostras foram entregues no laboratório do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG).

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

6.6 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 27/09/2021

Durante a realização das atividades em campo os envolvidos foram, Vitor Diego de Abreu (Técnico de amostragem e coleta) e Huelbert Lucas Monteiro do Amaral (Auxiliar de Laboratório), colaboradores do SENAI. Não houve acompanhamento por parte da empresa Vale S.A. ou pela assessoria dos atingidos.

Os resultados dos ensaios de campo foram registrados no documento "Registro de amostragem – Referência: PT-2112 – Amostragem – Versão 4.0" e as amostras foram acondicionadas sob refrigeração adequada, em caixas térmicas, garantindo a temperatura de transporte e entrega das amostras. Na Tabela 6-10 são apresentados os registros dos pontos de amostragem realizados no dia 27/09/2021.

Tabela 6-10 - Amostragens realizadas em 27/09/2021

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
87	Coletado*	11:20 h	11:40 h	28/09/2021 – 09:58 h **
91	Coletado	14:15 h	14:30 h	28/09/2021 – 09:58 h **
30	Coletado	13:00 h	13:15 h	28/09/2021 – 09:58 h **
86	Coletado	11:45 h	12:10 h	28/09/2021 – 09:58 h **
92	Coletado*	11:20 h	11:40 h	28/09/2021 – 09:58 h **
31	Coletado	12:20 h	12:40 h	28/09/2021 – 09:58 h **
-	Coletado	15:20 h	15:35 h	28/09/2021 – 09:58 h **

* O ponto 87 inicialmente não foi localizado. Após contato com a proprietária (Francilene), a equipe de campo foi direcionada para o local de mesma coordenada que o ponto 92. Assim, os pontos 87 e 92 foram considerados como um único ponto de coleta.

** Informações cedidas pelo professor Rodinei Augusti pelo envio da ficha de recebimento de amostras, pois a entrega não foi acompanhada pela auditora.

As amostras foram entregues no laboratório do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), porém não houve acompanhamento da auditora.

6.7 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 28/09/2021

Durante a realização das atividades em campo os envolvidos foram, Vitor Diego de Abreu (Técnico de amostragem e coleta) e Huelbert Lucas Monteiro do Amaral (Auxiliar de Laboratório),

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

colaboradores do SENAI. Não houve acompanhamento por parte da empresa Vale S.A. ou pela assessoria dos atingidos.

Os resultados dos ensaios de campo foram registrados no documento "Registro de amostragem – Referência: PT-2112 – Amostragem – Versão 4.0" e as amostras foram acondicionadas sob refrigeração adequada, em caixas térmicas, garantindo a temperatura de transporte e entrega das amostras. Na Tabela 6-11 são apresentados os registros dos pontos de amostragem realizados no dia 28/09/2021.

Tabela 6-11 - Amostragens realizadas em 28/09/2021

Código	Data	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
139	Coletado	09:30 h	09:45 h	-
17*	Coletado	10:20 h	10:50 h	-
93*	Coletado	10:20 h	10:50 h	-
16	Não Coletado	-	-	-

* Coordenadas dos pontos 17 e 93 são as mesmas.

As amostras foram entregues no laboratório do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), porém não houve acompanhamento da auditora.

6.8 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 29/09/2021

Durante a realização das atividades em campo os envolvidos foram, Vitor Diego de Abreu (Técnico de amostragem e coleta) e Huelbert Lucas Monteiro do Amaral (Auxiliar de Laboratório), colaboradores do SENAI. Não houve acompanhamento por parte da empresa Vale S.A. ou pela assessoria dos atingidos.

Os resultados dos ensaios de campo foram registrados no documento "Registro de amostragem – Referência: PT-2112 – Amostragem – Versão 4.0" e as amostras foram acondicionadas sob refrigeração adequada, em caixas térmicas, garantindo a temperatura de transporte e entrega das amostras. Na Tabela 6-12 são apresentados os registros dos pontos de amostragem realizados no dia 29/09/2021.

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Tabela 6-12 - Amostragens realizadas em 29/09/2021

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
96	Coletado	09:20 h	09:40 h	-
24*	Coletado	10:35 h	10:45 h	-
21	Coletado	11:00 h	11:20 h	-
105	Coletado	12:40 h	13:00 h	-
13	Coletado/Antecipado	14:10 h	14:20 h	-
14	Coletado/Antecipado	15:40 h	16:10 h	-

*O ponto 24 possui duas coordenadas na listagem inicial, sendo a 19°44'50"S 44°20'2.7"W em uma propriedade abandonada e a coordenada 19°44'475.4"S 44°25'56.2"W em uma comunidade rural onde as propriedades não possuem moradores, apenas a propriedade do Sr. Paulo Perreira da Silva possui morador, sendo desta forma realizada a coleta em seu poço.

As amostras foram entregues no laboratório do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), porém não houve acompanhamento da auditora.

6.9 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 30/09/2021

Durante a realização das atividades em campo os envolvidos foram, Vitor Diego de Abreu (Técnico de amostragem e coleta) e Huelbert Lucas Monteiro do Amaral (Auxiliar de Laboratório), colaboradores do SENAI. Não houve acompanhamento por parte da empresa Vale S.A. ou pela assessoria dos atingidos.

Os resultados dos ensaios de campo foram registrados no documento "Registro de amostragem – Referência: PT-2112 – Amostragem – Versão 4.0" e as amostras foram acondicionadas sob refrigeração adequada, em caixas térmicas, garantindo a temperatura de transporte e entrega das amostras. Na Tabela 6-13 são apresentados os registros dos pontos de amostragem realizados no dia 30/09/2021.

Tabela 6-13 - Amostragens realizadas em 30/09/2021

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
8	Coletado	10:05 h	10:20 h	-

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
7	Coletado	10:45 h	11:05 h	-
4	Coletado	11:30 h	11:50 h	-
128	Coletado	14:15 h	14:30 h	-
2	Inativo*	-	-	-
124	Coletado	16:15 h	16:30 h	-

*Sem água

As amostras foram entregues no laboratório do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), porém não houve acompanhamento da auditora.

6.10 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 01/10/2021

Durante a realização das atividades em campo os envolvidos foram, Vitor Diego de Abreu (Técnico de amostragem e coleta) e Huelbert Lucas Monteiro do Amaral (Auxiliar de Laboratório), colaboradores do SENAI. Não houve acompanhamento por parte da empresa Vale S.A. ou pela assessoria dos atingidos.

Os resultados dos ensaios de campo foram registrados no documento "Registro de amostragem – Referência: PT-2112 – Amostragem – Versão 4.0" e as amostras foram acondicionadas sob refrigeração adequada, em caixas térmicas, garantindo a temperatura de transporte e entrega das amostras. Na Tabela 6-14 são apresentados os registros dos pontos de amostragem realizados no dia 01/10/2021.

Tabela 6-14 - Amostragens realizadas em 01/10/2021

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
12	Inativo*	-	-	-
137	Não Coletado**	-	-	-
100	Coletado	08:50 h	09:10 h	-
10	Inativo***	-	-	-

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
3	Coletado	11:20 h	11:40 h	-
125	Não Coletado****	-	-	-
22	Inativo*	-	-	-
23	Coletado	14:30 h	14:50 h	-
61	Coletado	15:35 h	15:50h	-

*Sem água
**Porteira trancada
***Cisterna sem bomba
****Estrada interditada

As amostras foram entregues no laboratório do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), porém não houve acompanhamento da auditora.

6.11 AMOSTRAGEM REALIZADA EM 04/10/2021

Durante a realização das atividades em campo os envolvidos foram, Vitor Diego de Abreu (Técnico de amostragem e coleta) e Huelbert Lucas Monteiro do Amaral (Auxiliar de Laboratório), colaboradores do SENAI. Não houve acompanhamento por parte da empresa Vale S.A. ou pela assessoria dos atingidos.

Os resultados dos ensaios de campo foram registrados no documento "Registro de amostragem – Referência: PT-2112 – Amostragem – Versão 4.0" e as amostras foram acondicionadas sob refrigeração adequada, em caixas térmicas, garantindo a temperatura de transporte e entrega das amostras. Na são apresentados os registros dos pontos de amostragem realizados no dia 04/10/2021.

Tabela 6-15 - Amostragens realizadas em 04/10/2021

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
67*	Coletado	14:30 h	15:00 h	-
70	Coletado	16:10 h	16:25 h	-
64	Coletado	10:30 h	10:50 h	-

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

Código	Situação	Início	Término	Horário de entrega no laboratório
65	Coletado	11:10 h	11:30 h	-
66	Não coletado**	-	-	-
1	Não encontrado***	-	-	-
59	Coletado	09:30 h	09:45 h	-

* Existem duas coordenadas cadastradas para este ponto, a coordenada 19°0'24''S 44°45'8''W que possui um poço sem acesso e a Coordenada 19 °0'33''S 44°44'47''W, que foi a utilizada para a realização da coleta.

** Estrada sem acesso, porteira fechada e sem contato do proprietário.

*** A coordenada do ponto se encontra dentro da represa, o proprietário não estava no local e o telefone de contado estava fora da área de cobertura.

As amostras foram entregues no laboratório do Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), porém não houve acompanhamento da auditora.

Número do documento: 22072121082519800009553475695
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082519800009553475695
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:25

7 CONCLUSÃO

A CLAM, por meio da Auditora Flávia Pereira Gonçalves (CRQ II – 0202252 - currículo anexo), realizou a avaliação das atividades por meio de acompanhamento da equipe de campo do SENAI (Serviço Nacional de Aprendizagem Industrial), empresa responsável pelas coletas, no período de 20/09/2021 a 04/10/2021. A auditoria foi realizada baseada nas seguintes referências:

• ABNT NBR ISO/IEC 17.025:2017 - Requisitos gerais para a competência de laboratórios de ensaio e calibração pelo item 7.3;

• Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras: Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas e Efluentes Líquidos:2011.

As possíveis OM's (oportunidades de melhoria) pontuadas foram resolvidas imediatamente no momento em que foram detectadas, não havendo prejuízos durante a realização das amostragens. Nenhuma não conformidade foi evidenciada. Sendo assim, considera-se que o processo de amostragem foi realizado adequadamente, conforme preconizado pela norma e pelas metodologias previstas.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

8 EQUIPE TÉCNICA

A equipe técnica-chave para a execução dos trabalhos foi composta pelos seguintes profissionais, conforme Tabela 8-1.

Tabela 8-1 - Equipe Técnica responsável pelo desenvolvimento dos trabalhos

PROFISSIONAL	RESPONSABILIDADE TÉCNICA	FORMAÇÃO
Leonardo Inácio Oliveira	Coordenador Geral	Engenharia Civil / Ph.D. em Engenharia Ambiental
Armando Arêdes de Paula	Coordenação Geral dos Projetos	Engenharia Sanitária e Ambiental
Priscila Vieira Oliveira e Silva	Coordenação das atividades de campo/Elaboração do relatorio	Engenharia Ambiental e Sanitária
Flávia Pereira Gonçalves	Auditoria e elaboração do relatório	Química

FLAVIA PEREIRA GONCALVES:05047052613

Assinado de forma digital por FLAVIA PEREIRA GONCALVES:05047052613
Dados: 2021.11.01 20:08:12 -03'00'

Flávia Pereira Gonçalves

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

ANEXO III – RESPOSTA AOS QUESITOS FORMULADOS PELAS PARTES

III.1 – Resposta aos quesitos formulados pela Advocacia Geral do Estado de Minas Gerais (documento 5084381-43.2020.8.13.0024 de 26/06/2020)

1. Recomenda-se sejam considerados no trabalho do ilustre Perito todos os resultados das análises químicas semestrais realizadas por determinação dos órgãos públicos.

Não há dados disponíveis de resultados de análises químicas semestrais realizadas por determinação de órgãos públicos.

2. Recomenda-se seja realizada análise hidrogeológica prévia da região e análise prévia dos aquíferos que serão examinados.

O objetivo do Subprojeto foi de determinar os compostos orgânicos presentes na Resolução CONAMA 396/08 em uma única coleta, de um conjunto de poços e cisternas, outorgados ou em processo de outorga, de propriedades rurais e empreendimentos cadastrados no IGAM. Ou seja, análise hidrogeológica prévia da região e análise prévia dos aquíferos não estão no escopo da chamada.

3. Recomenda-se a substituição dos poços que apresentarem qualquer tipo de impossibilidade de coleta de água (como acesso negado pelo proprietário, poços lacrados, danificados e/ou desativados, não localizados em campo, etc.).

Poços que apresentaram qualquer tipo de impossibilidade de coleta (como acesso negado pelo proprietário, poços lacrados, danificados e/ou desativados, não localizados em campo) foram substituídos, quando possível, por outro nas adjacências.

4. Serão utilizados poços de controle ou análise de *background* da região?

Foram utilizadas como “branco” ou “controle” amostras de água subterrânea totalmente isentas dos compostos orgânicos listados na Resolução CONAMA 396/08. Não há qualquer evidência de ocorrência natural de compostos orgânicos em água subterrânea da região. Portanto, os compostos orgânicos determinados foram comparados apenas com os valores guia de qualidade da referida Resolução.

5. Recomenda-se ao ilustre Perito Oficial esclarecer e detalhar os procedimentos a serem utilizados para a análise das águas coletadas em período chuvoso ou seco.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

Essa avaliação (sazonalidade) não estava prevista no escopo da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea).

6. A avaliação da contaminação será realizada pontualmente nos poços analisados ou será determinada uma possível pluma de contaminação?

A avaliação foi realizada pontualmente (coleta em apenas um período).

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

III.2 – Resposta aos quesitos formulados pelo <u>Ministério Público do Estado de Minas Gerais</u> (documento 5084381-43.2020.8.13.0024 de 26/06/2020)

1. Pede-se esclarecer o conteúdo do plano de amostragem com base georreferenciada visto que são previstas coletas em 144 pontos de água subterrânea.

O plano amostral foi definido no Edital da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea). Foram previstos 144 pontos amostrais localizados no máximo a 1000 m da calha do Rio Paraopeba, de poços ou cisternas de empreendimentos ou propriedades rurais. Dos 144 pontos, foram coletadas amostras em 52, nos demais não foi possível a coleta devido aos seguintes motivos: não autorização pelo proprietário ou o responsável; não apresentar água (poço seco); inexistência do poço cadastrado. As coordenadas geográficas dos pontos foram obtidas por GPS no momento da coleta e estão descritas neste Relatório.

2. Pede-se esclarecer, para os poços existentes de água subterrânea: locação topográfica dos poços com coordenadas georreferenciadas, distância entre os poços e área do rompimento, identificação dos aquíferos e níveis de interesse, estimativa das profundidades mínima e máxima e vazão dos poços, dados históricos dos poços.

O plano amostral foi definido no Edital da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea). As coordenadas geográficas dos pontos foram obtidas por GPS no momento da coleta e estão descritas no Relatório. Os demais parâmetros não constavam no escopo da chamada e não estão disponíveis no cadastro do IGAM.

3. Pede-se esclarecer se os poços a serem perfurados seguirão a norma ABNT NBR 12.244:2006 - Poço tubular - Construção de poço tubular para captação de água subterrânea.

Não está no escopo da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea).

4. Pede-se esclarecer a localização dos poços com projeto de construção e de regularização junto ao Instituto Mineiro de Gestão das Águas – IGAM.

Não está no escopo da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea).

5. Pede-se esclarecer a metodologia de amostragem, procedimentos e conservação das amostras e processos de controle de qualidade da coleta das amostras de águas subterrâneas.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

A metodologia de amostragem, procedimentos e conservação das amostras e processos de controle de qualidade da coleta das amostras de águas subterrâneas foram realizados pela empresa contratada para esta finalidade, a qual seguiu os protocolos previstos no “Guia Nacional De Coleta e Preservação De Amostras: Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas E Efluentes Líquidos”, da Agência Nacional de Águas e CETESB.

6. Pede-se esclarecer a escolha dos 62 analítos de compostos orgânicos conforme CONAMA 396/08/2008 a serem analisados e informar a metodologia analítica a ser empregada para cada analíto.

Os compostos orgânicos analisados são aqueles listados na Resolução CONAMA 396/08, conforme especificado na Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea). Todas metodologias utilizadas foram baseadas em métodos reconhecidos internacionalmente e estão descritas detalhadamente neste Relatório.

7. Pede-se esclarecer sobre o laboratório analítico selecionado: processo de validação das metodologias analíticas segundo as normas do INMETRO, sistema de Gestão das Informações a ser utilizado e demais requerimentos conforme a ABNT NBR ISO/IEC 17025.

As amostras foram analisadas no Centro de Referência ambiental (CRA-UFMG). Tal laboratório está em processo de adequação à Norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 para posterior acreditação pelo INMETRO.

8. Pede-se esclarecer sobre a programação de entrega de relatórios parciais, finais e de apresentações durante a execução dos trabalhos.

O Relatório Final (presente documento) foi entregue ao término do Subprojeto 14.

9. Pede-se esclarecer a composição dos relatórios técnicos com base nos objetivos e resultados dos levantamentos realizados, e métodos estatísticos para interpretação dos resultados dos ensaios.

Todas as informações requeridas neste quesito estão detalhadas no corpo do presente documento.

10. Pede-se a apresentação de cronograma com descrição das etapas e atividades a serem desenvolvidas. Transcrever cada quesito e sua resposta, por exemplo.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

O cronograma previsto no Subprojeto 14 precisou ser alterado devido a questões relacionadas à pandemia do COVID19.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

III.3 – Resposta aos quesitos formulados pela <u>Defensoria Pública do Estado de Minas Gerais</u> (documento 5084381-43.2020.8.13.0024 de 26/06/2020)

1. Tendo em vista a urgência dos atingidos obterem informações sobre os impactos do rompimento das barragens I, IV e IV-A, localizadas na Mina Córrego do Feijão em Brumadinho, sobre a contaminação da água subterrânea, o cronograma de desenvolvimento do subprojeto está sendo executado no período previsto? Caso não, qual nova proposta de cronograma se aplicaria?

O cronograma previsto no Subprojeto 14 precisou ser alterado devido a questões relacionadas à pandemia do COVID19.

2. O rompimento das barragens I, IV e IV-A, localizadas na Mina Córrego do Feijão em Brumadinho, trouxe alterações de qualidade e quantidade para as águas subterrâneas? Quais aquíferos sofreram alterações em suas dinâmicas pelo rompimento da barragem e/ou por seus efeitos? Como será modelado e dimensionado esse impacto ao longo das diferentes áreas impactadas, principalmente considerando as particularidades ambientais e as dinâmicas dos diferentes aquíferos? Qual a gravidade? Tende a aumentar, a diminuir ou a desaparecer?

A interrupção da captação de água no Rio Paraopeba devido ao rompimento da barragem causou o aumento do uso de água subterrânea para os diversos fins (dessedentação animal, irrigação e consumo humano). Portanto a avaliação da qualidade da água subterrânea foi o objetivo da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea), especificamente no que se refere a compostos orgânicos e não contemplou os aspectos quantitativos de modelagem hidrogeológica.

3. Como a determinação de compostos orgânicos em amostras de água subterrânea das áreas impactadas será modelada e integrada a outras variações de qualidade e quantidade também analisadas por outras chamadas propostas pelo perito?

A Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea) não contempla modelagem hidrogeológica.

4. Como serão dimensionadas as possibilidades e riscos atuais e futuros de contaminação por compostos orgânicos e seus possíveis impactos para os sistemas ecológicos e para os diferentes usos das águas?

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

Os resultados de medição obtidos na Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea) permitem uma comparação dos valores de concentração de compostos orgânicos considerados tóxicos com valores de qualidade da Resolução CONAMA 396/08, ou seja, valores máximos permitidos para compostos específicos dependendo do uso da água. As inconformidades observadas e discutidas neste Relatório indicam a necessidade de um monitoramento da qualidade dessas águas com relação à presença de compostos orgânicos, com maior número de poços e cisternas e por um tempo que permita avaliar sazonalidade.

5. Como será dimensionada a interação sedimento e água e suas possibilidades de alteração de qualidade para as águas subterrâneas e como essa modelagem será realizada para os ambientes lênticos do reservatório de Retiro Baixo e de Três Marias?

Os estudos mencionados não estão no escopo da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea).

6. Como será avaliado o dano e risco à saúde das pessoas e comunidades dos territórios atingidos à jusante do rompimento e que fazem uso das águas subterrâneas? Esse risco pode ser elevado ao longo do tempo?

A análise de risco à saúde das pessoas e comunidades dos territórios atingidos a jusante do rompimento e que fazem uso das águas subterrâneas não está contemplada na Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea). As inconformidades observadas e discutidas neste Relatório indicam a necessidade de um monitoramento da qualidade dessas águas com relação à presença de compostos orgânicos, com maior número de poços e cisternas e por um tempo que permita avaliar sazonalidade.

7. As alterações de qualidade das águas subterrâneas demandam cuidados específicos para o seu uso e consumo? A utilização da água demanda algum processo de tratamento para consumo não utilizado antes do rompimento das barragens I, IV e IV-A, localizadas na Mina Córrego do Feijão em Brumadinho? Há algum risco de contaminação para a população que se utiliza dessa água?

Alterações de qualidade das águas subterrâneas podem demandar ou não cuidados específicos dependendo de suas características e do seu uso e consumo. Águas com concentrações de compostos orgânicos acima dos valores máximos preconizados na Resolução CONAMA 396/08 não devem ser utilizadas para os fins a que esses valores se referem. As inconformidades observadas e discutidas

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

neste Relatório indicam a necessidade de um monitoramento da qualidade dessas águas com relação à presença de compostos orgânicos, com maior número de poços e cisternas e por um tempo que permita avaliar sazonalidade.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

III.4 – Resposta aos quesitos formulados pela Vale S. A. (documento 5084381-43.2020.8.13.0024 de 26/06/2020)

1. Queira o Sr. Perito explicar porque a chamada não contempla a verificação/quantificação de possíveis alterações na dinâmica da disponibilidade de água subterrânea passível de explotação, por meio de ensaios de vazão específica, já que a qualidade da água subterrânea está ligada ao processo de recarga do aquífero e, por seguinte, sua disponibilidade.

Não pertence ao escopo da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea).

2. Cientes que as características de produção de águas e a qualidade da água dos poços obtidas anteriormente ao rompimento da barragem podem ter sido alteradas, pergunta-se ao Sr. Perito se os testes de bombeamento dos referidos poços apresentados ao Instituto Mineiro de Gestão das Águas (IGAM), por ocasião da obtenção da outorga não serão investigados.

O objetivo da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea) foi de determinação de compostos orgânicos presentes na Resolução CONAMA 396/08 em poços e cisternas localizados a no máximo 1000 metros da calha do Rio Paraopeba.

3. Queira o Sr. Perito esclarecer como as avaliações estabelecidas na Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea) farão a inter-relação dos valores observados com os riscos atuais e futuros para os diferentes usos das águas subterrâneas na região?

As inconformidades observadas e discutidas neste Relatório indicam a necessidade de um monitoramento da qualidade dessas águas com relação à presença de compostos orgânicos, com maior número de poços e cisternas e por um tempo que permita avaliar sazonalidade.

4. Queira o Sr. Perito esclarecer como as avaliações estabelecidas na Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea) irão possibilitar a proposição de uma classificação dessas águas, quanto à sua qualidade, para serem utilizadas em irrigação e sua adequabilidade para uso na dessedentação de animais e na atividade agrícola?

O objetivo da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea) foi de determinação de compostos orgânicos presentes na Resolução CONAMA 396/08 em poços e cisternas localizados a no máximo 1000 metros da calha do Rio Paraopeba. A classificação das águas não é escopo da Chamada.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

5. No texto do projeto é exposto que não há dados sobre a qualidade da água dos poços de água subterrânea outorgados pela SEMAD (Secretaria de Estado de Meio Ambiente e Desenvolvimento Sustentável do Estado de Minas Gerais). Contaminações por contaminantes orgânicos como pesticidas, por exemplo, podem ser procedentes de áreas exploradas para a agricultura. Pergunta-se, então, ao Sr. Perito, como pretende-se estabelecer a relação entre o projeto apresentado, o rompimento da barragem e o consequente espalhamento dos rejeitos armazenados, com possíveis detecções de concentrações anômalas dos compostos orgânicos buscados e/ou encontrados nas amostras de água subterrânea? Serão utilizados no estudo relatórios que apresentem a caracterização física e química do rejeito, tal como se encontrava quando armazenado nas barragens? Devido à baixa velocidade de escoamento na zona insaturada do solo, aliada a grandes distâncias a serem percorridas pela água até a efetivação da recarga dos aquíferos, não poderiam ser utilizados métodos geocronológicos para verificação da idade da água subterrânea amostrada?

O objetivo da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea) foi de determinação de compostos orgânicos presentes na Resolução CONAMA 396/08 em poços e cisternas localizados a no máximo 1000 metros da calha do Rio Paraopeba. Uma avaliação conjunta das Chamadas referentes a determinação de contaminantes em outras matrizes não é escopo desta Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea).

6. É prevista a análise de amostras de água captadas em 144 poços, definidos de acordo com o plano amostral determinado pelo Comitê Técnico Científico (CTC) da UFMG do Projeto Brumadinho-UFMG na Chamada Pública Induzida 10/2019. Poços de exploração de águas subterrâneas que apresentem problemas ou danos estruturais podem sofrer contaminações diversas, inclusive, por meio de escoamento superficial. Dessa forma, os resultados obtidos não refletiriam de forma verdadeira a qualidade da água subterrânea na zona de influência do poço. Vê-se, então, a necessidade de uma avaliação prévia de todos os poços a serem utilizados como pontos amostrais, a fim de determinar se a água analisada possui características físicas, químicas e microbiológicas compatíveis com a água do aquífero por eles explorados. Diante do exposto, queira o Sr. Perito esclarecer como será feita tal avaliação.

O objetivo da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea) foi de determinação de compostos orgânicos presentes na Resolução CONAMA 396/08 em poços e cisternas localizados a no máximo 1000 metros da calha do Rio Paraopeba. O aumento do uso de água subterrânea para os diversos fins traz a necessidade de uma avaliação de presença ou não de possíveis contaminantes,

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

entre eles os compostos orgânicos. Investigações de escoamento, transporte e comportamento de contaminantes requerem novos estudos.

7. Queira o Sr. Perito esclarecer como será garantida a qualidade da amostra retirada se esta estiver contaminada por avaria do poço, o que não garante sua integridade conforme exigido pelas normas NBR 12212/2017 e NBR 12244/2006 (e normas complementares)? Qual medida será tomada quanto ao plano amostral? Será feita a coleta de amostras do aquífero em locais adjacentes aos poços identificados com avarias, de forma a inferir sobre a possível causa de contaminação?

A coleta das amostras foi encargo da empresa a contratada que seguiu os protocolos do "Guia Nacional De Coleta E Preservação De Amostras: Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas E Efluentes Líquidos", da Agência Nacional de Águas e CETESB.

8. Quais variáveis físicas e químicas de qualidade da água serão medidas *in situ* e qual o procedimento será adotado para calibração da sonda multiparâmetros? Ainda, como será realizado o estabelecimento de relação entre as variáveis físicas e químicas de qualidade da água e a presença dos compostos orgânicos porventura determinados nas amostras?

As variáveis foram pH, condutividade, turbidez, potencial redox, oxigênio dissolvido, temperatura do ar e temperatura da água. A medição das variáveis físicas e químicas *in situ* foi encargo da empresa a contratada que seguiu os protocolos do "Guia Nacional De Coleta E Preservação De Amostras: Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas E Efluentes Líquidos", da Agência Nacional de Águas e CETESB. Alguns pontos coletados apresentaram turbidez muito alta e a presença de compostos orgânicos em concentrações acima dos valores limite da Resolução CONAMA 396/08, conforme discutido neste Relatório.

9. Considerando que o rejeito não apresenta características orgânicas, queira o Sr. Perito esclarecer se a necessidade de análise e a quantificação de compostos orgânicos em água subterrânea está relacionada com a possibilidade de fontes de poluição contínua com NAPLs (*non-aqueous phase liquids*) que estejam enterrados (soterrados pelo acúmulo de rejeitos)? Considerando essa hipótese e que a Vale S.A. vem produzindo dados auditados mensalmente pela AECOM, pergunta-se ao Sr. Perito se os dados serão utilizados na condução da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea).

Tais dados não se encontram disponíveis.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

10. Queira o Sr. Perito esclarecer se será realizada uma análise teórica da reatividade das substâncias a serem analisadas nas águas subterrâneas, considerando informações sobre o fator de retardamento (R), coeficiente de distribuição (Kd), coeficiente de partição octanol-água (K_{ow}) e pressão de vapor (PV)? Esse esforço poderia reduzir o número de análises target, de acordo com as características dos contaminantes (a influência da volatilidade já está citada no documento da Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea)) e a presença de matéria orgânica, que tende a ser elevada em áreas de fundo de vale (onde escoam cursos d'água), e pode ter sido carreada pela passagem da lama. Assim seriam avaliados o risco de contaminação e a mobilidade no solo/lama.

Embora tais análises possam trazer informações teóricas sobre transporte desses compostos orgânicos determinados, sua mobilidade no meio ambiente é influenciada por muitos fatores não considerados na definição de tais parâmetros. O objetivo desta Chamada foi de avaliação da qualidade da água no que se refere a compostos orgânicos presentes na Resolução CONAMA 396/08, de uma única coleta, a qual pode ser utilizada como referência para a continuidade dos estudos.

11. Queira o Sr. Perito esclarecer sobre os tipos de aquíferos que serão amostrados. Especificamente, pergunta-se: os 144 pontos de amostragem de água subterrânea são de aquíferos livres? Pois, caso haja poços tubulares profundos, será necessária uma adequação da metodologia de amostragem seguindo as recomendações da NBR 15847 e levando em consideração aspectos como Purga por Volume Determinado, Purga Baixa Vazão, Purga Mínima e Amostragem Passiva.

A coleta das amostras foi encargo da empresa a contratada que seguiu os protocolos do "Guia Nacional De Coleta E Preservação De Amostras: Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas E Efluentes Líquidos", da Agência Nacional de Águas e CETESB.

12. A Chamada 10 tinha o objetivo de "Coletar amostras de água subterrânea da bacia do rio Paraopeba para determinações de metais, metaloides, microrganismos termotolerantes, Escherichia coli e compostos orgânicos". Entretanto, essa foi retificada, retirando-se o objetivo de coleta para análise de "compostos orgânicos". Já a Chamada 14/19 (Compostos Orgânicos em Água Subterrânea) tem como objetivo específico "Determinar compostos orgânicos da Norma CONAMA 396/08 em amostras de água subterrânea da bacia do Rio Paraopeba coletadas segundo plano amostral do Subprojeto 10/2019", não fazendo menção à forma (plano amostral e condições de coleta) e nem justificativa para a coleta das amostras com a finalidade

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

de determinação de compostos orgânicos. Como a amostragem tem interferência direta nos resultados analíticos, ficam alguns questionamentos. Assim, queira o Sr. Perito esclarecer como se dará a contratação de terceiros para amostragem? Há exigência que seja comprovadamente empresa com expertise no tema? As empresas designadas para função são acreditadas?

A empresa contratada possui acreditação na Norma NBR-ISO 17025 para coleta de amostras.

13. Considerando que o Centro de Referência Ambiental ainda não está concluído, queira o Sr. Perito esclarecer se o cronograma de recepção de amostras e procedimentos analíticos seguirá conforme o planejado originalmente ou aguardar-se-á a conclusão do Centro para, então, iniciar-se os trabalhos em campo? Ainda sobre o Centro de Referência Ambiental e sua conclusão, queira o Sr. Perito esclarecer se caso o laboratório não possua concluída a acreditação de acordo com os requisitos da norma ABNT NBR ISO/IEC 17025, as análises serão realizadas por laboratório terceirizado acreditado, de forma a não interromper o fluxo de trabalho devido ao tempo máximo de preservação de amostras?

O Centro de Referência Ambiental (CRA) está em adequação dos protocolos requeridos para acreditação à Norma ISO17025 do INMETRO. Porém todos os procedimentos de validação dos métodos e das análises realizadas foram feitos e registrados.

14. Solicita-se ao Sr. Perito esclarecimentos acerca da avaliação da exatidão dos métodos analíticos empregados para a quantificação dos compostos orgânicos nas amostras de águas subterrâneas. Materiais de referência certificados (CRMs) podem ser usados para avaliar a exatidão dos analitos "target", no entanto, há carência no mercado de CRMs que apresentem valores certificados para os analitos *untargeted*.

Os métodos analíticos desenvolvidos foram validados seguindo as normas do INMETRO. No caso das análises target, utilizou-se, para averiguar a exatidão das análises, testes de adição e recuperação. A identificação dos analitos realizada nas análises *untargeted* seguiu protocolos rígidos, os quais levaram em consideração a massa exata dos analitos, bem como os respectivos padrões de fragmentação e distribuições isotópicas. Esse protocolo foi aplicado para alguns padrões de substâncias identificadas e esses dados de caracterização comparados. Detalhes sobre tais procedimentos são descritos neste Relatório.

15. Solicita-se ao Sr. Perito esclarecimentos acerca do processo de acreditação do laboratório junto à norma ISO 17025. Para vários compostos orgânicos a serem quantificados, o período

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

máximo recomendado de armazenamento das amostras, para garantir a preservação das espécies químicas, pode ser um fator limitante. Recomenda-se que as coletas com a finalidade de quantificação de compostos orgânicos sejam realizadas após a concessão da acreditação junto à norma supracitada.

O tempo de armazenamento das amostras para determinação de compostos orgânicos realmente se mostrou um fator limitante para as análises, porém, todas as amostras que foram analisadas estavam dentro do prazo de validade estipulado no “Guia Nacional De Coleta E Preservação De Amostras: Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas E Efluentes Líquidos”, da Agência Nacional de Águas e CETESB.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

ANEXO IV – RESUMO DO PROJETO EM LINGUAGEM ACESSÍVEL

O rompimento da barragem 1 (B1) do complexo da Mina Córrego do Feijão da empresa Vale, em Brumadinho, liberou cerca de 12 milhões de m^3 de rejeitos. Parte desse rejeito ficou depositado na área entre o local do rompimento da barragem, a confluência do Ribeirão Ferro-Carvão e o Rio Paraopeba, e parte atingiu as águas do Rio Paraopeba, o que causou a interrupção da captação de água nesse rio

O caminho percorrido pela lama provocou perda irreparável de vidas humanas. Também danos na mata nativa e em áreas utilizadas para agricultura e criação de animais, além de casas, construções, transformadores elétricos, e vários outros tipos de objetos, de composição orgânica ou não.

A qualidade de águas subterrâneas, em geral, pode ser afetada por fatores naturais (composição mineralógica de minerais, rochas e solos) e atividades humanas, principalmente às relacionadas ao uso e ocupação do solo. A suspensão da captação de água no Rio Paraopeba causou o aumento do uso das águas subterrâneas pela população para diversos fins, entre eles consumo próprio, irrigação e dessedentação animal, portanto, a avaliação da qualidade dessas águas, especialmente nas áreas próximas ao acidente, tornou-se ainda mais importante.

Uma vez que o Subprojeto 16 teve como objetivo avaliar a presença de contaminantes inorgânicos nessas águas, o objetivo da presente proposta (Subprojeto 14) foi de analisar a presença de compostos orgânicos, em poços ou cisternas localizados no máximo a 1000 m da calha do Rio Paraopeba, de propriedades rurais ou empreendimentos. Vale ressaltar que muitos compostos orgânicos apresentam alta toxicidade para o organismo humano, mesmo em concentrações muito baixas, como alguns agrotóxicos, por exemplo. Os valores máximos permitidos na legislação para concentração desses compostos são da ordem de parte por bilhão (ppb).

Com relação à Resolução CONAMA 396/08, dos 53 compostos orgânicos determinados nas amostras, foram encontrados valores de concentração não-conformes para 12 compostos orgânicos no total, 3 classificados como SVOCs (Compostos Orgânicos Semivoláteis) e 9 classificados como VOCs (Compostos Orgânicos Voláteis). As análises *untargeted* (sem definição de analitos) identificaram 145 compostos orgânicos presentes nas amostras, os quais não estão no escopo da Resolução CONAMA 396/08. São compostos nocivos à saúde humana e ao meio ambiente, como medicamentos, fungicidas e compostos utilizados em processos industriais. Com relação à localização geográfica e presença desses contaminantes foi possível observar perfis de distribuição

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

semelhantes para compostos da mesma classe ao longo do Rio Paraopeba. Estes perfis indicam que pode estar realmente havendo percolação desses compostos da superfície para as águas subterrâneas e que a origem deles é a mesma.

Não foi factível fazer uma atribuição de possíveis fontes desses contaminantes, presentes nessas áreas de coleta, apenas com os resultados deste subprojeto, em virtude de se ter realizado uma única amostragem. No entanto, o conjunto de resultados indica a importância da implementação do monitoramento da qualidade das águas subterrâneas quanto à presença de compostos orgânicos, com o estabelecimento de uma rede de amostragem ampliada e também monitorada sazonalmente.

Os resultados também apontam para a necessidade de um levantamento das possíveis fontes dos analitos aqui encontrados, de forma que medidas de prevenção de contaminação desses aquíferos possam ser planejadas. Uma vez que a utilização dessas águas aumentou desde o rompimento da Barragem do Córrego do Feijão em Brumadinho, recomenda-se, também, uma avaliação de impactos associados ao uso dessas águas para consumo humano e outras atividades, pela área da saúde.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

ANEXO V – RELATÓRIO FINANCEIRO FUNDEP

FUNDEP UFMG	EXECUÇÃO DA RECEITA E DESPESA

OBJETO: "ANÁLISE DO IMPACTO NOS SERVIÇOS DE PROTEÇÃO SOCIAL."

CONTRATANTE/CONTRATADA:	CONTRATO: 144/2020 - PROCESSO: UFMG23072.223403/2020-39 REF.FINANCIADOR 5084381-43.2020.8.13.0024 REFERÊNCIA FUNDEP: 27910
UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DCP-CIENCIA POLITICA (FAFICH-FAC. FILOSOFIA C. HUMANAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP	PRESTAÇÃO DE CONTAS FINAL PERÍODO: 26/10/2020 À 26/10/2021

RECEITA		RESTITUIÇÃO ADIANTAMENTOS FUNDEP	
SALDO ANTERIOR	0,00	DESPESAS	
RECURSOS RECEBIDOS	490.594,25	MATERIAL DE CONSUMO	156.458,52
		CUSTOS ADMNISTRATIVOS	44.599,44
LIBERAÇÃO 11/11/2020	490.594,25	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	78.890,00
		RESOLUÇÃO 10/95 - DEPARTAMENTO	35.679,58
		RESOLUÇÃO 10/95 - UNIDADE	8.919,90
		BOLSA	160.310,58
		RESOLUÇÃO 10/95 - UFMG	8.919,90
		TARIFAS BNCARIAS	103,32
		DEVOLUÇAO DE SALDO	4,43
TOTAL RECEITAS	490.594,25	TOTAL DESPESAS	493.881,24
RENDIMENTOS NO PERÍODO	3.291,42	SALDO EM 25/02/2022	0,00
TOTAL	493.885,67	TOTAL	493.885,67

EXECUTOR	RESPONSÁVEL PELA EXECUÇÃO
Thiago Mariano Ribeiro Dos S. de Abreu **Analista de Projetos**	Wenderson Veloso da Silva Santos **Analista de Prestação de Contas**

D4Sign b44b47f9-0ac6-40e3-b041-2d0e48bceb8c - Para confirmar as assinaturas acesse https://secure.d4sign.com.br/verificar
Documento assinado eletronicamente, conforme MP 2.200-2/01, Art. 10º, §2.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

FUNDEP UFMG

RELAÇÃO DE PAGAMENTOS

RECURSOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DCP-CIENCIA POLITICA (FAFICH-FAC. FILOSOFIA C. HUMANAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP				PRESTAÇÃO DE CONTAS			
1- CONC.	OBJETO: "ANÁLISE DO IMPACTO NOS SERVIÇOS DE PROTEÇÃO SOCIAL."					PARCIAL	X	FINAL
2 - EXEC.	CONTRATO: 144/2020 - PROCESSO: UFMG23072.223403/2020-39	REF.FINANCIADOR 5084381-43.2020.8.13.0024			PERÍODO: 26/10/2020 À 26/10/2021			
3 - OUTROS	REFERÊNCIA FUNDEP: 27910							
REC.	ITEM	CREDOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
1	1	MILLENA CHRISTIE FERREIRA AVELAR - Ref. BOLSA DE PESQUISA	115.473.506-01	BOLSA	GEFIN 48386/20	30/11/2020	202011	30/11/2020	3.946,71
1	2	JOSÉ MESSIAS GOMES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	092.242.456-09	BOLSA	GEFIN 48386/20	30/11/2020	202011	30/11/2020	3.946,71
1	3	RODINEI AUGUSTI - Ref. BOLSA DE PESQUISA	027.668.918-62	BOLSA	GEFIN 48386/20	30/11/2020	202011	30/11/2020	2.466,69
1	4	RICARDO MATHIAS ORLANDO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	813.526.201-97	BOLSA	GEFIN 48386/20	30/11/2020	202011	30/11/2020	2.343,36
1	5	ADRIANA NORI DE MACEDO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	351.747.438-01	BOLSA	GEFIN 48386/20	30/11/2020	202011	30/11/2020	2.343,36
1	6	HELVÉCIO COSTA MENEZES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	408.315.826-34	BOLSA	GEFIN 48386/20	30/11/2020	202011	30/11/2020	2.343,35
1	7	MARINA CANESCHI DE FREITAS - Ref. BOLSA DE PESQUISA	071.928.376-01	BOLSA	GEFIN 48386/20	30/11/2020	202011	30/11/2020	1.578,68
1	8	JÚLIA VASCONCELLOS AUGUSTI - Ref. BOLSA DE PESQUISA	126.371.026-32	BOLSA	GEFIN 48386/20	30/11/2020	202011	30/11/2020	729,35
1	9	LUCIENE PAIVA MOREIRA DA SILVA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	008.259.686-74	BOLSA	GEFIN 48386/20	30/11/2020	202011	30/11/2020	2.210,16
1	10	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 48435/20	30/11/2020	735361	30/11/2020	2.204,70
1	11	MARIANA RAMOS DE ALMEIDA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	066.673.886-60	BOLSA	GEFIN 48386/20	30/11/2020	202011	30/11/2020	2.343,36
1	12	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAGAMENTOS	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	30/11/2020	1	30/11/2020	2,46
1	13	JÚLIA VASCONCELLOS AUGUSTI - Ref. BOLSA DE PESQUISA - ESTORNO TOTAL REFERENTE A DESPESA OCORRIDA EM 30/11/2020	126.371.026-32	BOLSA	GEFIN 48386/20	01/12/2020	202011	30/11/2020	(729,35)
1	14	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 48586/20	04/12/2020	736399	04/12/2020	224,47
1	15	ZENILDA DE LOURDES CARDEAL - Ref. BOLSA DE PESQUISA	009.662.958-46	BOLSA	GEFIN 48527/20	04/12/2020	202012	04/12/2020	2.466,69
1	16	LÍVIA DIAS VIDOTTI LEAL - Ref. BOLSA DE PESQUISA	118.851.546-23	BOLSA	GEFIN 48728/20	14/12/2020	202012	14/12/2020	729,35
1	17	LÍVIA DIAS VIDOTTI LEAL - Ref. BOLSA DE PESQUISA	118.851.546-23	BOLSA	GEFIN 48728/20	14/12/2020	202012	14/12/2020	729,35
1	18	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 49010/20	18/12/2020	739366	18/12/2020	132,61
1	19	LUCIENE PAIVA MOREIRA DA SILVA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	008.259.686-74	BOLSA	GEFIN 49221/20	30/12/2020	202012	30/12/2020	2.210,16
1	20	JOSÉ MESSIAS GOMES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	092.242.456-09	BOLSA	GEFIN 49221/20	30/12/2020	202012	30/12/2020	3.946,71
1	21	RODINEI AUGUSTI - Ref. BOLSA DE PESQUISA	027.668.918-62	BOLSA	GEFIN 49221/20	30/12/2020	202012	30/12/2020	2.466,69
1	22	HELVÉCIO COSTA MENEZES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	408.315.826-34	BOLSA	GEFIN 49221/20	30/12/2020	202012	30/12/2020	2.343,36
1	23	MARIANA RAMOS DE ALMEIDA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	066.673.886-60	BOLSA	GEFIN 49221/20	30/12/2020	202012	30/12/2020	2.343,36
1	24	ADRIANA NORI DE MACEDO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	351.747.438-01	BOLSA	GEFIN 49221/20	30/12/2020	202012	30/12/2020	2.343,36
1	25	MARINA CANESCHI DE FREITAS - Ref. BOLSA DE PESQUISA	071.928.376-01	BOLSA	GEFIN 49221/20	30/12/2020	202012	30/12/2020	1.578,68
1	26	MILLENA CHRISTIE FERREIRA AVELAR - Ref. BOLSA DE PESQUISA	115.473.506-01	BOLSA	GEFIN 49221/20	30/12/2020	202012	30/12/2020	3.946,71
1	27	RICARDO MATHIAS ORLANDO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	813.526.201-97	BOLSA	GEFIN 49221/20	30/12/2020	202012	30/12/2020	2.343,36
1	28	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAGAMENTOS	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	30/12/2020	2	30/12/2020	4,92
1	29	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 49310/21	04/01/2021	740805	04/01/2021	2.138,39
1	30	ZENILDA DE LOURDES CARDEAL - Ref. BOLSA DE PESQUISA	009.662.958-46	BOLSA	GEFIN 49284/21	05/01/2021	202101	05/01/2021	2.466,69
1	31	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 49457/21	08/01/2021	742201	08/01/2021	224,70
1	32	LÍVIA DIAS VIDOTTI LEAL - Ref. BOLSA DE PESQUISA	118.851.546-23	BOLSA	GEFIN 49553/21	14/01/2021	202101	14/01/2021	729,35
1	33	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 49620/21	15/01/2021	743443	15/01/2021	66,30
1	34	JOSÉ MESSIAS GOMES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	092.242.456-09	BOLSA	GEFIN 49938/21	29/01/2021	202101	29/01/2021	3.946,71
1	35	RODINEI AUGUSTI - Ref. BOLSA DE PESQUISA	027.668.918-62	BOLSA	GEFIN 49938/21	29/01/2021	202101	29/01/2021	2.466,69
1	36	HELVÉCIO COSTA MENEZES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	408.315.826-34	BOLSA	GEFIN 49938/21	29/01/2021	202101	29/01/2021	2.343,36

D4Sign b44b47f9-0ac6-40e3-b041-2d0e48bceb8c - Para confirmar as assinaturas acesse https://secure.d4sign.com.br/verificar
Documento assinado eletronicamente, conforme MP 2.200-2/01, Art. 10º, §2.

FUNDEP UFMG

RELAÇÃO DE PAGAMENTOS

RECURSOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DCP-CIENCIA POLITICA (FAFICH-FAC. FILOSOFIA C. HUMANAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP				PRESTAÇÃO DE CONTAS			
1- CONC.	OBJETO: "ANÁLISE DO IMPACTO NOS SERVIÇOS DE PROTEÇÃO SOCIAL."					PARCIAL	X	FINAL
2 - EXEC.	CONTRATO: 144/2020 - PROCESSO: UFMG23072.223403/2020-39	REF.FINANCIADOR 5084381-43.2020.8.13.0024			PERÍODO: 26/10/2020 À 26/10/2021			
3 - OUTROS	REFERÊNCIA FUNDEP: 27910							
REC.	ITEM	CREDOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
1	37	MARIANA RAMOS DE ALMEIDA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	066.673.886-60	BOLSA	GEFIN 49938/21	29/01/2021	202101	29/01/2021	2.343,36
1	38	ADRIANA NORI DE MACEDO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	351.747.438-01	BOLSA	GEFIN 49938/21	29/01/2021	202101	29/01/2021	2.343,36
1	39	MARINA CANESCHI DE FREITAS - Ref. BOLSA DE PESQUISA	071.928.376-01	BOLSA	GEFIN 49938/21	29/01/2021	202101	29/01/2021	1.578,68
1	40	LUCIENE PAIVA MOREIRA DA SILVA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	008.259.686-74	BOLSA	GEFIN 49938/21	29/01/2021	202101	29/01/2021	2.210,16
1	41	MILLENA CHRISTIE FERREIRA AVELAR - Ref. BOLSA DE PESQUISA	115.473.506-01	BOLSA	GEFIN 49938/21	29/01/2021	202101	29/01/2021	3.946,71
1	42	RICARDO MATHIAS ORLANDO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	813.526.201-97	BOLSA	GEFIN 49938/21	29/01/2021	202101	29/01/2021	2.343,36
1	43	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 49964/21	29/01/2021	745554	29/01/2021	2.138,40
1	44	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAGAMENTOS	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	29/01/2021	3	29/01/2021	4,92
1	45	LOJA DO LABORATORIO PRODUTOS DE PERFUMARIA, COSMETICOS E HIG. PESSOAL EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50000/21	01/02/2021	1447	18/01/2021	58,00
1	46	ICELTEC LTDA	71.403.927/0001-10	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50036/21	02/02/2021	000.007.179	04/01/2021	337,00
1	47	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 50171/21	05/02/2021	746641	05/02/2021	260,60
1	48	ZENILDA DE LOURDES CARDEAL - Ref. BOLSA DE PESQUISA	009.662.958-46	BOLSA	GEFIN 50115/21	05/02/2021	202102	05/02/2021	2.466,69
1	49	QUALIVIDROS DISTRIBUIDORA LTDA	06.003.551/0001-95	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50159/21	08/02/2021	000.017.313	18/01/2021	198,60
1	50	BR DIAGNOSTICO COM PROD PARA LABORATORIOS LTDA	07.843.580/0001-28	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50175/21	09/02/2021	000.008.766	25/01/2021	579,00
1	51	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	09/02/2021	4	09/02/2021	2,46
1	52	DISTRIBUIDORA TRIANGULO LTDA	17.498.163/0001-49	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50299/21	10/02/2021	000.256.018	26/01/2021	98,00
1	53	LUIZ ALBERTO FERREIRA ALVES 90818067691	30.574.622/0001-94	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50321/21	11/02/2021	000.000.007	09/02/2021	510,00
1	54	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	11/02/2021	5	11/02/2021	2,46
1	55	LÍVIA DIAS VIDOTTI LEAL - Ref. BOLSA DE PESQUISA	118.851.546-23	BOLSA	GEFIN 50326/21	12/02/2021	202102	12/02/2021	729,35
1	56	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 50371/21	12/02/2021	747594	12/02/2021	192,71
1	57	ANALITICA LTDA	25.932.088/0001-00	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50357/21	18/02/2021	000.045.459	19/01/2021	80,00
1	58	LOJA DO LABORATORIO PRODUTOS DE PERFUMARIA, COSMETICOS E HIG. PESSOAL EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50357/21	18/02/2021	000.001.450	18/01/2021	31,90
1	59	LOJA DO LABORATORIO PRODUTOS DE PERFUMARIA, COSMETICOS E HIG. PESSOAL EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50357/21	18/02/2021	1512	01/02/2021	18,00
1	60	NOVA ANALITICA IMPORTACAO E EXPORTACAO LTDA	67.774.679/0001-47	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50357/21	18/02/2021	000.106.944	20/01/2021	1.831,50
1	61	BR DIAGNOSTICO COM PROD PARA LABORATORIOS LTDA	07.843.580/0001-28	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50357/21	18/02/2021	000.008.745	19/01/2021	95,00
1	62	LSC COMERCIAL LTDA - EPP	22.569.484/0001-27	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50408/21	18/02/2021	4226	20/01/2021	100,74
1	63	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	18/02/2021	6	18/02/2021	2,46
1	64	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 50521/21	19/02/2021	748853	19/02/2021	196,33
1	65	LUIZ ALBERTO FERREIRA ALVES 90818067691	30.574.622/0001-94	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50413/21	22/02/2021	000.000.019	19/02/2021	98,00
1	66	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	22/02/2021	7	22/02/2021	2,46
1	67	ICELTEC LTDA	71.403.927/0001-10	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50425/21	24/02/2021	000.008.100	17/02/2021	51,00
1	68	LOJA DO LABORATORIO PRODUTOS DE PERFUMARIA, COSMETICOS E HIG. PESSOAL EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50424/21	25/02/2021	1508	28/01/2021	2.333,00

D4Sign b44b47f9-0ac6-40e3-b041-2d0e48bceb8c - Para confirmar as assinaturas acesse https://secure.d4sign.com.br/verificar
Documento assinado eletronicamente, conforme MP 2.200-2/01, Art. 10º, §2.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

FUNDEP UFMG

RELAÇÃO DE PAGAMENTOS

RECURSOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DCP-CIENCIA POLITICA (FAFICH-FAC. FILOSOFIA C. HUMANAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP				PRESTAÇÃO DE CONTAS			
1- CONC.	OBJETO: "ANÁLISE DO IMPACTO NOS SERVIÇOS DE PROTEÇÃO SOCIAL."					PARCIAL	X	FINAL
2 - EXEC.	CONTRATO: 144/2020 - PROCESSO: UFMG23072.223403/2020-39		REF.FINANCIADOR 5084381-43.2020.8.13.0024		PERÍODO: 26/10/2020 À 26/10/2021			
3 - OUTROS	REFERÊNCIA FUNDEP: 27910							
REC.	ITEM	CREDOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
1	69	LOJA DO LABORATORIO PRODUTOS DE PERFUMARIA, COSMETICOS E HIG. PESSOAL EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50424/21	25/02/2021	1513	01/02/2021	99,18
1	70	JOSE MESSIAS GOMES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	092.242.456-09	BOLSA	GEFIN 50670/21	26/02/2021	202102	26/02/2021	3.946,71
1	71	RODINEI AUGUSTI - Ref. BOLSA DE PESQUISA	027.668.918-62	BOLSA	GEFIN 50670/21	26/02/2021	202102	26/02/2021	2.466,69
1	72	MARIANA RAMOS DE ALMEIDA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	066.673.886-60	BOLSA	GEFIN 50670/21	26/02/2021	202102	26/02/2021	2.343,36
1	73	ADRIANA NORI DE MACEDO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	351.747.438-01	BOLSA	GEFIN 50670/21	26/02/2021	202102	26/02/2021	2.343,36
1	74	HELVÉCIO COSTA MENEZES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	408.315.826-34	BOLSA	GEFIN 50670/21	26/02/2021	202102	26/02/2021	2.343,36
1	75	MARINA CANESCHI DE FREITAS - Ref. BOLSA DE PESQUISA	071.928.376-01	BOLSA	GEFIN 50670/21	26/02/2021	202102	26/02/2021	1.578,68
1	76	LUCIENE PAIVA MOREIRA DA SILVA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	008.259.686-74	BOLSA	GEFIN 50670/21	26/02/2021	202102	26/02/2021	2.210,16
1	77	MILLENA CHRISTIE FERREIRA AVELAR - Ref. BOLSA DE PESQUISA	115.473.506-01	BOLSA	GEFIN 50670/21	26/02/2021	202102	26/02/2021	3.946,71
1	78	RICARDO MATHIAS ORLANDO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	813.526.201-97	BOLSA	GEFIN 50670/21	26/02/2021	202102	26/02/2021	2.343,36
1	79	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 50725/21	26/02/2021	750179	26/02/2021	2.373,27
1	80	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAGAMENTOS	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	26/02/2021	8	26/02/2021	4,92
1	81	QUALIVIDROS DISTRIBUIDORA LTDA	06.003.551/0001-95	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50691/21	01/03/2021	000.017.405	03/02/2021	1.050,50
1	82	DQUI-QUIMICA	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-DEPARTAMENTO	GEFIN 50813/21	03/03/2021	AD	03/03/2021	6.274,42
1	83	ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-UNIDADE	GEFIN 50813/21	03/03/2021	AD	03/03/2021	1.568,60
1	84	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS	17.217.985/0001-04	RESOLUCAO 10/95-UFMG	GEFIN 50813/21	03/03/2021	AD	03/03/2021	1.568,60
1	85	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 50901/21	05/03/2021	751351	05/03/2021	951,55
1	86	NACIONAL DISTRIBUIDORA LTDA - ME	20.661.513/0001-50	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50412/21	08/03/2021	27060	04/02/2021	87,70
1	87	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	08/03/2021	9	08/03/2021	2,46
1	88	LOJA DO LABORATORIO PRODUTOS DE PERFUMARIA, COSMETICOS E HIG. PESSOAL EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50929/21	09/03/2021	1548	09/02/2021	600,00
1	89	AUTENTICA DIAS COMERCIO LTDA	27.520.617/0001-94	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN GEFIN 50930/21 GEFIN	11/03/2021	000.003.425	23/02/2021	35,00
1	90	TEC IMPORT - EXPORTAÇÃO, IMPORTAÇÃO E COM. LTDA.	62.060.678/0001-17	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50981/21	11/03/2021	0000000811	08/03/2021	743,00
1	91	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	11/03/2021	10	11/03/2021	4,92
1	92	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 51076/21	12/03/2021	752878	12/03/2021	374,53
1	93	ZENILDA DE LOURDES CARDEAL - Ref. BOLSA DE PESQUISA	009.662.958-46	BOLSA	GEFIN 51042/21	12/03/2021	202103	12/03/2021	2.466,69
1	94	CMS CIENTIFICA DO BRASIL EIRELI	31.923.850/0001-95	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51027/21	12/03/2021	000.000.721	04/02/2021	180,00
1	95	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	12/03/2021	11	12/03/2021	2,46
1	96	LÍVIA DIAS VIDOTTI LEAL - Ref. BOLSA DE PESQUISA	118.851.546-23	BOLSA	GEFIN 51220/21	19/03/2021	202103	19/03/2021	729,35
1	97	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 51247/21	19/03/2021	754257	19/03/2021	66,52
1	98	NOVA ANALITICA IMPORTACAO E EXPORTACAO LTDA	67.774.679/0001-47	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51240/21	22/03/2021	000.107.672	22/02/2021	2.691,00
1	99	AUTENTICA DIAS COMERCIO LTDA	27.520.617/0001-94	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51224/21	23/03/2021	000.003.424	23/02/2021	57,00
1	100	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	23/03/2021	12	23/03/2021	2,46
1	101	DQUI-QUIMICA	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-DEPARTAMENTO	GEFIN 51347/21	24/03/2021	AD	24/03/2021	2.660,17
1	102	ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-UNIDADE	GEFIN 51347/21	24/03/2021	AD	24/03/2021	665,04
1	103	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS	17.217.985/0001-04	RESOLUCAO 10/95-UFMG	GEFIN 51347/21	24/03/2021	AD	24/03/2021	665,04

D4Sign b44b47f9-0ac6-40e3-b041-2d0e48bceb8c - Para confirmar as assinaturas acesse https://secure.d4sign.com.br/verificar
Documento assinado eletronicamente, conforme MP 2.200-2/01, Art. 10º, §2.

FUNDEP UFMG

RELAÇÃO DE PAGAMENTOS

RECURSOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DCP-CIENCIA POLITICA (FAFICH-FAC. FILOSOFIA C. HUMANAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP				PRESTAÇÃO DE CONTAS			
1- CONC.	OBJETO: "ANÁLISE DO IMPACTO NOS SERVIÇOS DE PROTEÇÃO SOCIAL."					PARCIAL	X	FINAL
2 - EXEC.	CONTRATO: 144/2020 - PROCESSO: UFMG23072.223403/2020-39		REF.FINANCIADOR 5084381-43.2020.8.13.0024		PERÍODO: 26/10/2020 À 26/10/2021			
3 - OUTROS	REFERÊNCIA FUNDEP: 27910							
REC.	ITEM	CREDOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
1	104	BIO RESEARCH DO BRASIL INSTRUMENT.CIENT.LTDA	00.868.405/0001-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51381/21	26/03/2021	18876	26/02/2021	580,00
1	105	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 51417/21	26/03/2021	755418	26/03/2021	665,52
1	106	JOSE MESSIAS GOMES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	092.242.456-09	BOLSA	GEFIN 51454/21	30/03/2021	202103	30/03/2021	3.946,71
1	107	RODINEI AUGUSTI - Ref. BOLSA DE PESQUISA	027.668.918-62	BOLSA	GEFIN 51454/21	30/03/2021	202103	30/03/2021	2.466,69
1	108	HELVÉCIO COSTA MENEZES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	408.315.826-34	BOLSA	GEFIN 51454/21	30/03/2021	202103	30/03/2021	2.343,36
1	109	MARIANA RAMOS DE ALMEIDA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	066.673.886-60	BOLSA	GEFIN 51454/21	30/03/2021	202103	30/03/2021	2.343,36
1	110	ADRIANA NORI DE MACEDO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	351.747.438-01	BOLSA	GEFIN 51454/21	30/03/2021	202103	30/03/2021	2.343,36
1	111	MARINA CANESCHI DE FREITAS - Ref. BOLSA DE PESQUISA	071.928.376-01	BOLSA	GEFIN 51454/21	30/03/2021	202103	30/03/2021	1.578,68
1	112	LUCIENE PAIVA MOREIRA DA SILVA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	008.259.686-74	BOLSA	GEFIN 51454/21	30/03/2021	202103	30/03/2021	2.210,16
1	113	MILLENA CHRISTIE FERREIRA AVELAR - Ref. BOLSA DE PESQUISA	115.473.506-01	BOLSA	GEFIN 51454/21	30/03/2021	202103	30/03/2021	3.946,71
1	114	RICARDO MATHIAS ORLANDO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	813.526.201-97	BOLSA	GEFIN 51454/21	30/03/2021	202103	30/03/2021	2.343,36
1	115	LOJA DO LABORATORIO PRODUTOS DE PERFUMARIA, COSMETICOS E HIG. PESSOAL EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51441/21	30/03/2021	1690	05/03/2021	275,00
1	116	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAGAMENTOS	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	30/03/2021	13	30/03/2021	4,92
1	117	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. ESTORNO DE TAR PAGAMENTOS	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	30/03/2021	13	30/03/2021	(4,92)
1	118	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAGAMENTOS	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	30/03/2021	14	30/03/2021	4,92
1	119	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 51543/21	31/03/2021	756183	31/03/2021	2.164,29
1	120	LUIZ ALBERTO FERREIRA ALVES 90818067691	30.574.622/0001-94	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51676/21	06/04/2021	000.000.095	01/04/2021	90,00
1	121	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	06/04/2021	15	06/04/2021	2,46
1	122	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 51786/21	09/04/2021	757702	09/04/2021	7,96
1	123	BR DIAGNOSTICO COM PROD PARA LABORATORIOS LTDA	07.843.580/0001-28	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51844/21	13/04/2021	000.008.914	16/03/2021	142,00
1	124	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	13/04/2021	16	13/04/2021	2,46
1	125	ZENILDA DE LOURDES CARDEAL - Ref. BOLSA DE PESQUISA	009.662.958-46	BOLSA	GEFIN 51853/21	14/04/2021	202104	14/04/2021	2.466,69
1	126	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 51966/21	16/04/2021	759043	16/04/2021	285,74
1	127	DORMED HOSPITALAR LTDA	01.505.499/0001-51	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51883/21	16/04/2021	511160	15/03/2021	532,00
1	128	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	16/04/2021	17	16/04/2021	2,46
1	129	JOSE MESSIAS GOMES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	092.242.456-09	BOLSA	GEFIN 52019/21	20/04/2021	202104	20/04/2021	3.946,71
1	130	ZENILDA DE LOURDES CARDEAL - Ref. BOLSA DE PESQUISA	009.662.958-46	BOLSA	GEFIN 52019/21	20/04/2021	202104	20/04/2021	2.466,71
1	131	RODINEI AUGUSTI - Ref. BOLSA DE PESQUISA	027.668.918-62	BOLSA	GEFIN 52019/21	20/04/2021	202104	20/04/2021	2.466,69
1	132	HELVÉCIO COSTA MENEZES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	408.315.826-34	BOLSA	GEFIN 52019/21	20/04/2021	202104	20/04/2021	2.343,36
1	133	MARIANA RAMOS DE ALMEIDA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	066.673.886-60	BOLSA	GEFIN 52019/21	20/04/2021	202104	20/04/2021	2.343,35
1	134	ADRIANA NORI DE MACEDO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	351.747.438-01	BOLSA	GEFIN 52019/21	20/04/2021	202104	20/04/2021	2.343,35
1	135	MARINA CANESCHI DE FREITAS - Ref. BOLSA DE PESQUISA	071.928.376-01	BOLSA	GEFIN 52019/21	20/04/2021	202104	20/04/2021	1.578,70
1	136	LÍVIA DIAS VIDOTTI LEAL - Ref. BOLSA DE PESQUISA	118.851.546-23	BOLSA	GEFIN 52019/21	20/04/2021	202104	20/04/2021	729,35
1	137	LUCIENE PAIVA MOREIRA DA SILVA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	008.259.686-74	BOLSA	GEFIN 52019/21	20/04/2021	202104	20/04/2021	2.210,16
1	138	MILLENA CHRISTIE FERREIRA AVELAR - Ref. BOLSA DE PESQUISA	115.473.506-01	BOLSA	GEFIN 52019/21	20/04/2021	202104	20/04/2021	3.946,71
1	139	RICARDO MATHIAS ORLANDO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	813.526.201-97	BOLSA	GEFIN 52019/21	20/04/2021	202104	20/04/2021	2.343,35

D4Sign b44b47f9-0ac6-40e3-b041-2d0e48bceb8c - Para confirmar as assinaturas acesse https://secure.d4sign.com.br/verificar
Documento assinado eletronicamente, conforme MP 2.200-2/01, Art. 10º, §2.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

FUNDEP UFMG

RELAÇÃO DE PAGAMENTOS

RECURSOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DCP-CIENCIA POLITICA (FAFICH-FAC. FILOSOFIA C. HUMANAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP				PRESTAÇÃO DE CONTAS			
1- CONC.	OBJETO: "ANÁLISE DO IMPACTO NOS SERVIÇOS DE PROTEÇÃO SOCIAL."					PARCIAL	X	FINAL
2 - EXEC.	CONTRATO: 144/2020 - PROCESSO: UFMG23072.223403/2020-39	REF.FINANCIADOR 5084381-43.2020.8.13.0024			PERÍODO: 26/10/2020 À 26/10/2021			
3 - OUTROS	REFERÊNCIA FUNDEP: 27910							
REC.	ITEM	CREDOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
1	140	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAGAMENTOS	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	20/04/2021	18	20/04/2021	4,92
1	141	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 52132/21	23/04/2021	759894	23/04/2021	2.429,62
1	142	NEOBIO COMERCIO DE PRODUTOS P LABORATORIO LTDA	08.477.087/0001-02	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52117/21	27/04/2021	000.016.942	31/03/2021	186,60
1	143	CHEMPEX PRODUTOS E EQUIPAMENTOS PARA LABORATÓRIOS LTDA	26.761.456/0001-68	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52117/21	27/04/2021	000.006.093	01/04/2021	1.170,00
1	144	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	27/04/2021	19	27/04/2021	2,46
1	145	CHEMPEX PRODUTOS E EQUIPAMENTOS PARA LABORATÓRIOS LTDA	26.761.456/0001-68	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52217/21	29/04/2021	000.006.095	01/04/2021	3.220,00
1	146	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	29/04/2021	20	29/04/2021	2,46
1	147	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 52338/21	30/04/2021	760888	30/04/2021	416,50
1	148	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR MANUT CONTA	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	04/05/2021	21	04/05/2021	54,95
1	149	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 52558/21	07/05/2021	762510	07/05/2021	5,00
1	150	CIENTEC EQUIPAMENTOS CIENTIFICOS LTDA - EPP	07.368.433/0001-43	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52597/21	11/05/2021	000.005.474	13/04/2021	128,00
1	151	HR ANALITICA PRODUTOS DE EQUIPAMENTOS PARA LABORATORIO LTDA	13.990.018/0001-20	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52691/21	13/05/2021	000.003.078	15/04/2021	953,00
1	152	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	13/05/2021	22	13/05/2021	2,46
1	153	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. ESTORNO DE TAR MANUT CONTA	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	13/05/2021	21	13/05/2021	(54,95)
1	154	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 52791/21	14/05/2021	763929	14/05/2021	98,49
1	155	DQUI-QUIMICA	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-DEPARTAMENTO	GEFIN 52811/21	17/05/2021	AD	17/05/2021	7.361,79
1	156	ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-UNIDADE	GEFIN 52811/21	17/05/2021	AD	17/05/2021	1.840,45
1	157	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS	17.217.985/0001-04	RESOLUCAO 10/95-UFMG	GEFIN 52811/21	17/05/2021	AD	17/05/2021	1.840,45
1	158	UNITED CHEMICALS INSTRUMENTOS CIENTIFICOS LTDA - ME	21.070.300/0001-17	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52863/21	20/05/2021	1293	26/04/2021	5.227,00
1	159	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	20/05/2021	24	20/05/2021	2,46
1	160	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. ESTORNO DE TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	20/05/2021	24	20/05/2021	(2,46)
1	161	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	20/05/2021	23	20/05/2021	2,46
1	162	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 52815/21	21/05/2021	765105	21/05/2021	1.474,52
1	163	BIO RESEARCH DO BRASIL INSTRUMENT.CIENT.LTDA	00.868.405/0001-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52968/21	25/05/2021	18989	27/04/2021	290,00
1	164	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 53104/21	28/05/2021	766141	28/05/2021	26,14
1	165	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 53264/21	04/06/2021	767314	04/06/2021	118,00
1	166	HR ANALITICA PRODUTOS DE EQUIPAMENTOS PARA LABORATORIO LTDA	13.990.018/0001-20	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53238/21	04/06/2021	000.003.115	06/05/2021	1.298,00
1	167	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	04/06/2021	25	04/06/2021	2,46
1	168	CARVALHAES PRODUTOS PARA LABORATORIOS LTDA	01.530.501/0001-42	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53289/21	10/06/2021	000.130.094	13/05/2021	2.787,25
1	169	CARVALHAES PRODUTOS PARA LABORATORIOS LTDA	01.530.501/0001-42	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53289/21	10/06/2021	000.130.094	13/05/2021	(2.787,25)
1	170	CARVALHAES PRODUTOS PARA LABORATORIOS LTDA	01.530.501/0001-42	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53289/21	10/06/2021	000.130.094	13/05/2021	2.787,25
1	171	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 53428/21	11/06/2021	768826	11/06/2021	187,30
1	172	ALURETEC COMERCIO LTDA	11.916.165/0001-24	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53699/21	25/06/2021	3571	28/05/2021	1.261,43
1	173	ANALITICA LTDA	25.932.088/0001-00	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53699/21	25/06/2021	000.046.561	28/05/2021	760,00
1	174	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 53753/21	25/06/2021	770854	25/06/2021	183,77
1	175	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	25/06/2021	26	25/06/2021	2,46

5/8

D4Sign b44b47f9-0ac6-40e3-b041-2d0e48bceb8c - Para confirmar as assinaturas acesse https://secure.d4sign.com.br/verificar
Documento assinado eletronicamente, conforme MP 2.200-2/01, Art. 10º, §2.

FUNDEP UFMG

RELAÇÃO DE PAGAMENTOS

RECURSOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DCP-CIENCIA POLITICA (FAFICH-FAC. FILOSOFIA C. HUMANAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP				PRESTAÇÃO DE CONTAS			
1- CONC.	OBJETO: "ANÁLISE DO IMPACTO NOS SERVIÇOS DE PROTEÇÃO SOCIAL."					PARCIAL	X	FINAL
2 - EXEC.	CONTRATO: 144/2020 - PROCESSO: UFMG23072.223403/2020-39	REF.FINANCIADOR 5084381-43.2020.8.13.0024			PERÍODO: 26/10/2020 À 26/10/2021			
3 - OUTROS	REFERÊNCIA FUNDEP: 27910							
REC.	ITEM	CREDOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
1	176	BNT BUSINESS DISTRIBUIDORA HOSPITALAR LTDA	27.330.676/0001-08	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53757/21	29/06/2021	000.003.158	01/06/2021	795,95
1	177	BNT BUSINESS DISTRIBUIDORA HOSPITALAR LTDA	27.330.676/0001-08	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53757/21	29/06/2021	000.003.166	02/06/2021	708,00
1	178	SAINT VALLEN BIOTECNOLOGIA LTDA	13.213.516/0001-66	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53757/21	29/06/2021	000.004.620	01/06/2021	599,20
1	179	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 53895/21	30/06/2021	771640	30/06/2021	191,42
1	180	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 53950/21	02/07/2021	772768	02/07/2021	1.979,95
1	181	EPPENDORF DO BRASIL LTDA	03.010.937/0001-36	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53921/21	05/07/2021	44897	01/06/2021	6.240,78
1	182	EPPENDORF DO BRASIL LTDA	03.010.937/0001-36	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53921/21	05/07/2021	4690	01/06/2021	520,00
1	183	QUIMLAB PRODUTOS CIENTÍFICOS LTDA	12.850.204/0001-09	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53956/21	06/07/2021	000.010.198	20/05/2021	437,32
1	184	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 54135/21	09/07/2021	774432	09/07/2021	952,91
1	185	CMS CIENTIFICA DO BRASIL EIRELI	31.923.850/0001-95	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53955/21	09/07/2021	000.001.481	11/06/2021	1.711,00
1	186	CMS CIENTIFICA DO BRASIL EIRELI	31.923.850/0001-95	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53955/21	09/07/2021	000.001.479	11/06/2021	620,00
1	187	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	09/07/2021	27	09/07/2021	2,46
1	188	LSC COMERCIAL LTDA - EPP	22.569.484/0001-27	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 54182/21	12/07/2021	4383	14/06/2021	1.504,92
1	189	LOJA DO LABORATORIO PRODUTOS DE PERFUMARIA, COSMETICOS E HIG. PESSOAL EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 54244/21	15/07/2021	2171	17/06/2021	268,50
1	190	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 54319/21	16/07/2021	776237	16/07/2021	177,59
1	191	BR DIAGNOSTICO COM PROD PARA LABORATORIOS LTDA	07.843.580/0001-28	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 54345/21	19/07/2021	000.009.153	21/06/2021	44,00
1	192	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	19/07/2021	28	19/07/2021	2,46
1	193	DQUI-QUIMICA	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-DEPARTAMENTO	GEFIN 54524/21	26/07/2021	AD	26/07/2021	7.724,46
1	194	ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-UNIDADE	GEFIN 54524/21	26/07/2021	AD	26/07/2021	1.931,12
1	195	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS	17.217.985/0001-04	RESOLUCAO 10/95-UFMG	GEFIN 54524/21	26/07/2021	AD	26/07/2021	1.931,12
1	196	CIENTEC EQUIPAMENTOS CIENTIFICOS LTDA - EPP	07.368.433/0001-43	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 54371/21	26/07/2021	000.005.876	29/06/2021	644,00
1	197	HR ANALITICA PRODUTOS DE EQUIPAMENTOS PARA LABORATORIO LTDA	13.990.018/0001-20	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 54564/21	29/07/2021	000.003.189	01/07/2021	598,00
1	198	HR ANALITICA PRODUTOS DE EQUIPAMENTOS PARA LABORATORIO LTDA	13.990.018/0001-20	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 54564/21	29/07/2021	000.003.186	01/07/2021	269,00
1	199	HR ANALITICA PRODUTOS DE EQUIPAMENTOS PARA LABORATORIO LTDA	13.990.018/0001-20	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 54564/21	29/07/2021	000.003.185	01/07/2021	269,00
1	200	TEC IMPORT - EXPORTAÇÃO, IMPORTAÇÃO E COM. LTDA.	62.060.678/0001-17	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 54564/21	29/07/2021	847	01/07/2021	458,00
1	201	BANCO DO BRASIL S/A	00.000.000/0001-91	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	29/07/2021	30	29/07/2021	2,46
1	202	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	29/07/2021	29	29/07/2021	2,46
1	203	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 54669/21	30/07/2021	778549	30/07/2021	1.387,61
1	204	CMS CIENTIFICA DO BRASIL EIRELI	31.923.850/0001-95	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 54830/21	09/08/2021	000.001.673	12/07/2021	1.009,00
1	205	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	09/08/2021	31	09/08/2021	2,46
1	206	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 55016/21	13/08/2021	781634	13/08/2021	150,64
1	207	CMS CIENTIFICA DO BRASIL EIRELI	31.923.850/0001-95	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 54903/21	13/08/2021	1723	16/07/2021	495,00
1	208	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	13/08/2021	32	13/08/2021	2,46
1	209	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 55178/21	20/08/2021	782844	20/08/2021	0,25

6/8

D4Sign b44b47f9-0ac6-40e3-b041-2d0e48bceb8c - Para confirmar as assinaturas acesse https://secure.d4sign.com.br/verificar
Documento assinado eletronicamente, conforme MP 2.200-2/01, Art. 10º, §2.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

FUNDEP UFMG

RELAÇÃO DE PAGAMENTOS

RECURSOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DCP-CIENCIA POLITICA (FAFICH-FAC. FILOSOFIA C. HUMANAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP				PRESTAÇÃO DE CONTAS			
1- CONC.	OBJETO: "ANÁLISE DO IMPACTO NOS SERVIÇOS DE PROTEÇÃO SOCIAL."					PARCIAL	X	FINAL
2 - EXEC.	CONTRATO: 144/2020 - PROCESSO: UFMG23072.223403/2020-39	REF.FINANCIADOR 5084381-43.2020.8.13.0024			PERÍODO: 26/10/2020 À 26/10/2021			
3 - OUTROS	REFERÊNCIA FUNDEP: 27910							
REC.	ITEM	CREDOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
1	210	CARVALHAES PRODUTOS PARA LABORATÓRIO LTDA	01.530.501/0002-23	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 55259/21	26/08/2021	000.045.288	29/07/2021	13.278,42
1	211	CARVALHAES PRODUTOS PARA LABORATÓRIO LTDA	01.530.501/0002-23	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 55259/21	26/08/2021	000.045.287	29/07/2021	10.452,58
1	212	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 55369/21	27/08/2021	783984	27/08/2021	2.373,10
1	213	ANALITICA LTDA	25.932.088/0001-00	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 55760/21	15/09/2021	000.047.317	13/08/2021	690,00
1	214	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 55872/21	17/09/2021	788133	17/09/2021	176,73
1	215	EPPENDORF DO BRASIL LTDA	03.010.937/0001-36	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 55637/21	17/09/2021	46661	20/08/2021	669,30
1	216	LOJA DO LABORATORIO EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 55637/21	17/09/2021	2556	20/08/2021	58,00
1	217	CMS CIENTIFICA DO BRASIL EIRELI	31.923.850/0001-95	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 55637/21	17/09/2021	000.001.993	20/08/2021	350,00
1	218	CMS CIENTIFICA DO BRASIL EIRELI	31.923.850/0001-95	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 55637/21	17/09/2021	000.001.993	20/08/2021	(350,00)
1	219	CMS CIENTIFICA DO BRASIL EIRELI	31.923.850/0001-95	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 55901/21	20/09/2021	000.001.993	20/08/2021	350,00
1	220	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	20/09/2021	33	20/09/2021	2,46
1	221	HR ANALITICA PRODUTOS DE EQUIPAMENTOS PARA LABORATORIO LTDA	13.990.018/0001-20	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 55991/21	24/09/2021	000.003.227	27/08/2021	598,00
1	222	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	24/09/2021	34	24/09/2021	2,46
1	223	QUANTITY SERVIÇOS E COMERCIO DE PRODUTOS PARA SAUDE LTDA (DENTAL SPEED GRAPH)	13.612.214/0001-60	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56173/21	29/09/2021	BO372648	28/09/2021	153,90
1	224	DQUI-QUIMICA	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-DEPARTAMENTO	GEFIN 56455/21	08/10/2021	AD	08/10/2021	3.759,85
1	225	ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-UNIDADE	GEFIN 56455/21	08/10/2021	AD	08/10/2021	939,96
1	226	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS	17.217.985/0001-04	RESOLUCAO 10/95-UFMG	GEFIN 56455/21	08/10/2021	AD	08/10/2021	939,96
1	227	AMR SOLUÇÕES LABORATORIAIS LTDA	30.479.645/0001-10	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56464/21	13/10/2021	001293	15/09/2021	1.650,00
1	228	ICELTEC LTDA	71.403.927/0001-10	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56464/21	13/10/2021	000.012.019	15/09/2021	222,75
1	229	BNT BUSINESS DISTRIBUIDORA HOSPITALAR LTDA	27.330.676/0001-08	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56540/21	13/10/2021	000.003.884	15/09/2021	700,00
1	230	BNT BUSINESS DISTRIBUIDORA HOSPITALAR LTDA	27.330.676/0001-08	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56540/21	13/10/2021	000.003.883	15/09/2021	512,00
1	231	SERVICO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL - DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS	03.773.700/0083-53	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 56468/21	14/10/2021	2021/1747	30/09/2021	46.000,00
1	232	SERVICO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL - DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS	03.773.700/0083-53	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 56468/21	14/10/2021	2021/1747	30/09/2021	(46.000,00)
1	233	SERVICO NACIONAL DE APRENDIZAGEM INDUSTRIAL - DEPARTAMENTO REGIONAL DE MINAS GERAIS	03.773.700/0083-53	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 56590/21	18/10/2021	2021/1747	30/09/2021	46.000,00
1	234	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	14/10/2021	35	14/10/2021	2,46
1	235	CLAM ENGENHARIA LTDA	01.955.846/0001-48	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 56630/21	19/10/2021	202100000000100	21/09/2021	30.045,01

D4Sign b44b47f9-0ac6-40e3-b041-2d0e48bceb8c - Para confirmar as assinaturas acesse https://secure.d4sign.com.br/verificar
Documento assinado eletronicamente, conforme MP 2.200-2/01, Art. 10º, §2.

FUNDEP UFMG

RELAÇÃO DE PAGAMENTOS

RECURSOS	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DCP-CIENCIA POLITICA (FAFICH-FAC. FILOSOFIA C. HUMANAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP				PRESTAÇÃO DE CONTAS			
1- CONC.	OBJETO: "ANÁLISE DO IMPACTO NOS SERVIÇOS DE PROTEÇÃO SOCIAL."					PARCIAL	X	FINAL
2 - EXEC.	CONTRATO: 144/2020 - PROCESSO: UFMG23072.223403/2020-39	REF.FINANCIADOR 5084381-43.2020.8.13.0024			PERÍODO: 26/10/2020 À 26/10/2021			
3 - OUTROS	REFERÊNCIA FUNDEP: 27910							
REC.	ITEM	CREDOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
1	236	BIOGEN COM. DE ARTIGOS MÉDICOS E ORTOPÉDICOS LTDA	14.602.555/0001-18	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56630/21	19/10/2021	678	21/09/2021	821,10
1	237	BIOGEN COM. DE ARTIGOS MÉDICOS E ORTOPÉDICOS LTDA	14.602.555/0001-18	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56630/21	19/10/2021	679	21/09/2021	495,40
1	238	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	19/10/2021	36	19/10/2021	2,46
1	239	MINISTERIO DA FAZENDA (IRRF-1708) - Ref. Retencao S/NF	00.394.460/0058-87	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 56687/21	20/10/2021	202100000000100	21/09/2021	493,35
1	240	MUNICIPIO DE BELO HORIZONTE - Ref. Retencao S/NF	18.715.383/0001-40	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 56764/21	22/10/2021	202100000000100	21/09/2021	822,25
1	241	BIOGEN COM. DE ARTIGOS MÉDICOS E ORTOPÉDICOS LTDA	14.602.555/0001-18	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56695/21	22/10/2021	677	21/09/2021	821,10
1	242	LOJA DO LABORATORIO EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56695/21	22/10/2021	2821	23/09/2021	190,00
1	243	MAXCROM INSTRUMENTOS CIENTIFICOS EIRELI	06.190.063/0002-15	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56695/21	22/10/2021	000.008.237	01/10/2021	11.410,00
1	244	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	22/10/2021	37	22/10/2021	2,46
1	245	PRO-ANALISE QUIMICA E DIAGNOSTICA LTDA	00.398.022/0002-32	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56792/21	25/10/2021	118781	11/10/2021	6.150,00
1	246	CHEMPEX PRODUTOS E EQUIPAMENTOS PARA LABORATÓRIOS LTDA	26.761.456/0001-68	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56851/21	26/10/2021	000.007.282	22/10/2021	1.100,00
1	247	CHEMPEX PRODUTOS E EQUIPAMENTOS PARA LABORATÓRIOS LTDA	26.761.456/0001-68	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56851/21	26/10/2021	000.007.283	22/10/2021	460,00
1	248	D BIOTEC DISTRIBUIDORA E COMERCIO DE PRODUTOS HOSPITALARES	36.063.465/0001-39	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56851/21	26/10/2021	000.002.748	25/10/2021	610,00
1	249	LOJA DO LABORATORIO EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56851/21	26/10/2021	000.002.972	22/10/2021	504,00
1	250	LOJA DO LABORATORIO EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56851/21	26/10/2021	2968	15/10/2021	24,00
1	251	DQUI-QUIMICA	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-DEPARTAMENTO	GEFIN 56857/21	26/10/2021	AD	26/10/2021	7.898,89
1	252	ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-UNIDADE	GEFIN 56857/21	26/10/2021	AD	26/10/2021	1.974,73
1	253	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS	17.217.985/0001-04	RESOLUCAO 10/95-UFMG	GEFIN 56857/21	26/10/2021	AD	26/10/2021	1.974,73
1	254	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 56849/21	26/10/2021	795026	26/10/2021	17.601,31
1	255	HR ANALITICA PRODUTOS DE EQUIPAMENTOS PARA LABORATORIO LTDA	13.990.018/0001-20	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51422/21	26/10/2021	000.003.053	03/03/2021	4.627,00
1	256	HR ANALITICA PRODUTOS DE EQUIPAMENTOS PARA LABORATORIO LTDA	13.990.018/0001-20	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51422/21	26/10/2021	000003054	03/03/2021	4.537,00
1	257	HR ANALITICA PRODUTOS DE EQUIPAMENTOS PARA LABORATORIO LTDA	13.990.018/0001-20	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51539/21	26/10/2021	000.003.050	03/03/2021	9.623,00
1	258	TEC IMPORT - EXPORTAÇÃO, IMPORTAÇÃO E COM. LTDA.	62.060.678/0001-17	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52091/21	26/10/2021	0000000822	09/04/2021	3.900,00
1	259	BIOSTAN PRODUTOS ANALÍTICOS E LABORTORIAIS - EIRELI - EPP	28.661.109/0001-99	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52367/21	26/10/2021	000.000.326	29/04/2021	26.433,00
1	260	PRO-ANALISE QUIMICA E DIAGNOSTICA LTDA	00.398.022/0002-32	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 53289/21	26/10/2021	000.110.446	13/05/2021	600,00
1	261	TEC IMPORT - EXPORTAÇÃO, IMPORTAÇÃO E COM. LTDA.	62.060.678/0001-17	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 54345/21	26/10/2021	843	22/06/2021	7.584,00
1	262	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	26/10/2021	38	26/10/2021	4,92
1	263	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. ESTORNO DE TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	26/10/2021	39	26/10/2021	(4,92)
1	264	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	26/10/2021	39	26/10/2021	4,92
1	265	MINISTERIO DA FAZENDA (PIS,COFINS,CSLL) - Ref. Retencao S/NF	00.394.460/0058-87	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 57385/21	19/11/2021	202100000000100	19/11/2021	1.529,39
1	266	BIOGEN COM. DE ARTIGOS MÉDICOS E ORTOPÉDICOS LTDA	14.602.555/0001-18	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 56630/21	18/01/2022	678	21/09/2021	(821,10)
							Total Geral de Pagamentos		493.881,24

Thiago Mariano Ribeiro Dos S. de Abreu
Analista de Projetos

Wenderson Veloso da Silva Santos
Analista de Prestação de Contas

D4Sign b44b47f9-0ac6-40e3-b041-2d0e48bceb8c - Para confirmar as assinaturas acesse https://secure.d4sign.com.br/verificar
Documento assinado eletronicamente, conforme MP 2.200-2/01, Art. 10º, §2.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

FUNDEP UFMG	Anexo IV	RELAÇÃO DE BENS - NACIONAIS E IMPORTADOS
UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DCP-CIENCIA POLITICA (FAFICH-FAC. FILOSOFIA C. HUMANAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP		CONTRATO: 144/2020 - PROCESSO: UFMG23072.223403/2020-39 REF.FINANCIADOR 5084381-43.2020.8.13.0024 REFERÊNCIA FUNDEP: 27910

DOC. Nº	DATA	ESPECIFICAÇÃO	QTDE.	VALOR UNITÁRIO	TOTAL
					-
					-
					-
					-
					-
					-
					-
					-
					-
					-
					-
					-
					-
				Total	R$ -

Não se aplica

Thiago Mariano Ribeiro Dos S. de Abreu
Analista de Projetos

Wenderson Veloso da Silva Santos
Analista de Prestação de Contas

D4Sign b44b47f9-0ac6-40e3-b041-2d0e48bceb8c - Para confirmar as assinaturas acesse https://secure.d4sign.com.br/verificar
Documento assinado eletronicamente, conforme MP 2.200-2/01, Art. 10º, §2.

Número do documento: 22072121082593800009553475696
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082593800009553475696
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:26

FUNDEP UFMG

CONCILIAÇÃO BANCÁRIA

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DCP-CIENCIA POLITICA (FAFICH-FAC. FILOSOFIA C. HUMANAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP	CONTRATO: 144/2020 - PROCESSO: UFMG23072.223403/2020-39 REF.FINANCIADOR 5084381-43.2020.8.13.0024 REFERÊNCIA FUNDEP: 27910

FONTE DO RECURSO	AGENTE FINANCEIRO	CONTA BANCÁRIA	AGÊNCIA Nº	PERÍODO
TRIBUNAL DE JUSTIÇA DO ESTADO DE MINAS GERAIS	**Banco do Brasil S/A**	**960.511-8**	**1.615-2**	**PERÍODO: 26/10/2020 À 26/10/2021**

ITEM	HISTÓRICO	VALOR
	Saldo bancário em 25/02/2022, conforme extratos bancários em anexo	-
1	Conta Corrente 0,00	-
	Aplicação Investimentos 0,00	-
2	MENOS: valor das ordens bancárias, de saques, de pagamentos e/ou cheques emitidos no período e não DEBITADOS, conforme discriminação nominal no quadro abaixo:.....	-
3	OUTROS: lançamentos contabilizados e não constantes do Extrato Bancário:	
	# DÉBITO (-)	-
	# CRÉDITO (+)	-
4	Lançamentos constantes do Extrato Bancário e não contabilizados	-
5	Saldo do Demonstrativo de execução financeira	-
	Saldo Disponível	0,00

DOCUMENTOS EMITIDOS E NÃO COMPESADOS

DOC.	NÚMERO	DATA	FAVORECIDO	VALOR
TOTAL				0,00

Thiago Mariano Ribeiro Dos S. de Abreu
Analista de Projetos

Wenderson Veloso da Silva Santos
Analista de Prestação de Contas

D4Sign b44b47f9-0ac6-40e3-b041-2d0e48bceb8c - Para confirmar as assinaturas acesse https://secure.d4sign.com.br/verificar
Documento assinado eletronicamente, conforme MP 2.200-2/01, Art. 10º, §2.

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

D4Sign

13 páginas - Datas e horários baseados em Brasília, Brasil
Sincronizado com o NTP.br e Observatório Nacional (ON)
Certificado de assinaturas gerado em 25 de fevereiro de 2022, 14:12:27

ntp.br

27910 - FORMULARIO-PRESTACAO-CONTAS pdf
Código do documento b44b47f9-0ac6-40e3-b041-2d0e48bceb8c

Assinaturas

Thiago Mariano Ribeiro dos Santos de Abreu
thiagoabreu@fundep.com.br
Assinou

Wenderson Veloso da Silva Santos
wendersonsantos@fundep.com.br
Assinou

Eventos do documento

25 Feb 2022, 13:43:50
Documento b44b47f9-0ac6-40e3-b041-2d0e48bceb8c **criado** por WENDERSON VELOSO DA SILVA SANTOS (76cc77c9-9503-4ccd-bb56-522669fa60d6). Email:wendersonsantos@fundep.com.br. - DATE_ATOM: 2022-02-25T13:43:50-03:00

25 Feb 2022, 13:45:31
Assinaturas **iniciadas** por WENDERSON VELOSO DA SILVA SANTOS (76cc77c9-9503-4ccd-bb56-522669fa60d6). Email: wendersonsantos@fundep.com.br. - DATE_ATOM: 2022-02-25T13:45:31-03:00

25 Feb 2022, 13:52:22
WENDERSON VELOSO DA SILVA SANTOS (76cc77c9-9503-4ccd-bb56-522669fa60d6). Email: wendersonsantos@fundep.com.br. **ADICIONOU** o signatário **wendersonsantos@fundep.ufmg.br** - DATE_ATOM: 2022-02-25T13:52:22-03:00

25 Feb 2022, 13:52:59
WENDERSON VELOSO DA SILVA SANTOS (76cc77c9-9503-4ccd-bb56-522669fa60d6). Email: wendersonsantos@fundep.com.br. **REMOVEU** o signatário **wendersonsantos@fundep.ufmg.br** - DATE_ATOM: 2022-02-25T13:52:59-03:00

25 Feb 2022, 13:54:56
WENDERSON VELOSO DA SILVA SANTOS (76cc77c9-9503-4ccd-bb56-522669fa60d6). Email: wendersonsantos@fundep.com.br. **REMOVEU** o signatário **wendersonsantos@fundep.com.br** - DATE_ATOM: 2022-02-25T13:54:56-03:00

25 Feb 2022, 13:55:14
WENDERSON VELOSO DA SILVA SANTOS (76cc77c9-9503-4ccd-bb56-522669fa60d6). Email:

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

13 páginas - Datas e horários baseados em Brasília, Brasil
Sincronizado com o NTP.br e Observatório Nacional (ON)
Certificado de assinaturas gerado em 25 de fevereiro de 2022, 14:12:27

wendersonsantos@fundep.com.br. **ADICIONOU** o signatário **wendersonsantos@fundep.com.br** - DATE_ATOM: 2022-02-25T13:55:14-03:00

25 Feb 2022, 14:05:24
THIAGO MARIANO RIBEIRO DOS SANTOS DE ABREU **Assinou** (02813074-7cd2-475f-802c-92c0bf593a9c) - Email: thiagoabreu@fundep.com.br - IP: 150.164.30.176 (mail2.fundep.ufmg.br porta: 30110) - Geolocalização: -19.8638 -43.9519 - Documento de identificação informado: 065.429.476-39 - DATE_ATOM: 2022-02-25T14:05:24-03:00

25 Feb 2022, 14:11:50
WENDERSON VELOSO DA SILVA SANTOS **Assinou** (76cc77c9-9503-4ccd-bb56-522669fa60d6) - Email: wendersonsantos@fundep.com.br - IP: 150.164.30.176 (mail2.fundep.ufmg.br porta: 1634) - Geolocalização: -19.862675 -43.967193 - Documento de identificação informado: 022.427.996-30 - DATE_ATOM: 2022-02-25T14:11:50-03:00

Hash do documento original
(SHA256):7ca68496481c4990a84e17369e2b8861a7cf2759df1cc6f258cab309e2151e6e
(SHA512):f96a646eb856048f33c9d2f88b72bb99d534085afb0b2eadd61f9efee226a697026055fa11173ab1011fce9bb15f624d6c5ed8b5dfb7cbdc4642ee58a5c4ac2c

Esse log pertence **única** e **exclusivamente** aos documentos de HASH acima

Esse documento está assinado e certificado pela D4Sign

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

Projeto
Brumadinho
UFMG

Projeto técnico científico
de extensão da UFMG.

EXTRATOS BANCÁRIOS
CONTA CORRENTE

Av. Presidente Antônio Carlos, 6627 – Un. Adm. II – Campus UFMG
Belo Horizonte, MG – Brasil Caixa postal 856 – 30161-970
Telefone: (31) 3409-4200 | www.fundep.ufmg.br

FUNDEP UFMG

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3312315522940981
23/02/2022 15:58:12

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	10 / 2020

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
15/06/2020		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
31/10/2020		0000	00000	000 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:08:07

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	11 / 2020

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
15/06/2020		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
11/11/2020	11/11/2020	0000	14173	900 Resgate Depósito Judicial	49.823.417	490.594,25 C	
11/11/2020	11/11/2020	0000	00000	345 BB RF CP Aut Mais	42	490.594,25 D	0,00 C
30/11/2020	30/11/2020	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	20.738	19.698,21 D	
30/11/2020	30/11/2020	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	20.770	2.210,16 D	
30/11/2020	30/11/2020	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	20.818	2.204,70 D	
30/11/2020	30/11/2020	0000	13134	393 Pagamentos Diversos	20.829	2.343,36 D	
30/11/2020	30/11/2020	0000	13113	310 Tarifa Pagamentos	803.351.100.753.978	2,46 D	
30/11/2020	30/11/2020	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	26.458,89 C	
30/11/2020		0000	00000	855 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:08:16

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	12 / 2020

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
30/11/2020		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
01/12/2020	01/12/2020	8619	99012	870 Transferência recebida	528.619.000.921.122	729,35 C	
01/12/2020	01/12/2020	0000	00000	345 BB RF CP Aut Mais	42	729,35 D	0,00 C
04/12/2020	04/12/2020	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	19.068	224,47 D	
04/12/2020	04/12/2020	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	19.210	2.466,69 D	
04/12/2020	04/12/2020	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.691,16 C	0,00 C
14/12/2020	14/12/2020	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	7.601	1.458,70 D	
14/12/2020	14/12/2020	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.458,70 C	0,00 C
18/12/2020	18/12/2020	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	24.921	132,61 D	
18/12/2020	18/12/2020	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	132,61 C	0,00 C
30/12/2020	30/12/2020	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	13.531	2.210,16 D	
30/12/2020	30/12/2020	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	13.549	15.022,16 D	
30/12/2020	30/12/2020	0000	13134	393 Pagamentos Diversos	13.624	6.290,07 D	
30/12/2020	30/12/2020	0000	13113	310 Tarifa Pagamentos	803.651.100.292.109	4,92 D	
30/12/2020	30/12/2020	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	23.527,31 C	0,00 C
31/12/2020		0000	00000	855 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:08:32

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	01 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
30/12/2020		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
04/01/2021	04/01/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	8.003	2.138,39 D	
04/01/2021	04/01/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.138,39 C	0,00 C
05/01/2021	05/01/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	7.994	2.466,69 D	
05/01/2021	05/01/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.466,69 C	0,00 C
08/01/2021	08/01/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	10.662	224,70 D	
08/01/2021	08/01/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	224,70 C	0,00 C
14/01/2021	14/01/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	5.635	729,35 D	
14/01/2021	14/01/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	729,35 C	0,00 C
15/01/2021	15/01/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	7.518	66,30 D	
15/01/2021	15/01/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	66,30 C	0,00 C
29/01/2021	29/01/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	12.198	15.022,16 D	
29/01/2021	29/01/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	12.228	2.210,16 D	
29/01/2021	29/01/2021	0000	13134	393 Pagamentos Diversos	12.285	6.290,07 D	
29/01/2021	29/01/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	12.377	2.138,40 D	
29/01/2021	29/01/2021	0000	13113	310 Tarifa Pagamentos	800.291.100.418.197	4,92 D	
29/01/2021	29/01/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	25.665,71 C	0,00 C
31/01/2021		0000	00000	855 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:08:38

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	02 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
29/01/2021		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
01/02/2021	01/02/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	8.026	58,00 D	
01/02/2021	01/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	58,00 C	0,00 C
02/02/2021	02/02/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.240	337,00 D	
02/02/2021	02/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	337,00 C	0,00 C
05/02/2021	05/02/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	21.425	260,60 D	
05/02/2021	05/02/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	21.819	2.466,69 D	
05/02/2021	05/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.727,29 C	0,00 C
08/02/2021	08/02/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	7.378	198,60 D	
08/02/2021	08/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	198,60 C	0,00 C
09/02/2021	09/02/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	6.248	579,00 D	
09/02/2021	09/02/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	800.401.100.220.061	2,46 D	
09/02/2021	09/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	581,46 C	0,00 C
10/02/2021	10/02/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	7.832	98,00 D	
10/02/2021	10/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	98,00 C	0,00 C
11/02/2021	11/02/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	6.787	510,00 D	
11/02/2021	11/02/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	800.421.100.162.199	2,46 D	
11/02/2021	11/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	512,46 C	0,00 C
12/02/2021	12/02/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	9.817	729,35 D	
12/02/2021	12/02/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	10.530	192,71 D	
12/02/2021	12/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	922,06 C	0,00 C
18/02/2021	18/02/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	7.230	1.961,40 D	
18/02/2021	18/02/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	7.247	95,00 D	
18/02/2021	18/02/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	7.571	100,74 D	
18/02/2021	18/02/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	800.491.100.429.470	2,46 D	
18/02/2021	18/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.159,60 C	0,00 C
19/02/2021	19/02/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	11.201	196,33 D	
19/02/2021	19/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	196,33 C	0,00 C
22/02/2021	22/02/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	6.996	98,00 D	
22/02/2021	22/02/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	890.531.100.125.213	2,46 D	
22/02/2021	22/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	100,46 C	0,00 C
24/02/2021	24/02/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.913	51,00 D	
24/02/2021	24/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	51,00 C	0,00 C
25/02/2021	25/02/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	10.661	2.432,18 D	
25/02/2021	25/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.432,18 C	0,00 C
26/02/2021	26/02/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	13.059	15.022,16 D	
26/02/2021	26/02/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	13.088	2.210,16 D	
26/02/2021	26/02/2021	0000	13134	393 Pagamentos Diversos	13.144	6.290,07 D	
26/02/2021	26/02/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	13.211	2.373,27 D	
26/02/2021	26/02/2021	0000	13113	310 Tarifa Pagamentos	800.571.100.406.568	4,92 D	
26/02/2021	26/02/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	25.900,58 C	0,00 C
28/02/2021		0000	00000	855 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.
Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722
Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:08:45

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	03 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
26/02/2021		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
01/03/2021	01/03/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	8.749	1.050,50 D	
01/03/2021	01/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.050,50 C	0,00 C
03/03/2021	03/03/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	8.097	9.411,62 D	
03/03/2021	03/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	9.411,62 C	0,00 C
05/03/2021	05/03/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	22.620	951,55 D	
05/03/2021	05/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	951,55 C	0,00 C
08/03/2021	08/03/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	7.238	87,70 D	
08/03/2021	08/03/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	890.671.100.173.709	2,46 D	
08/03/2021	08/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	90,16 C	0,00 C
09/03/2021	09/03/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.098	600,00 D	
09/03/2021	09/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	600,00 C	0,00 C
11/03/2021	11/03/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	6.179	778,00 D	
11/03/2021	11/03/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	800.701.100.174.905	4,92 D	
11/03/2021	11/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	782,92 C	0,00 C
12/03/2021	12/03/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	7.610	374,53 D	
12/03/2021	12/03/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	7.698	2.466,69 D	
12/03/2021	12/03/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	7.836	180,00 D	
12/03/2021	12/03/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	830.711.200.459.687	2,46 D	
12/03/2021	12/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	3.023,68 C	0,00 C
19/03/2021	19/03/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	10.124	729,35 D	
19/03/2021	19/03/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	10.341	66,52 D	
19/03/2021	19/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	795,87 C	0,00 C
22/03/2021	22/03/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	7.008	2.691,00 D	
22/03/2021	22/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.691,00 C	0,00 C
23/03/2021	23/03/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	4.611	57,00 D	
23/03/2021	23/03/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	800.821.100.411.802	2,46 D	
23/03/2021	23/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	59,46 C	0,00 C
24/03/2021	24/03/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	5.259	3.990,25 D	
24/03/2021	24/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	3.990,25 C	0,00 C
26/03/2021	26/03/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.359	580,00 D	
26/03/2021	26/03/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	6.467	665,52 D	
26/03/2021	26/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.245,52 C	0,00 C
30/03/2021	30/03/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	11.755	15.022,16 D	
30/03/2021	30/03/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	11.777	2.210,16 D	
30/03/2021	30/03/2021	0000	13134	393 Pagamentos Diversos	11.877	6.290,07 D	
30/03/2021	30/03/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	12.008	275,00 D	
30/03/2021	30/03/2021	0000	13113	310 Tarifa Pagamentos	800.891.100.208.562	4,92 D	
30/03/2021	30/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	23.802,31 C	0,00 C
31/03/2021	31/03/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	9.977	2.164,29 D	
31/03/2021	31/03/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.164,29 C	
31/03/2021		0000	00000	855 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.
Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722
Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:08:50

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	04 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
31/03/2021		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
06/04/2021	06/04/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	12.051	90,00 D	
06/04/2021	06/04/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	820.961.200.264.265	2,46 D	
06/04/2021	06/04/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	92,46 C	0,00 C
09/04/2021	09/04/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	9.259	7,96 D	
09/04/2021	09/04/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	7,96 C	0,00 C
13/04/2021	13/04/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	5.116	142,00 D	
13/04/2021	13/04/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	801.031.100.038.193	2,46 D	
13/04/2021	13/04/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	144,46 C	0,00 C
14/04/2021	14/04/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	6.089	2.466,69 D	
14/04/2021	14/04/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.466,69 C	0,00 C
16/04/2021	16/04/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	5.531	285,74 D	
16/04/2021	16/04/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	5.604	532,00 D	
16/04/2021	16/04/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	841.061.100.233.557	2,46 D	
16/04/2021	16/04/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	820,20 C	0,00 C
20/04/2021	20/04/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	11.849	18.218,22 D	
20/04/2021	20/04/2021	0000	13134	211 Pagamentos Diversos	11.861	2.210,16 D	
20/04/2021	20/04/2021	0000	13134	393 Pagamentos Diversos	11.894	6.290,06 D	
20/04/2021	20/04/2021	0000	13113	310 Tarifa Pagamentos	851.101.300.038.008	4,92 D	
20/04/2021	20/04/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	26.723,36 C	0,00 C
23/04/2021	23/04/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	4.954	2.429,62 D	
23/04/2021	23/04/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.429,62 C	0,00 C
27/04/2021	27/04/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	5.017	186,60 D	
27/04/2021	27/04/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	5.056	1.170,00 D	
27/04/2021	27/04/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	891.171.100.257.148	2,46 D	
27/04/2021	27/04/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.359,06 C	0,00 C
29/04/2021	29/04/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	10.490	3.220,00 D	
29/04/2021	29/04/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	891.191.100.230.045	2,46 D	
29/04/2021	29/04/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	3.222,46 C	0,00 C
30/04/2021	30/04/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	14.337	416,50 D	
30/04/2021	30/04/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	416,50 C	
30/04/2021		0000	00000	855 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:08:54

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	05 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
30/04/2021		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
04/05/2021	04/05/2021	0000	13113	231 Tar Manuten Conta Ativa	811.240.700.181.277	54,95 D	
04/05/2021	04/05/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	54,95 C	0,00 C
07/05/2021	07/05/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	17.998	5,00 D	
07/05/2021	07/05/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	5,00 C	0,00 C
11/05/2021	11/05/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.990	128,00 D	
11/05/2021	11/05/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	128,00 C	0,00 C
13/05/2021	13/05/2021	0000	14113	670 Tar Manuten Conta Ativa	101.330.800.046.742	54,95 C	
13/05/2021	13/05/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	6.747	953,00 D	
13/05/2021	13/05/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	881.331.100.176.006	2,46 D	
13/05/2021	13/05/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	900,51 C	0,00 C
14/05/2021	14/05/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	8.084	98,49 D	
14/05/2021	14/05/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	98,49 C	0,00 C
17/05/2021	17/05/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	6.592	11.042,69 D	
17/05/2021	17/05/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	11.042,69 C	0,00 C
20/05/2021	20/05/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	11.937	5.227,00 D	
20/05/2021	20/05/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	851.401.300.037.640	2,46 D	
20/05/2021	20/05/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	5.229,46 C	0,00 C
21/05/2021	21/05/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	6.070	1.474,52 D	
21/05/2021	21/05/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.474,52 C	0,00 C
25/05/2021	25/05/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	5.223	290,00 D	
25/05/2021	25/05/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	290,00 C	0,00 C
28/05/2021	28/05/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	12.851	26,14 D	
28/05/2021	28/05/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	26,14 C	0,00 C
31/05/2021		0000	00000	855 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:08:58

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	06 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
28/05/2021		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
04/06/2021	04/06/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	17.365	118,00 D	
04/06/2021	04/06/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	17.375	1.298,00 D	
04/06/2021	04/06/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	821.551.200.430.559	2,46 D	
04/06/2021	04/06/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.418,46 C	0,00 C
10/06/2021	10/06/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	9.133	2.787,25 D	
10/06/2021	10/06/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.787,25 C	0,00 C
11/06/2021	11/06/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	6.917	187,30 D	
11/06/2021	11/06/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	187,30 C	0,00 C
25/06/2021	25/06/2021	0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	6.944	1.261,43 D	
25/06/2021	25/06/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.975	760,00 D	
25/06/2021	25/06/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	7.069	183,77 D	
25/06/2021	25/06/2021	0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	821.761.200.593.668	2,46 D	
25/06/2021	25/06/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.207,66 C	0,00 C
29/06/2021	29/06/2021	0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	9.366	2.103,15 D	
29/06/2021	29/06/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.103,15 C	0,00 C
30/06/2021	30/06/2021	0000	13134	144 Pagamentos Diversos	14.050	191,42 D	
30/06/2021	30/06/2021	0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	191,42 C	
30/06/2021		0000	00000	855 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:09:04

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	07 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
30/06/2021		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
02/07/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	11.482	1.979,95 D	
02/07/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.979,95 C	0,00 C
05/07/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	15.910	6.760,78 D	
05/07/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	6.760,78 C	0,00 C
06/07/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	16.261	437,32 D	
06/07/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	437,32 C	0,00 C
09/07/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	8.668	952,91 D	
09/07/2021		0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	8.921	2.331,00 D	
09/07/2021		0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	861.901.100.012.281	2,46 D	
				Cobrança referente 09/07/2021			
09/07/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	3.286,37 C	0,00 C
12/07/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	7.382	1.504,92 D	
12/07/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.504,92 C	0,00 C
15/07/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	8.911	268,50 D	
15/07/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	268,50 C	0,00 C
16/07/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	7.059	177,59 D	
16/07/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	177,59 C	0,00 C
19/07/2021		0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	7.798	44,00 D	
19/07/2021		0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	862.001.200.310.718	2,46 D	
				Cobrança referente 19/07/2021			
19/07/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	46,46 C	0,00 C
26/07/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	5.827	11.586,70 D	
26/07/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	5.875	644,00 D	
26/07/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	12.230,70 C	0,00 C
29/07/2021		0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	11.696	1.594,00 D	
29/07/2021		0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	892.101.100.126.707	4,92 D	
				Cobrança referente 29/07/2021			
29/07/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.598,92 C	0,00 C
30/07/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	14.959	1.387,61 D	
30/07/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.387,61 C	0,00 C
31/07/2021		0000	00000	999 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:09:09

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	08 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
30/07/2021		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
09/08/2021		0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	7.573	1.009,00 D	
09/08/2021		0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	882.211.100.082.066	2,46 D	
				Cobrança referente 09/08/2021			
09/08/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.011,46 C	0,00 C
13/08/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	7.690	150,64 D	
13/08/2021		0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	7.945	495,00 D	
13/08/2021		0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	862.251.200.326.744	2,46 D	
				Cobrança referente 13/08/2021			
13/08/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	648,10 C	0,00 C
20/08/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	12.741	0,25 D	
20/08/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	0,25 C	0,00 C
26/08/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.710	23.731,00 D	
26/08/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	23.731,00 C	0,00 C
27/08/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	6.741	2.373,10 D	
27/08/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.373,10 C	0,00 C
31/08/2021		0000	00000	999 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:09:12

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	09 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
27/08/2021		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
15/09/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	7.379	690,00 D	
15/09/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Autom Simpl	42	690,00 C	0,00 C
17/09/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	8.593	176,73 D	
17/09/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	8.675	727,30 D	
17/09/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Autom Simpl	42	904,03 C	0,00 C
20/09/2021		0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	12.959	350,00 D	
20/09/2021		0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	822.631.200.744.249	2,46 D	
				Cobrança referente 20/09/2021			
20/09/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Autom Simpl	42	352,46 C	0,00 C
24/09/2021		0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	6.196	598,00 D	
24/09/2021		0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	862.671.100.526.727	2,46 D	
				Cobrança referente 24/09/2021			
24/09/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Autom Simpl	42	600,46 C	0,00 C
29/09/2021		0000	13134	461 Pagamento Eletrôn Boleto	9.997	153,90 D	
29/09/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Autom Simpl	42	153,90 C	0,00 C
30/09/2021		0000	00000	999 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:09:19

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	10 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
29/09/2021		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
08/10/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	10.777	5.639,77 D	
08/10/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Automatico	42	5.639,77 C	0,00 C
13/10/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.828	1.872,75 D	
13/10/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.923	1.212,00 D	
13/10/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Automatico	42	3.084,75 C	0,00 C
14/10/2021		0000	14134	983 TED Devolvida	1.565	46.000,00 C	
				104 02381 0000000001592 001291057			
14/10/2021		0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	7.691	46.000,00 D	
14/10/2021		0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	862.871.200.308.403	2,46 D	
				Cobrança referente 14/10/2021			
14/10/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Automatico	42	2,46 C	0,00 C
18/10/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.578	46.000,00 D	
18/10/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Automatico	42	46.000,00 C	0,00 C
19/10/2021		0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	6.513	30.045,01 D	
19/10/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.546	1.316,50 D	
19/10/2021		0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	882.921.100.158.490	2,46 D	
				Cobrança referente 19/10/2021			
19/10/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Automatico	42	31.363,97 C	0,00 C
20/10/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	12.078	493,35 D	
20/10/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Automatico	42	493,35 C	0,00 C
22/10/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	6.195	822,25 D	
22/10/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.376	1.011,10 D	
22/10/2021		0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	6.377	11.410,00 D	
22/10/2021		0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	852.951.100.064.332	2,46 D	
				Cobrança referente 22/10/2021			
22/10/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Automatico	42	13.245,81 C	0,00 C
25/10/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.486	6.150,00 D	
25/10/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Automatico	42	6.150,00 C	0,00 C
26/10/2021		0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	5.642	2.064,00 D	
26/10/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	5.646	634,00 D	
26/10/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	5.660	11.848,35 D	
26/10/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	5.679	17.601,31 D	
26/10/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	5.688	57.304,00 D	
26/10/2021		0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	882.991.100.299.666	4,92 D	
				Cobrança referente 26/10/2021			
26/10/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Automatico	42	89.456,58 C	0,00 C
31/10/2021		0000	00000	999 S A L D O			0,00 C

---------- OBSERVAÇÕES: ----------

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:13:27

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	11 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
26/10/2021		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
19/11/2021		0000	14134	612 Recebimentos Diversos	465.287	819,00 C	
				FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQ			
19/11/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	13.563	1.529,39 D	
19/11/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Automatico	42	710,39 C	0,00 C
30/11/2021		0000	00000	999 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3321409494151211
14/01/2022 10:13:43

Consultas - Extrato de conta corrente

Cliente - Conta atual

Agência	1615-2
Conta corrente	960511-8FUNDACAO 27910 MP
Período do extrato	12 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R$	Saldo
19/11/2021		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
14/12/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	9.171	2,06 D	
14/12/2021		0000	00000	855 BB RF Mais Automatico	42	2,06 C	
14/12/2021	15/12/2021	0000	14049	668 Resg.Aut.Aplic C.Prazo	1.300.042	0,01 C	
14/12/2021	15/12/2021	0000	00000	248 Estorno Resgate Automátic	42	2,07 D	
14/12/2021	15/12/2021	0000	00000	855 BB RF Mais Automatico	42	2,06 C	
14/12/2021	16/12/2021	0000	14049	668 Resg.Aut.Aplic C.Prazo	1.300.042	0,01 C	0,01 C
15/12/2021	16/12/2021	0000	00000	345 BB RF Mais Automatico	42	0,01 D	0,00 C
31/12/2021		0000	00000	999 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

Projeto
Brumadinho
UFMG

Projeto técnico científico
de extensão da UFMG.

EXTRATOS BANCÁRIOS APLICAÇÕES

Av. Presidente Antônio Carlos, 6627 – Un. Adm. II – Campus UFMG
Belo Horizonte, MG – Brasil Caixa postal 856 – 30161-970
Telefone: (31) 3409-4200 | www.fundep.ufmg.br

FUNDEP UFMG

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G3351410414915861
14/01/2022 11:02:16

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	OUTUBRO/2020

NÃO HOUVE MOVIMENTO NO PERÍODO SOLICITADO.

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082667500009553475697
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082667500009553475697
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:27

G335141041491586 1
14/01/2022 11:02:26

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	NOVEMBRO/2020

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
30/10/2020	SALDO ANTERIOR	0,00					
11/11/2020	APLICAÇÃO	490.594,25			105.573,499235	4,646945053	105.573,499235
30/11/2020	RESGATE	26.458,89			5.693,448170	4,647252282	99.880,051065
	Aplicação 11/11/2020	26.458,89			5.693,448170		
30/11/2020	SALDO ATUAL	464.167,80			99.880,051065		99.880,051065

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	0,00
APLICAÇÕES (+)	490.594,25
RESGATES (-)	26.458,89
RENDIMENTO BRUTO (+)	32,44
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	32,44
SALDO ATUAL =	464.167,80

Valor da Cota

30/10/2020	4,646786312
30/11/2020	4,647252282

Rentabilidade

No mês	0,0100
No ano	0,6527
Últimos 12 meses	0,8191

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082746700009553475698
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082746700009553475698
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:28

G3351410414915861
14/01/2022 11:02:36

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	DEZEMBRO/2020

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
30/11/2020	SALDO ANTERIOR	464.167,80			99.880,051065		
01/12/2020	APLICAÇÃO	729,35			156,941374	4,647276751	100.036,992439
04/12/2020	RESGATE	2.691,16			579,076918	4,647327351	99.457,915521
	Aplicação 11/11/2020	2.691,16			579,076918		
14/12/2020	RESGATE	1.458,70			313,869411	4,647474226	99.144,046110
	Aplicação 11/11/2020	1.458,70			313,869411		
18/12/2020	RESGATE	132,61			28,533376	4,647539699	99.115,512734
	Aplicação 11/11/2020	132,61			28,533376		
30/12/2020	RESGATE	23.527,31			5.062,148631	4,647692455	94.053,364103
	Aplicação 11/11/2020	23.527,31			5.062,148631		
31/12/2020	SALDO ATUAL	437.133,20			94.053,364103		94.053,364103

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	464.167,80
APLICAÇÕES (+)	729,35
RESGATES (-)	27.809,78
RENDIMENTO BRUTO (+)	45,83
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	45,83
SALDO ATUAL =	437.133,20

Valor da Cota

30/11/2020	4,647252282
31/12/2020	4,647714674

Rentabilidade

No mês	0,0099
No ano	0,6627
Últimos 12 meses	0,6627

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082746700009553475698
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082746700009553475698
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:28

G3351410414915861
14/01/2022 11:03:10

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	JANEIRO/2021

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
31/12/2020	SALDO ANTERIOR	437.133,20			94.053,364103		
04/01/2021	RESGATE	2.138,39			460,093085	4,647733399	93.593,271018
	Aplicação 11/11/2020	2.138,39			460,093085		
05/01/2021	RESGATE	2.466,69			530,726829	4,647758250	93.062,544189
	Aplicação 11/11/2020	2.466,69			530,726829		
08/01/2021	RESGATE	224,70			48,345100	4,647833997	93.014,199089
	Aplicação 11/11/2020	224,70			48,345100		
14/01/2021	RESGATE	729,35			156,919455	4,647925919	92.857,279634
	Aplicação 11/11/2020	729,35			156,919455		
15/01/2021	RESGATE	66,30			14,264351	4,647950537	92.843,015283
	Aplicação 11/11/2020	66,30			14,264351		
29/01/2021	RESGATE	25.665,71			5.521,657911	4,648189079	87.321,357372
	Aplicação 11/11/2020	25.665,71			5.521,657911		
29/01/2021	SALDO ATUAL	405.886,18			87.321,357372		87.321,357372

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	437.133,20
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	31.291,14
RENDIMENTO BRUTO (+)	44,12
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	44,12
SALDO ATUAL =	405.886,18

Valor da Cota

31/12/2020	4,647714674
29/01/2021	4,648189079

Rentabilidade

No mês	0,0102
No ano	0,0102
Últimos 12 meses	0,5300

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082746700009553475698
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082746700009553475698
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:28

G3351410414915861
14/01/2022 11:04:46

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	FEVEREIRO/2021

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
29/01/2021	SALDO ANTERIOR	405.886,18			87.321,357372		
01/02/2021	RESGATE	58,00			12,477908	4,648215144	87.308,879464
	Aplicação 11/11/2020	58,00			12,477908		
02/02/2021	RESGATE	337,00			72,500593	4,648237825	87.236,378871
	Aplicação 11/11/2020	337,00			72,500593		
05/02/2021	RESGATE	2.727,29			586,728037	4,648303519	86.649,650834
	Aplicação 11/11/2020	2.727,29			586,728037		
08/02/2021	RESGATE	198,60			42,725038	4,648328207	86.606,925796
	Aplicação 11/11/2020	198,60			42,725038		
09/02/2021	RESGATE	581,46			125,089536	4,648350437	86.481,836260
	Aplicação 11/11/2020	581,46			125,089536		
10/02/2021	RESGATE	98,00			21,082629	4,648376631	86.460,753631
	Aplicação 11/11/2020	98,00			21,082629		
11/02/2021	RESGATE	512,46			110,244403	4,648399233	86.350,509228
	Aplicação 11/11/2020	512,46			110,244403		
12/02/2021	RESGATE	922,06			198,359695	4,648424171	86.152,149533
	Aplicação 11/11/2020	922,06			198,359695		
18/02/2021	RESGATE	2.159,60			464,584676	4,648452930	85.687,564857
	Aplicação 11/11/2020	2.159,60			464,584676		
19/02/2021	RESGATE	196,33			42,235278	4,648483638	85.645,329579
	Aplicação 11/11/2020	196,33			42,235278		
22/02/2021	RESGATE	100,46			21,611264	4,648501873	85.623,718315
	Aplicação 11/11/2020	100,46			21,611264		
24/02/2021	RESGATE	51,00			10,971158	4,648552282	85.612,747157
	Aplicação 11/11/2020	51,00			10,971158		
25/02/2021	RESGATE	2.432,18			523,210216	4,648571310	85.089,536941
	Aplicação 11/11/2020	2.432,18			523,210216		
26/02/2021	RESGATE	25.900,58			5.571,697843	4,648597381	79.517,839098
	Aplicação 11/11/2020	25.900,58			5.571,697843		
26/02/2021	SALDO ATUAL	369.646,42			79.517,839098		79.517,839098

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	405.886,18
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	36.275,02
RENDIMENTO BRUTO (+)	35,26
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	35,26
SALDO ATUAL =	369.646,42

Valor da Cota

29/01/2021	4,648189079
26/02/2021	4,648597381

Rentabilidade

No mês	0,0087
No ano	0,0189
Últimos 12 meses	0,4102

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082746700009553475698
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082746700009553475698
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:28

Número do documento: 22072121082746700009553475698
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082746700009553475698
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:28

G3351410414915861
14/01/2022 11:04:59

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	MARCO/2021

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
26/02/2021	SALDO ANTERIOR	369.646,42			79.517,839098		
01/03/2021	RESGATE	1.050,50			225,980076	4,648639901	79.291,859022
	Aplicação 11/11/2020	1.050,50			225,980076		
03/03/2021	RESGATE	9.411,62			2.024,580370	4,648676900	77.267,278652
	Aplicação 11/11/2020	9.411,62			2.024,580370		
05/03/2021	RESGATE	951,55			204,690948	4,648715585	77.062,587704
	Aplicação 11/11/2020	951,55			204,690948		
08/03/2021	RESGATE	90,16			19,394499	4,648740766	77.043,193205
	Aplicação 11/11/2020	90,16			19,394499		
09/03/2021	RESGATE	600,00			129,066595	4,648762919	76.914,126610
	Aplicação 11/11/2020	600,00			129,066595		
11/03/2021	RESGATE	782,92			168,413038	4,648808728	76.745,713572
	Aplicação 11/11/2020	782,92			168,413038		
12/03/2021	RESGATE	3.023,68			650,417193	4,648831600	76.095,296379
	Aplicação 11/11/2020	3.023,68			650,417193		
19/03/2021	RESGATE	795,87			171,189046	4,649070835	75.924,107333
	Aplicação 11/11/2020	795,87			171,189046		
22/03/2021	RESGATE	2.691,00			578,801485	4,649262436	75.345,305848
	Aplicação 11/11/2020	2.691,00			578,801485		
23/03/2021	RESGATE	59,46			12,788694	4,649419180	75.332,517154
	Aplicação 11/11/2020	59,46			12,788694		
24/03/2021	RESGATE	3.990,25			858,195596	4,649581074	74.474,321558
	Aplicação 11/11/2020	3.990,25			858,195596		
26/03/2021	RESGATE	1.245,52			267,861070	4,649873156	74.206,460488
	Aplicação 11/11/2020	1.245,52			267,861070		
30/03/2021	RESGATE	23.802,31			5.118,512321	4,650239856	69.087,948167
	Aplicação 11/11/2020	23.802,31			5.118,512321		
31/03/2021	RESGATE	2.164,29			465,400273	4,650384034	68.622,547894
	Aplicação 11/11/2020	2.164,29			465,400273		
31/03/2021	SALDO ATUAL	319.121,20			68.622,547894		68.622,547894

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	369.646,42
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	50.659,13
RENDIMENTO BRUTO (+)	133,91
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	133,91
SALDO ATUAL =	319.121,20

Valor da Cota

26/02/2021	4,648597381
31/03/2021	4,650384034

Rentabilidade

No mês	0,0384
No ano	0,0574
Últimos 12 meses	0,3246

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082746700009553475698
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082746700009553475698
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:28

Número do documento: 22072121082746700009553475698
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082746700009553475698
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:28

G3351410414915861
14/01/2022 11:05:10

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	ABRIL/2021

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
31/03/2021	SALDO ANTERIOR	319.121,20			68.622,547894		
06/04/2021	RESGATE	92,46			19,880168	4,650866093	68.602,667726
	Aplicação 11/11/2020	92,46			19,880168		
09/04/2021	RESGATE	7,96			1,711337	4,651334664	68.600,956389
	Aplicação 11/11/2020	7,96			1,711337		
13/04/2021	RESGATE	144,46			31,055758	4,651633414	68.569,900631
	Aplicação 11/11/2020	144,46			31,055758		
14/04/2021	RESGATE	2.466,69			530,266412	4,651793783	68.039,634219
	Aplicação 11/11/2020	2.466,69			530,266412		
16/04/2021	RESGATE	820,20			176,307294	4,652104749	67.863,326925
	Aplicação 11/11/2020	820,20			176,307294		
20/04/2021	RESGATE	26.723,36			5.743,969573	4,652420188	62.119,357352
	Aplicação 11/11/2020	26.723,36			5.743,969573		
23/04/2021	RESGATE	2.429,62			522,192015	4,652732961	61.597,165337
	Aplicação 11/11/2020	2.429,62			522,192015		
27/04/2021	RESGATE	1.359,06			292,079440	4,653049190	61.305,085897
	Aplicação 11/11/2020	1.359,06			292,079440		
29/04/2021	RESGATE	3.222,46			692,501451	4,653362088	60.612,584446
	Aplicação 11/11/2020	3.222,46			692,501451		
30/04/2021	RESGATE	416,50			89,502217	4,653516038	60.523,082229
	Aplicação 11/11/2020	416,50			89,502217		
30/04/2021	SALDO ATUAL	281.645,13			60.523,082229		60.523,082229

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	319.121,20
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	37.682,77
RENDIMENTO BRUTO (+)	206,70
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	206,70
SALDO ATUAL =	281.645,13

Valor da Cota

31/03/2021	4,650384034
30/04/2021	4,653516038

Rentabilidade

No mês	0,0673
No ano	0,1248
Últimos 12 meses	0,3082

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082746700009553475698
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082746700009553475698
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:28

G3351410414915861
14/01/2022 11:05:27

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	MAIO/2021

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
30/04/2021	SALDO ANTERIOR	281.645,13			60.523,082229		
04/05/2021	RESGATE	54,95			11,807476	4,653831370	60.511,274753
	Aplicação 11/11/2020	54,95			11,807476		
07/05/2021	RESGATE	5,00			1,074253	4,654395130	60.510,200500
	Aplicação 11/11/2020	5,00			1,074253		
11/05/2021	RESGATE	128,00			27,497426	4,654981155	60.482,703074
	Aplicação 11/11/2020	128,00			27,497426		
13/05/2021	RESGATE	900,51			193,426278	4,655572193	60.289,276796
	Aplicação 11/11/2020	900,51			193,426278		
14/05/2021	RESGATE	98,49			21,153953	4,655867419	60.268,122843
	Aplicação 11/11/2020	98,49			21,153953		
17/05/2021	RESGATE	11.042,69			2.371,629258	4,656161988	57.896,493585
	Aplicação 11/11/2020	11.042,69			2.371,629258		
20/05/2021	RESGATE	5.229,46			1.122,913555	4,657045929	56.773,580030
	Aplicação 11/11/2020	5.229,46			1.122,913555		
21/05/2021	RESGATE	1.474,52			316,601313	4,657340129	56.456,978717
	Aplicação 11/11/2020	1.474,52			316,601313		
25/05/2021	RESGATE	290,00			62,259437	4,657928441	56.394,719280
	Aplicação 11/11/2020	290,00			62,259437		
28/05/2021	RESGATE	26,14			5,610885	4,658801376	56.389,108395
	Aplicação 11/11/2020	26,14			5,610885		
31/05/2021	SALDO ATUAL	262.722,06			56.389,108395		56.389,108395

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	281.645,13
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	19.249,76
RENDIMENTO BRUTO (+)	326,69
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	326,69
SALDO ATUAL =	262.722,06

Valor da Cota

30/04/2021	4,653516038
31/05/2021	4,659092331

Rentabilidade

No mês	0,1198
No ano	0,2448
Últimos 12 meses	0,3732

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082746700009553475698
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082746700009553475698
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:28

G3351410414915861
14/01/2022 11:05:39

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	JUNHO/2021

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
31/05/2021	SALDO ANTERIOR	262.722,06			56.389,108395		
04/06/2021	RESGATE	1.418,46			304,393290	4,659958174	56.084,715105
	Aplicação 11/11/2020	1.418,46			304,393290		
10/06/2021	RESGATE	2.787,25			597,977330	4,661129877	55.486,737775
	Aplicação 11/11/2020	2.787,25			597,977330		
11/06/2021	RESGATE	187,30			40,180860	4,661423373	55.446,556915
	Aplicação 11/11/2020	187,30			40,180860		
25/06/2021	RESGATE	2.207,66			473,225038	4,665137769	54.973,331877
	Aplicação 11/11/2020	2.207,66			473,225038		
29/06/2021	RESGATE	2.103,15			450,741388	4,665979327	54.522,590489
	Aplicação 11/11/2020	2.103,15			450,741388		
30/06/2021	RESGATE	191,42			41,020727	4,666421444	54.481,569762
	Aplicação 11/11/2020	191,42			41,020727		
30/06/2021	SALDO ATUAL	254.233,97			54.481,569762		54.481,569762

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	262.722,06
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	8.895,24
RENDIMENTO BRUTO (+)	407,15
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	407,15
SALDO ATUAL =	254.233,97

Valor da Cota

31/05/2021	4,659092331
30/06/2021	4,666421444

Rentabilidade

No mês	0,1573
No ano	0,4024
Últimos 12 meses	0,4873

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082746700009553475698
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082746700009553475698
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:28

G3351410414915861
14/01/2022 11:05:56

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	JULHO/2021

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
30/06/2021	SALDO ANTERIOR	254.233,97			54.481,569762		
02/07/2021	RESGATE	1.979,95			424,222315	4,667246234	54.057,347447
	Aplicação 11/11/2020	1.979,95			424,222315		
05/07/2021	RESGATE	6.760,78			1.448,435539	4,667642998	52.608,911908
	Aplicação 11/11/2020	6.760,78			1.448,435539		
06/07/2021	RESGATE	437,32			93,683582	4,668053810	52.515,228326
	Aplicação 11/11/2020	437,32			93,683582		
09/07/2021	RESGATE	3.286,37			703,826146	4,669292291	51.811,402180
	Aplicação 11/11/2020	3.286,37			703,826146		
12/07/2021	RESGATE	1.504,92			322,273993	4,669691103	51.489,128187
	Aplicação 11/11/2020	1.504,92			322,273993		
15/07/2021	RESGATE	268,50			57,483040	4,670942938	51.431,645147
	Aplicação 11/11/2020	268,50			57,483040		
16/07/2021	RESGATE	177,59			38,016780	4,671358286	51.393,628367
	Aplicação 11/11/2020	177,59			38,016780		
19/07/2021	RESGATE	46,46			9,944821	4,671778562	51.383,683546
	Aplicação 11/11/2020	46,46			9,944821		
26/07/2021	RESGATE	12.230,70			2.616,819266	4,673880294	48.766,864280
	Aplicação 11/11/2020	12.230,70			2.616,819266		
29/07/2021	RESGATE	1.598,92			342,006712	4,675112920	48.424,857568
	Aplicação 11/11/2020	1.598,92			342,006712		
30/07/2021	RESGATE	1.387,61			296,781643	4,675525023	48.128,075925
	Aplicação 11/11/2020	1.387,61			296,781643		
30/07/2021	SALDO ATUAL	225.024,02			48.128,075925		48.128,075925

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	254.233,97
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	29.679,12
RENDIMENTO BRUTO (+)	469,17
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	469,17
SALDO ATUAL =	225.024,02

Valor da Cota

30/06/2021	4,666421444
30/07/2021	4,675525023

Rentabilidade

No mês	0,1950
No ano	0,5983
Últimos 12 meses	0,6503

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082746700009553475698
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082746700009553475698
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:28

G3351410414915861
14/01/2022 11:06:09

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	AGOSTO/2021

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
30/07/2021	SALDO ANTERIOR	225.024,02			48.128,075925		
09/08/2021	RESGATE	1.011,46			216,200549	4,678341490	47.911,875376
	Aplicação 11/11/2020	1.011,46			216,200549		
13/08/2021	RESGATE	648,10			138,463031	4,680671768	47.773,412345
	Aplicação 11/11/2020	648,10			138,463031		
20/08/2021	RESGATE	0,25			0,053378	4,683580870	47.773,358967
	Aplicação 11/11/2020	0,25			0,053378		
26/08/2021	RESGATE	23.731,00			5.064,313002	4,685926796	42.709,045965
	Aplicação 11/11/2020	23.731,00			5.064,313002		
27/08/2021	RESGATE	2.373,10			506,367360	4,686518498	42.202,678605
	Aplicação 11/11/2020	2.373,10			506,367360		
31/08/2021	SALDO ATUAL	197.830,73			42.202,678605		42.202,678605

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	225.024,02
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	27.763,91
RENDIMENTO BRUTO (+)	570,62
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	570,62
SALDO ATUAL =	197.830,73

Valor da Cota

30/07/2021	4,675525023
31/08/2021	4,687634384

Rentabilidade

No mês	0,2589
No ano	0,8589
Últimos 12 meses	0,8971

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082746700009553475698
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082746700009553475698
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:28

G3351410414915861
14/01/2022 11:06:18

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	SETEMBRO/2021

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
31/08/2021	SALDO ANTERIOR	197.830,73			42.202,678605		
15/09/2021	RESGATE	690,00			147,011146	4,693521681	42.055,667459
	Aplicação 11/11/2020	690,00			147,011146		
17/09/2021	RESGATE	904,03			192,564379	4,694689662	41.863,103080
	Aplicação 11/11/2020	904,03			192,564379		
20/09/2021	RESGATE	352,46			75,066861	4,695280932	41.788,036219
	Aplicação 11/11/2020	352,46			75,066861		
24/09/2021	RESGATE	600,46			127,818115	4,697769186	41.660,218104
	Aplicação 11/11/2020	600,46			127,818115		
29/09/2021	RESGATE	153,90			32,744135	4,700078303	41.627,473969
	Aplicação 11/11/2020	153,90			32,744135		
30/09/2021	SALDO ATUAL	195.685,07			41.627,473969		41.627,473969

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	197.830,73
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	2.700,85
RENDIMENTO BRUTO (+)	555,19
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	555,19
SALDO ATUAL =	195.685,07

Valor da Cota

31/08/2021	4,687634384
30/09/2021	4,700863411

Rentabilidade

No mês	0,2822
No ano	1,1435
Últimos 12 meses	1,1744

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

G3351410414915861
14/01/2022 11:06:29

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	OUTUBRO/2021

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
30/09/2021	SALDO ANTERIOR	195.685,07			41.627,473969		
08/10/2021	RESGATE	5.639,77			1.198,540336	4,705532079	40.428,933633
	Aplicação 11/11/2020	5.639,77			1.198,540336		
13/10/2021	RESGATE	3.084,75			655,339785	4,707100148	39.773,593848
	Aplicação 11/11/2020	3.084,75			655,339785		
14/10/2021	RESGATE	2,46			0,522527	4,707891458	39.773,071321
	Aplicação 11/11/2020	2,46			0,522527		
18/10/2021	RESGATE	46.000,00			9.767,552657	4,709470388	30.005,518664
	Aplicação 11/11/2020	46.000,00			9.767,552657		
19/10/2021	RESGATE	31.363,97			6.658,649282	4,710260095	23.346,869382
	Aplicação 11/11/2020	31.363,97			6.658,649282		
20/10/2021	RESGATE	493,35			104,721839	4,711051730	23.242,147543
	Aplicação 11/11/2020	493,35			104,721839		
22/10/2021	RESGATE	13.245,81			2.810,710012	4,712620634	20.431,437531
	Aplicação 11/11/2020	13.245,81			2.810,710012		
25/10/2021	RESGATE	6.150,00			1.304,788905	4,713406111	19.126,648626
	Aplicação 11/11/2020	6.150,00			1.304,788905		
26/10/2021	RESGATE	89.456,58			18.976,040705	4,714185714	150,607921
	Aplicação 11/11/2020	89.426,72			18.969,707252		
	Aplicação 01/12/2020	29,86			6,333453		
29/10/2021	SALDO ATUAL	710,39			150,607921		150,607921

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	195.685,07
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	195.436,69
RENDIMENTO BRUTO (+)	462,01
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	462,01
SALDO ATUAL =	710,39

Valor da Cota

30/09/2021	4,700863411
29/10/2021	4,716786616

Rentabilidade

No mês	0,3387
No ano	1,4861
Últimos 12 meses	1,5064

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

G3351410414915861
14/01/2022 11:06:48

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	NOVEMBRO/2021

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
29/10/2021	SALDO ANTERIOR	710,39			150,607921		
19/11/2021	RESGATE	710,39			150,172955	4,730478922	0,434966
	Aplicação 01/12/2020	710,39			150,172955		
30/11/2021	SALDO ATUAL	2,06			0,434966		0,434966

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	710,39
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	710,39
RENDIMENTO BRUTO (+)	2,06
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	2,06
SALDO ATUAL =	2,06

Valor da Cota

29/10/2021	4,716786616
30/11/2021	4,737849250

Rentabilidade

No mês	0,4465
No ano	1,9393
Últimos 12 meses	1,9494

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

G3351410414915861
14/01/2022 11:07:03

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	DEZEMBRO/2021

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
30/11/2021	SALDO ANTERIOR	2,06			0,434966		
14/12/2021	RESGATE	2,07			0,434966	4,749168818	
	Aplicação 01/12/2020	2,07			0,434966		
15/12/2021	ESTORNO DE RESGATE	2,07			0,434966	4,750481042	0,434966
15/12/2021	RESGATE	2,07			0,434966	4,750481042	
	Aplicação 01/12/2020	2,07			0,434966		
16/12/2021	APLICAÇÃO	0,01			0,002105	4,751795988	0,002105
31/12/2021	SALDO ATUAL	0,01			0,002105		0,002105

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	2,06
APLICAÇÕES (+)	0,01
RESGATES (-)	2,07
RENDIMENTO BRUTO (+)	0,01
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	0,01
SALDO ATUAL =	0,01

Valor da Cota

30/11/2021	4,737849250
31/12/2021	4,766308016

Rentabilidade

No mês	0,6006
No ano	2,5516
Últimos 12 meses	2,5516

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

G3312315522940981
23/02/2022 16:03:27

Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

Cliente

Agência	1615-2
Conta	960511-8 FUNDACAO 27910 MP
Mês/ano referência	JANEIRO/2022

RF Mais Automático - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IR Prej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
31/12/2021	SALDO ANTERIOR	0,01			0,002105		
11/01/2022	RESGATE	0,01			0,002105	4,775618591	
	Aplicação 15/12/2021	0,01			0,002105		
18/01/2022	APLICAÇÃO	821,10			171,693667	4,782354589	171,693667
19/01/2022	RESGATE	816,93			170,772933	4,783720614	0,920734
	Aplicação 18/01/2022	816,93			170,772933		
31/01/2022	SALDO ATUAL	4,41			0,920734		0,920734

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	0,01
APLICAÇÕES (+)	821,10
RESGATES (-)	816,94
RENDIMENTO BRUTO (+)	0,24
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	0,24
SALDO ATUAL =	4,41

Valor da Cota

31/12/2021	4,766308016
31/01/2022	4,794494923

Rentabilidade

No mês	0,5913
No ano	0,5913
Últimos 12 meses	3,1475

Transação efetuada com sucesso por: JE683741 WESLEY ROBERTO DE PAIVA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088

Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

Projeto
Brumadinho
UFMG

Projeto técnico científico
de extensão da UFMG.

DEVOLUÇÃO DE SALDO

Av. Presidente Antônio Carlos, 6627 – Un. Adm. II – Campus UFMG
Belo Horizonte, MG – Brasil Caixa postal 856 – 30161-970
Telefone: (31) 3409-4200 | www.fundep.ufmg.br

FUNDEP UFMG

Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

Visualização de arquivos

Agência débito:	1.615-2
Conta débito:	960.511-8
CPF/CNPJ:	18.720.938/0001-41 FUNDEP - FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA

Banco:	001
Agência crédito:	1615 - 2
Conta crédito:	960874 - 5
Favorecido:	FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA
Documento empresa:	4817058
Data pagamento:	24/02/2022
Valor pagamento:	4,43
Documento banco:	000000000004500867861
Data real pagamento:	24/02/2022
Valor real pagamento:	4,43
Autenticação:	2C06B50211A9297C

Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

ANEXO VI – ANÁLISE DE COMPOSTOS NÃO-VOLÁTEIS COM O SISTEMA UHPLC-SPE-*ON-LINE*-MS/MS

Tabela VIa. Algumas propriedades físico-químicas dos analitos não-voláteis determinados pelos métodos de UHPLC-SPE-*ON-LINE*-MS/MS nas amostras de água subterrânea.

Analito	Fórmula molecular	Massa molar (g mol^{-1})	Ponto de fusão (ºC)	Ponto de ebulição (ºC)	Solubilidade em água (mg/L, a 20 °C)	pKa	log P
2,4-D	$C_8H_6Cl_2O_3$	221,03	140	decompõe	24300	2,73	2,81
alaclor	$C_{14}H_{20}ClNO_2$	269,77	41	100	240	0,62	3,09
aldicarb	$C_7H_{14}N_2O_2S$	190,27	99	decompõe	4930	13,81	1,13
aldicarb sulfona	$C_7H_{14}N_2O_4S$	222,26	141	decompõe	10000	13,44	-0,57
aldicarb sulfóxido	$C_7H_{14}N_2O_3S$	206,27	108 - 110		28000	13,57	-0,78
atrazina	$C_8H_{14}ClN_5$	215,68	173	205	35	1,6	2,61
bentazona	$C_{10}H_{12}N_2O_3S$	240,3	139,4 - 141,0	decompõe acima de 210	7112	3,28	2,34
carbofuran	$C_{12}H_{15}NO_3$	221,25	151	decompõe	322	não aplicável	2,32
clorpirifós	$C_9H_{11}Cl_3NO_3PS$	350,6	42	decompõe após ebulição (170 - degradação)	1.05	não aplicável	4,7
malation	$C_{10}H_{19}O_6PS_2$	330,4	2.8	156 - 157	148	não aplicável	2,36
metolacloro	$C_{15}H_{22}ClNO_2$	283,79	-62.1	100	530	não aplicável	3,13
molinato	$C_9H_{17}NOS$	187,3	-25	278	1100	não aplicável	2,86
pendimetalina	$C_{13}H_{19}N_3O_4$	281,31	56	246	0.33	2,8	5,4
pentaclorofenol	C_6HCl_5O	266,3	174	309.5	1000	4,7	5,12
propanil	$C_9H_9Cl_2NO$	218,08	92	351	95	19,1	3,07
simazina	$C_7H_{12}ClN_5$	201,66	Decompõe 226 (degradação)	decompõe 226 (degradação)	5	1,62	2,18

Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

Tabela VIb. Características toxicológicas e de uso dos analitos determinados pelos métodos de UHPLC-SPE-*ON-LINE*-MS/MS.

Analito	Classe	Utilização	Toxicidade
2,4-D	Herbicida, regulador de crescimento vegetal Alquilclorofenoxi	Herbicida para controle de plantas de folha larga e como regulador de crescimento de plantas. É usado na agricultura cultivada, em aplicações de pastagem, manejo florestal, casa, jardim e para controlar a vegetação aquática. Pode ser encontrado na forma de emulsão, em soluções aquosas (sais) e como um composto seco.	Nocivo se ingerido. Pode provocar reações alérgicas na pele. Provoca lesões oculares graves. Pode provocar irritação das vias respiratórias. Possivelemente carcinogénico para os humanos. Muito tóxico para os organismos aquáticos.
alaclor	Herbicida Cloroacetamida	Herbicida de pré-emergência para milho, soja e amendoim e outras culturas agrícolas. É um herbicida sistêmico seletivo, absorvido pelos brotos em germinação e pelas raízes. Ele age interferindo na capacidade da planta de produzir proteínas e no alongamento da raiz. Está disponível na forma de grânulos ou concentrado emulsionável. É usado em formulações mistas com atrazina, glifosato, trifluralina e imaquin.	Nocivo por ingestão. Pode ser perigoso com o contato com a pele. Causa uma irritação suave da pele. Pode provocar uma reação alérgica cutânea. Suspeito de provocar cancro. Muito tóxico para os organismos aquáticos com efeitos duradouros.
aldicarb	Inseticida, acaricida, nematicida Carbamato	Inseticida e nematicida aplicado no solo usado para controlar insetos mastigadores, sugadores e que vivem no solo	Fatal se ingerido ou se inalado. Tóxico em contato com a pele. Afeta o sistema nervoso central após exposição prolongada ou repetida. Muito tóxico para os organismos aquáticos.
aldicarb sulfona	Inseticida, nematicida, metabólito Carbamato	Usado para controlar gafanhotos, mosquitos e outros insetos e ácaros em algodão, batata, beterraba sacarina e plantas ornamentais.	Fatal se ingerido, em contato com a pele ou se inalado. Muito tóxico para os organismos aquáticos.
aldicarb sulfóxido	Metabólito Sem classificação	Usado como pesticida.	Fatal se ingerido. Muito tóxico para os organismos aquáticos.
atrazina	Herbicida Triazina	Herbicida seletivo de pré e pós-emergência usado para o controle de ervas daninhas de folha larga e gramíneas em lavouras, como milho (campo e doce), goiaba, feno, nozes de macadâmia, pastagens para o estabelecimento de cobertura de grama permanente na pastagem. Também é usado na silvicultura e, em taxas de aplicação mais altas, no controle não seletivo de ervas daninhas em áreas sem cultivo	Nocivo por ingestão. Causa irritação suave da pele. Pode provocar reação alérgica cutânea. Muito tóxico para os organismos aquáticos.

Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

bentazona	Herbicida Benzotiazinona	Herbicida pós-emergência usado para controlar ervas daninhas de folha larga em lavouras como feijão, milho, hortelã, soja, arroz e amendoim. Também usado no controle pós-emergente seletivo de ervas daninhas e ciperáceas em alfafa, aspargos, cereais, trevo, digitálicos, ervilhas secas, linho, alho, gramíneas, feijão verde, hortelã, cebola, batata, vagem para semente, sorgo, soja e cana-de-açúcar.	Nocivo se ingerido. Pode provocar reações alérgicas na pele. Provoca irritação ocular graves. Muito tóxico para os organismos aquáticos.
carbofuran	Inseticida, acaricida, nematicida, Carbamato	Pesticida de amplo espectro que mata insetos, ácaros e nematóides em contato ou após ingestão. É usado contra pragas de solo e foliares de lavouras, frutas, vegetais e plantações florestais.	Mortal por ingestão ou inalação. Causa danos ao sistema nervoso central após exposição prolongada ou repetida. Muito tóxico para os organismos aquáticos.
clorpirifós	Inseticida Organofosforado	Inseticida de amplo espectro, originalmente usado principalmente para matar mosquitos, mas não mais registrado para esse uso. O clorpirifós é eficaz no controle de lagartas, vermes da raiz do milho, baratas, larvas, escaravelhos, moscas, cupins, formigas de fogo e piolhos. É utilizado como inseticida em grãos, algodão, lavouras, frutas, nozes e hortaliças, bem como em gramados e plantas ornamentais. Também está registrado para uso direto em ovelhas e perus, para tratamento de cavalos, canis, residências domésticas, edifícios agrícolas, caixas de armazenamento e estabelecimentos comerciais.	Tóxico se ingerido. Muito tóxico para os organismos aquáticos, com efeitos prolongados.
malation	Inseticida, acaricida Organofosforado	Inseticida organofosforado não sistêmico de amplo espectro.É adequado para o controle de insetos sugadores e mastigadores de frutas, vegetais, frutas cítricas, algodão, milho, sorgo, plantas ornamentais e produtos armazenados, e também é usado para controlar mosquitos, moscas, insetos domésticos, parasitas agrícolas e de gado (ectoparasitas), e piolhos da cabeça e do corpo. Também pode ser encontrado em formulações com muitos outros pesticidas;	Nocivo se ingerido. Pode provocar reações alérgicas na pele. Muito tóxico para os organismos aquáticos, com efeitos prolongados.
metolacloro	Herbicida Cloroacetamida	Herbicida seletivo que geralmente é aplicado a lavouras antes que as plantas surjam do solo e é usado para controlar certas ervas daninhas de folha larga e gramíneas anuais em milho, soja, amendoim, sorgo, batata, safras de vagem, algodão, cártamo, pedra frutas, nogueiras, servidões de passagem em rodovias e plantas ornamentais lenhosas.	Pode ser perigoso por ingestão. Pode provocar uma reação alérgica cutânea. Tóxico para os organismos aquáticos.
molinato	Herbicida Tiocarbamato	Herbicida seletivo usado no arroz para o controle de gramíneas aquáticas e outras ervas daninhas.	Nocivo por ingestão ou inalação. Pode ser perigoso com o contato com a pele. Pode provocar uma reação alérgica cutânea. Suspeito de provocar cancro. Suspeito de afectar a fertilidade ou o nascituro. Muito tóxico para os organismos aquáticos com efeitos duradouros.

Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

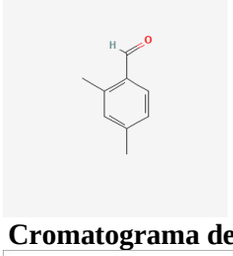
pendimetalina	Herbicida Dinitroanilina	Herbicida seletivo de pré-emergência e pós-emergência usado em vários locais agrícolas e não agrícolas para controlar ervas daninhas de folha larga e ervas daninhas em culturas como damasco, cenoura, cereja, milho, algodão, figo, garbanzos, alho, azeitona, cebola, nectarina, pêssego, pêra, noz-pecã, ameixa, arroz e ameixa e áreas sem cultivo.	Nocivo por ingestão. Pode ser perigoso em contato com a pele. Pode provocar uma reação alérgica cutânea. Muito tóxico para os organismos aquáticos com efeitos duradouros.
pentaclorofenol	Insecticida, herbicida, fungicida, moluscicida, regulador do crescimento, conservador de madeira Organoclorado	Inseticida, fungicida e microbicida comercialmente produzido. É usado principalmente para proteger a madeira da podridão por fungos e insetos chatos de madeira, mas também pode ser usado como um desfolhante pré-colheita em algodão, um herbicida pré-emergência geral e como um biocida em sistemas de água industriais.	Líquido e vapor facilmente inflamáveis. Tóxico por ingestão, contato com a pele ou inalação. Afeta os órgãos (olhos). Perigoso para os organismos aquáticos.
propanil	Herbicida Anilida	Herbicida pós-emergência sem efeito residual. É usado contra várias gramíneas e ervas daninhas de folhas largas no arroz, na batata e no trigo. Também é usado no trigo em mistura com MCPA. Com o carbaril, é usado em culturas cítricas cultivadas em cultura de grama.	Nocivo se ingerido. Pode ser nocivo em contato com a pele. Muito tóxico para os organismos aquáticos.
simazina	Herbicida Triazina	Herbicida sistêmico seletivo de pré-emergência, é severamente regulado por causa do efeito em humanos através do solo e da água potável. É usado para controlar ervas daninhas de folhas largas e gramíneas anuais em milho, sorgo, cana-de-açúcar e outras culturas agrícolas, alcachofras, aspargos, frutas vermelhas, nozes, culturas cítricas, café, lúpulo, dendezeiros, azeitonas, vegetais e culturas ornamentais, grama, pomares e vinhas. Em taxas mais altas, é usado para controle não seletivo de ervas daninhas em áreas industriais.	Nocivo se ingerido. Provoca irritação ocular grave. Pode ser nocivo se inalado. Suspeito de provocar câncer. Muito tóxico para os organismos aquáticos, com efeitos prolongados.

Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

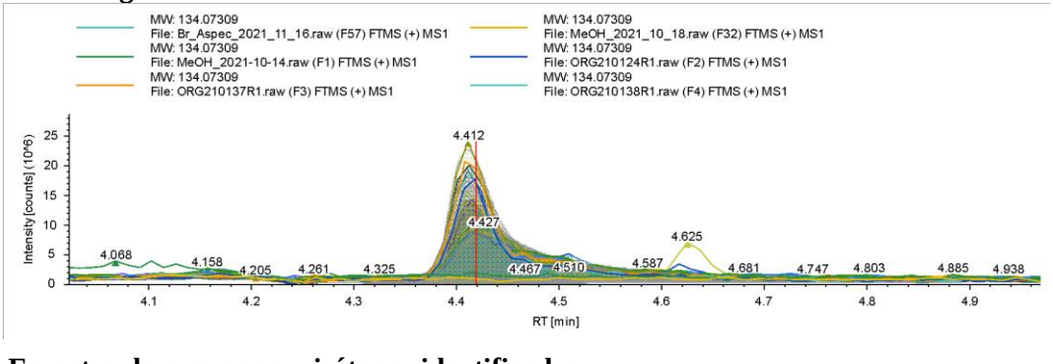
ANEXO VII – COMPOSTOS CARACTERIZADOS PELO MÉTODO DE ANÁLISE *UNTARGETED* POR LC-HRMS/MS (ORBITRAP)

COMPOSTOS CARACTERIZADOS POR ANÁLISES NA POLARIDADE POSITIVA.

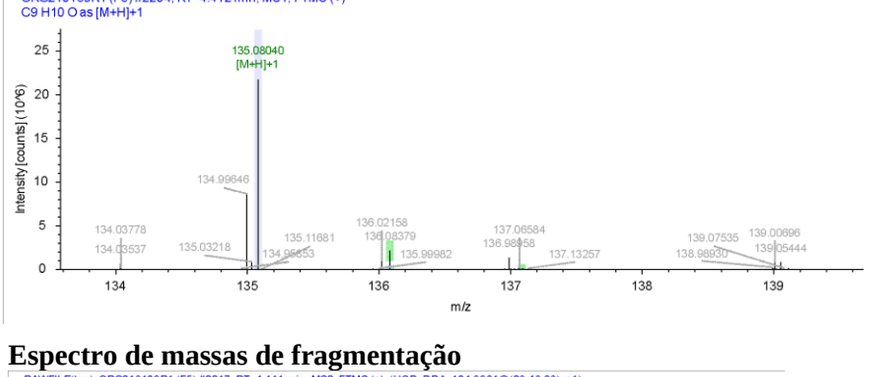
Composto: 2,4-Dimetilbenzaldeído
Classe: Composto orgânico utilizado na produção de agentes flavorizantes, fragrâncias, produtos agrícolas, pigmentos, resinas e outros.
Fórmula molecular: $C_9H_{10}O$
Estrutura química



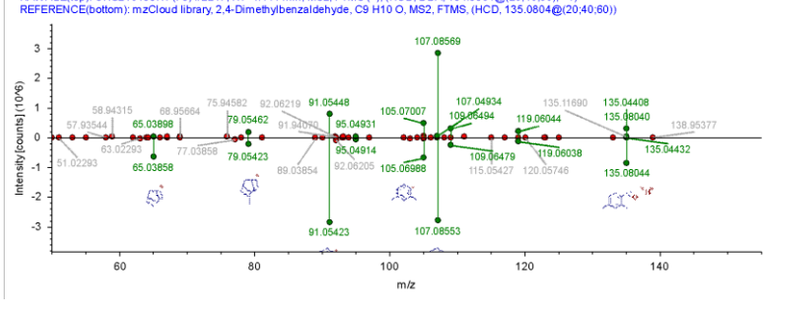
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados



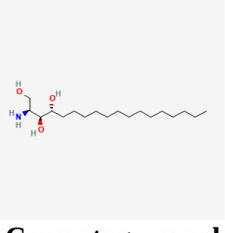
Espectro de massas de fragmentação



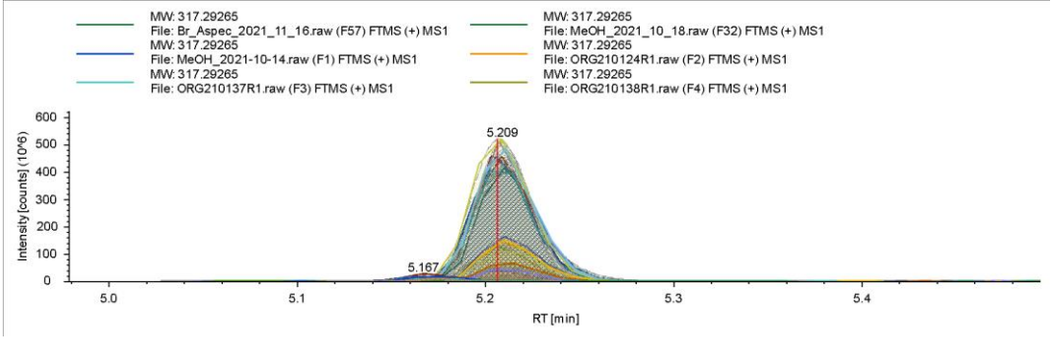
Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

Composto: Fitoesfingosina
Classe: Fosfolipídeo que participa da formação de membranas biológicas e está envolvido em diversos processos celulares, encontrado em fungos, plantas e animais, incluindo humanos.
Fórmula molecular: $C_{18}H_{39}NO_3$

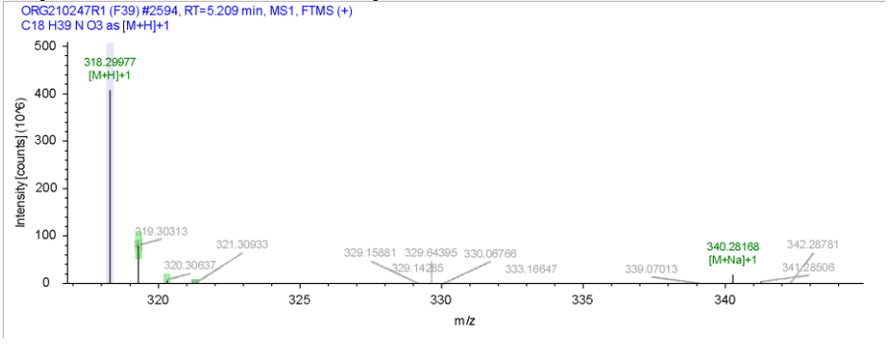
Estrutura química



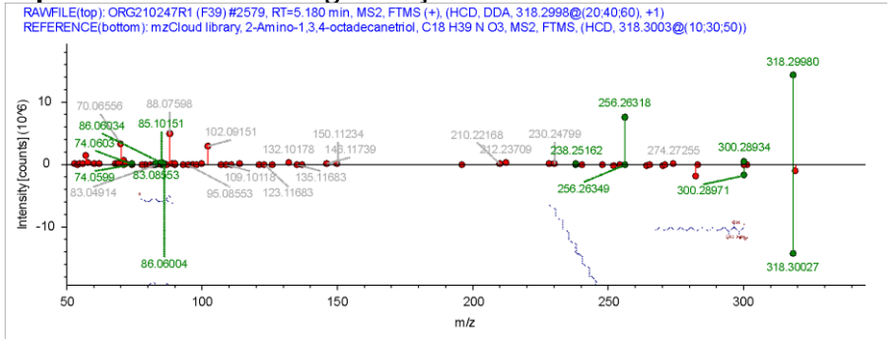
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

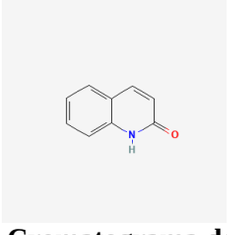


Espectro de massas de fragmentação

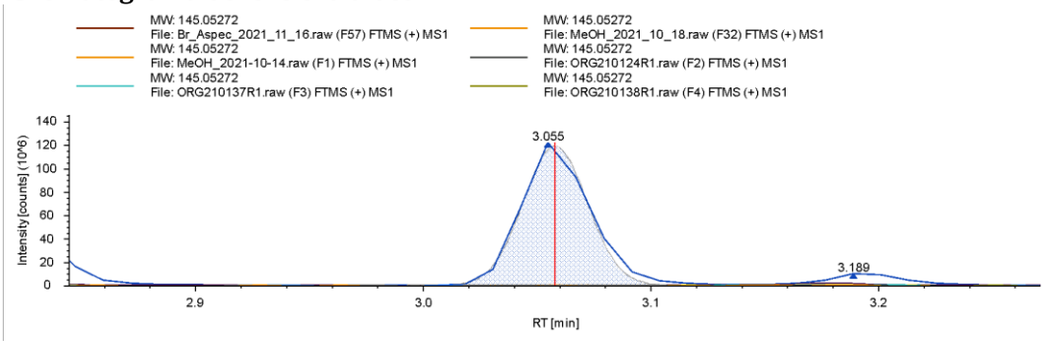


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

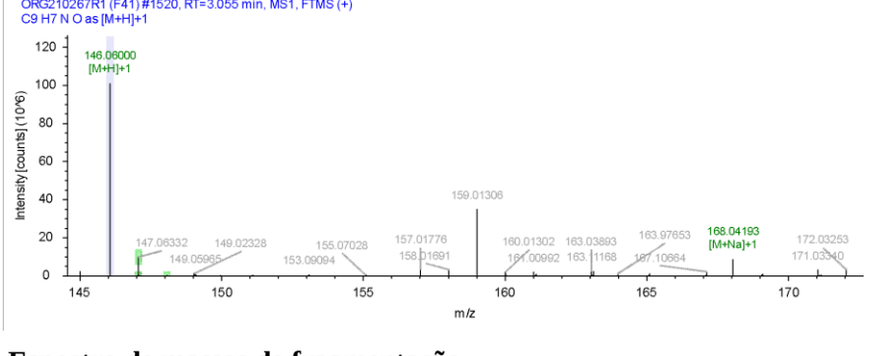
Composto: 2-Hidroxiquinolina
Classe: Metabólito intermediário produzido na degradação microbiana de quinolina.
Fórmula molecular: C_9H_7NO
Estrutura química



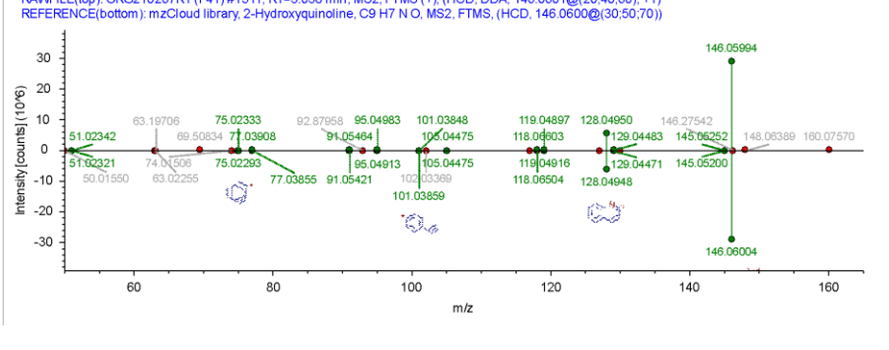
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

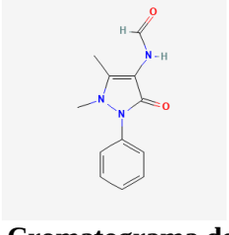


Espectro de massas de fragmentação

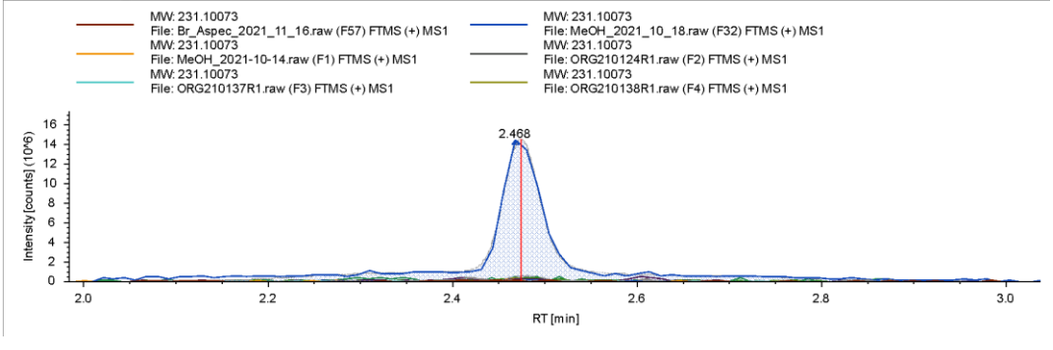


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

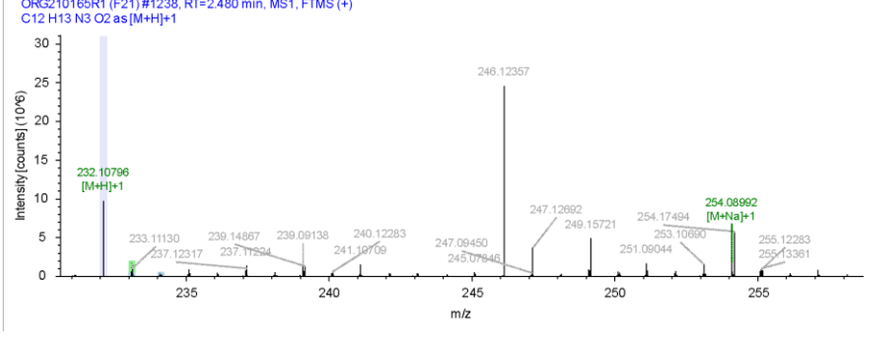
Composto: 4-Formaminoantipirina
Classe: Metabólito do medicamento aminofenazona, utilizado como analgésico, antiinflamatório e antipirético.
Fórmula molecular: $C_{12}H_{13}N_3O_2$
Estrutura química



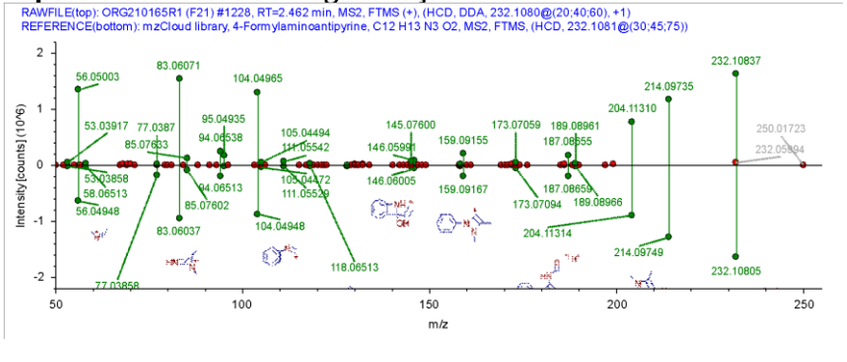
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

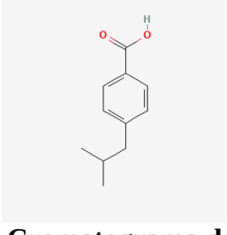


Espectro de massas de fragmentação

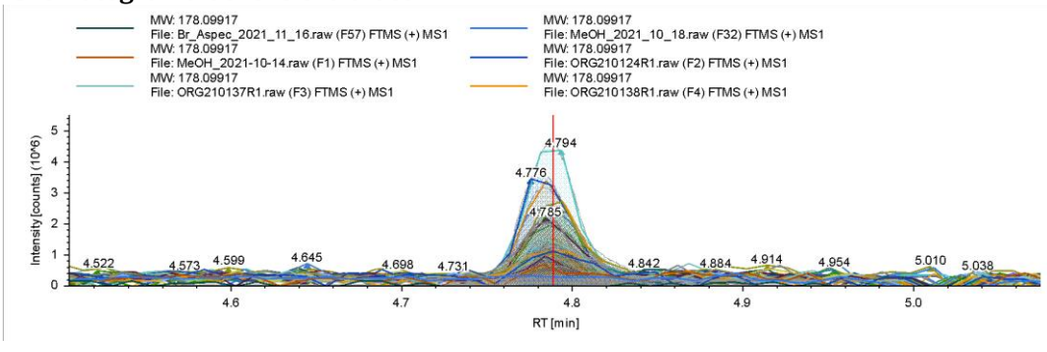


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

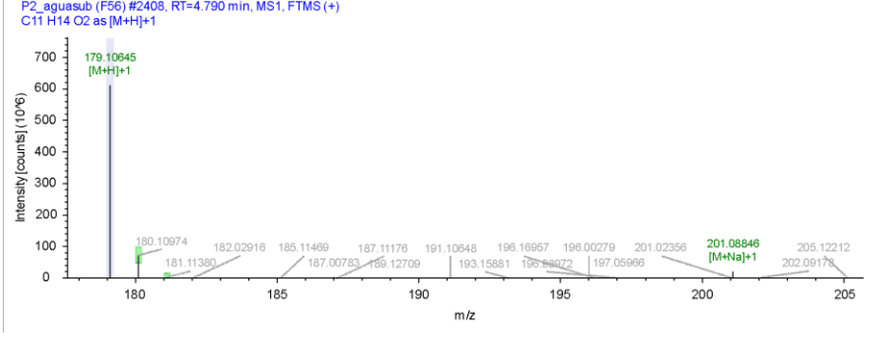
Composto: Ácido 4-isobutilbenzoico
Classe: Intermediário na síntese de compostos como o fármaco ibuprofeno.
Fórmula molecular: $C_{11}H_{14}O_2$
Estrutura química



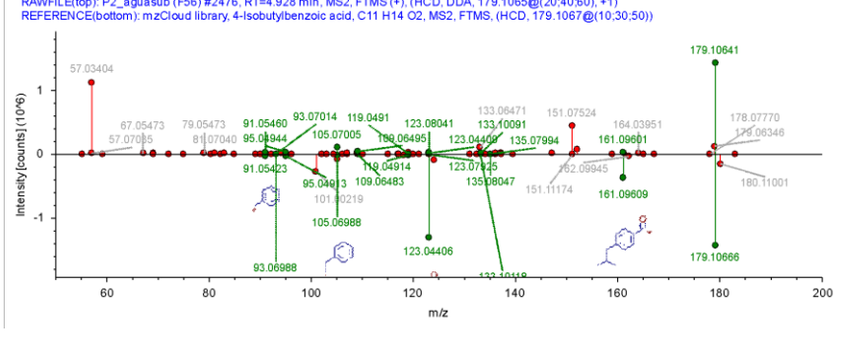
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

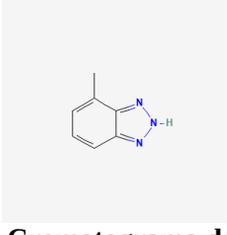


Espectro de massas de fragmentação

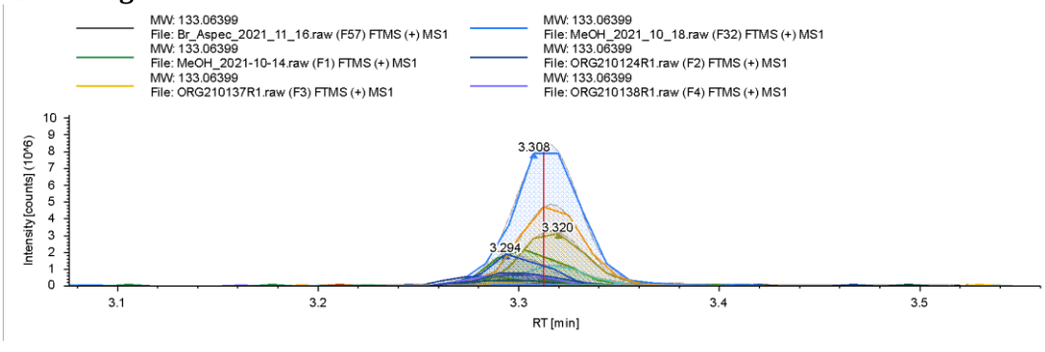


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

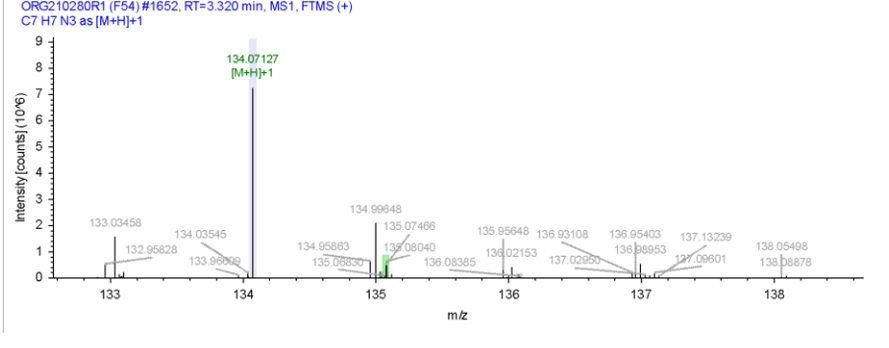
Composto: 4-Metilbenzotriazol
Classe: Derivado de benzotriazol utilizado como inibidor de corrisão.
Fórmula molecular: $C_7H_7N_3$
Estrutura química



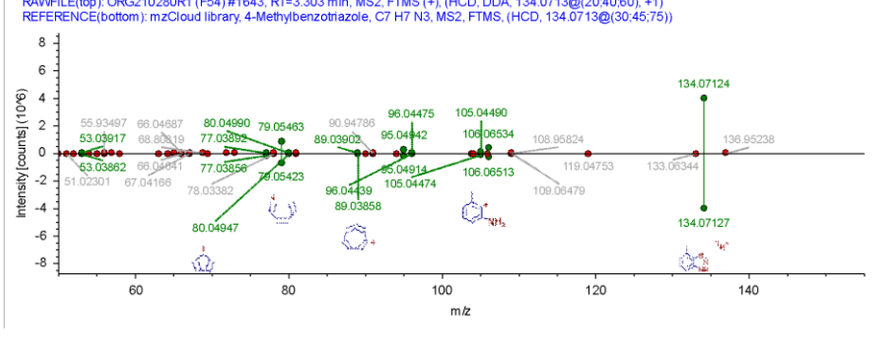
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

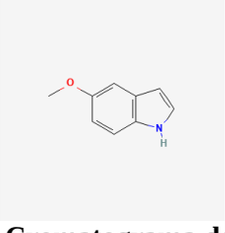


Espectro de massas de fragmentação

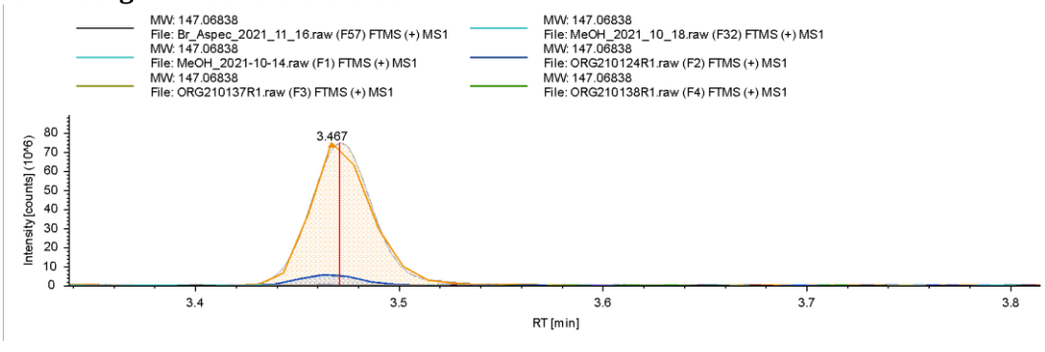


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

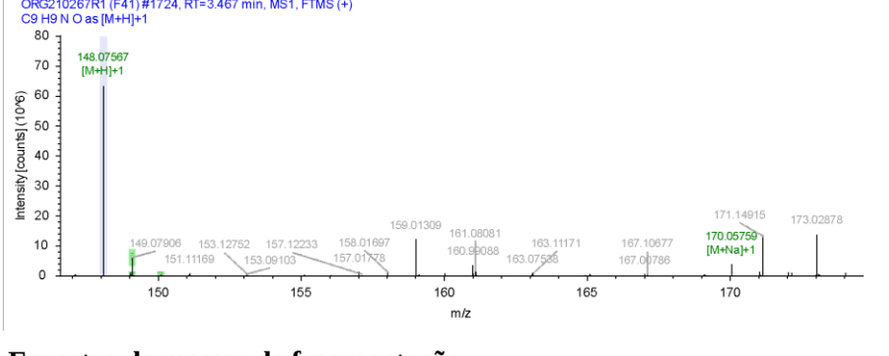
Composto: 5-Metoxindol
Classe: Composto da classe dos indois.
Fórmula molecular: C_9H_9NO
Estrutura química



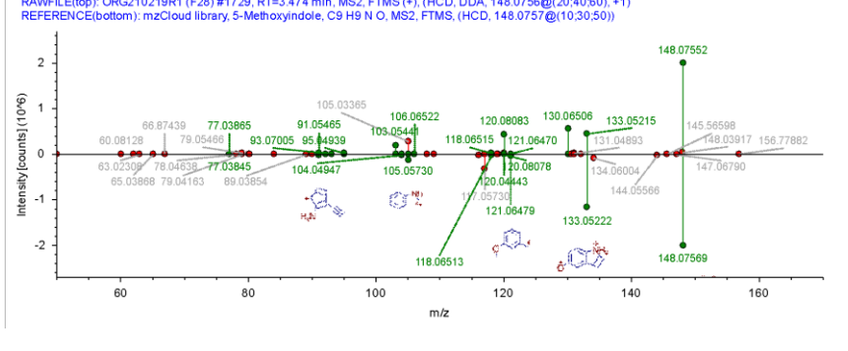
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

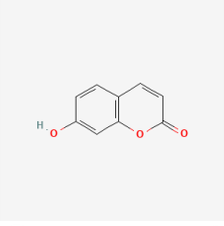


Espectro de massas de fragmentação

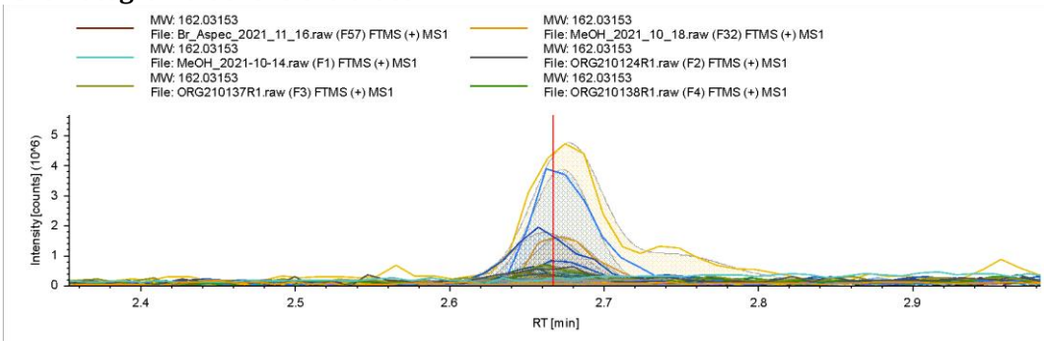


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

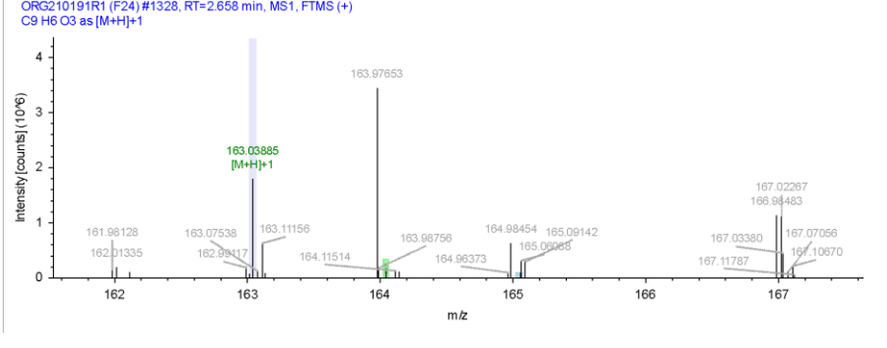
Composto: 7-Hidroxicumarina (Umfeliferona)
Classe: Metabólito primário de plantas e componente de alimentos.
Fórmula molecular: $C_9H_6O_3$
Estrutura química



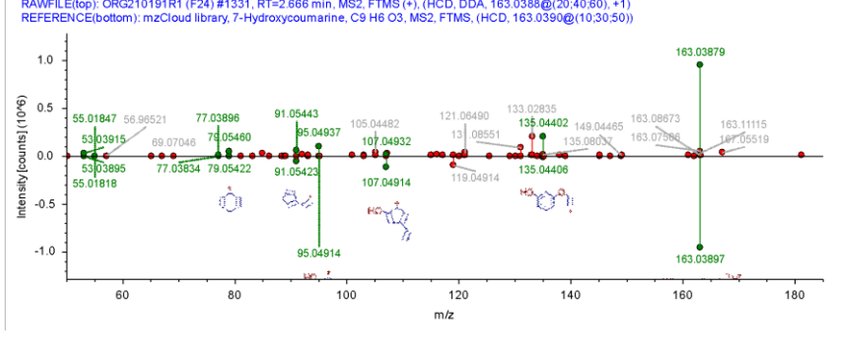
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

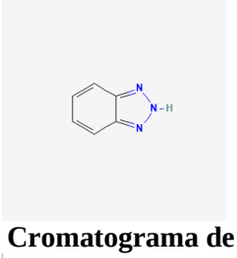


Espectro de massas de fragmentação

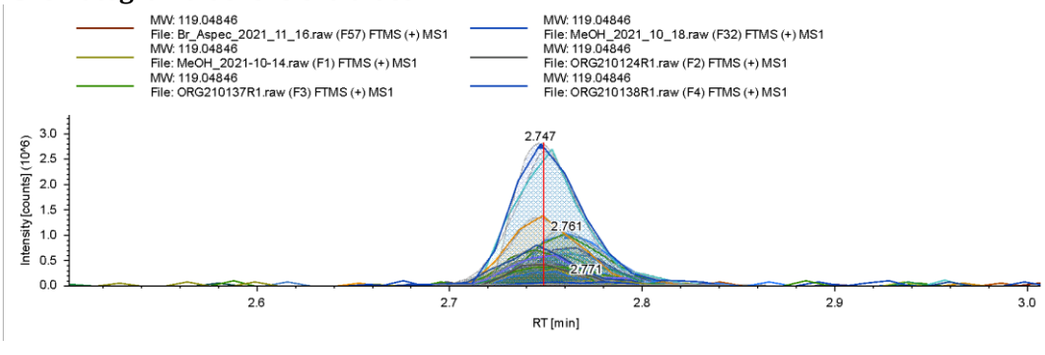


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

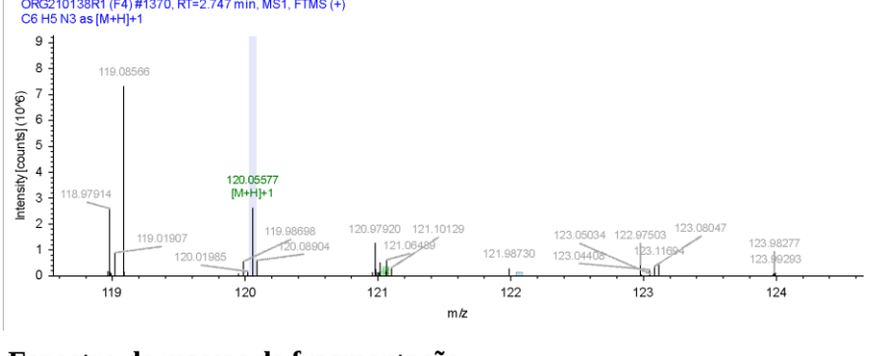
Composto: Benzotriazol
Classe: Inibidor de corrosão para cobre e ligas de cobre, amplamente utilizado em indústrias.
Fórmula molecular: $C_6H_5N_3$
Estrutura química



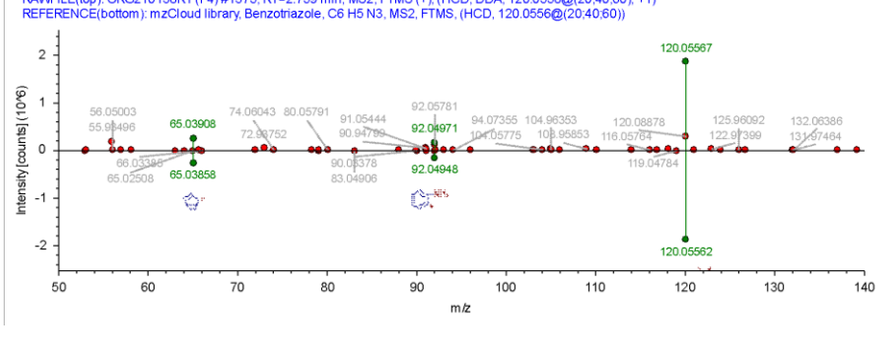
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

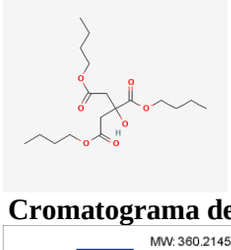


Espectro de massas de fragmentação

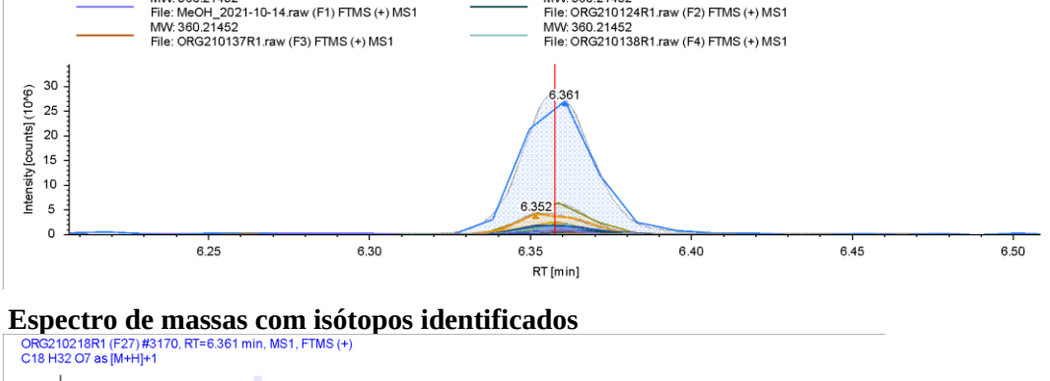


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

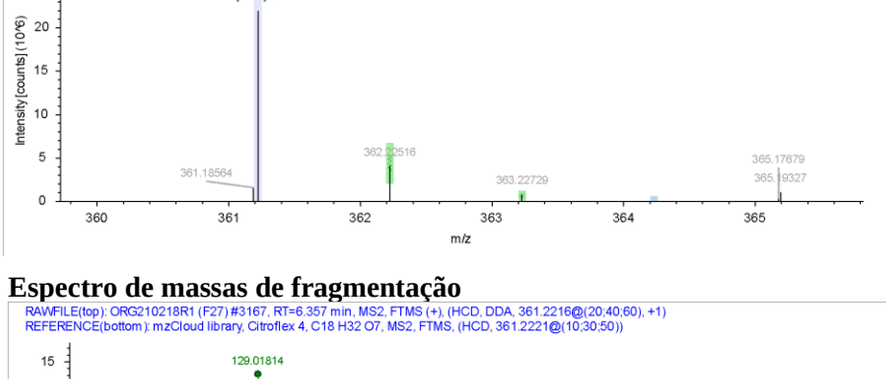
Composto: Tributilcitrato (Ciproflex 4)
Classe: Composto utilizado como aditivo de alimentos e do revestimento de fármacos. Plastificante do PVC e de outros plásticos similares.
Fórmula molecular: $C_{18}H_{32}O_7$
Estrutura química



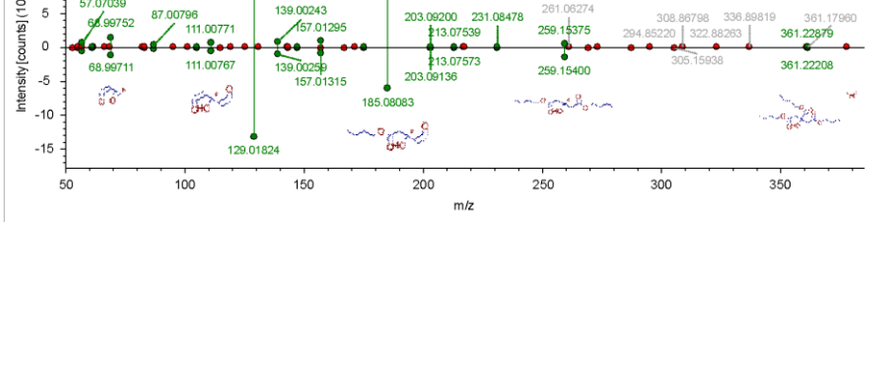
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

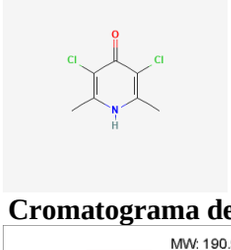


Espectro de massas de fragmentação

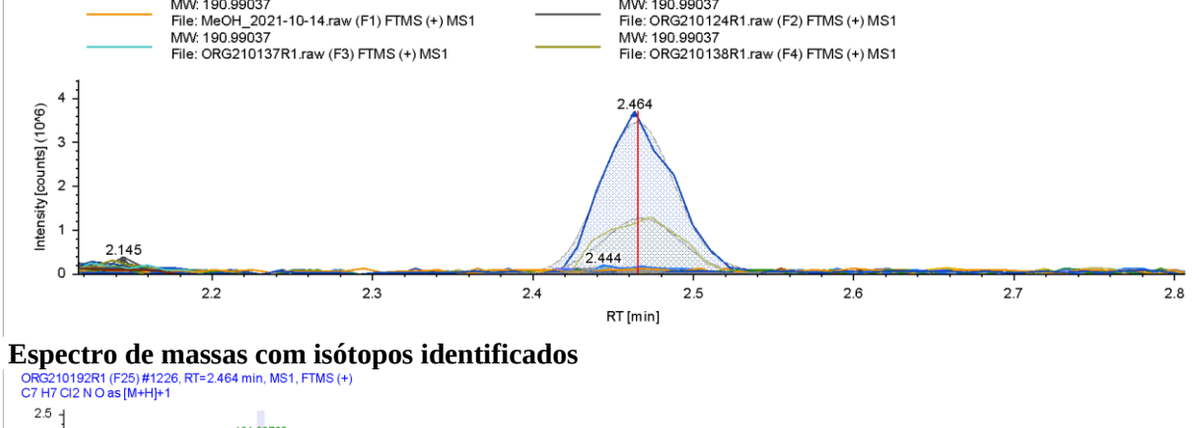


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

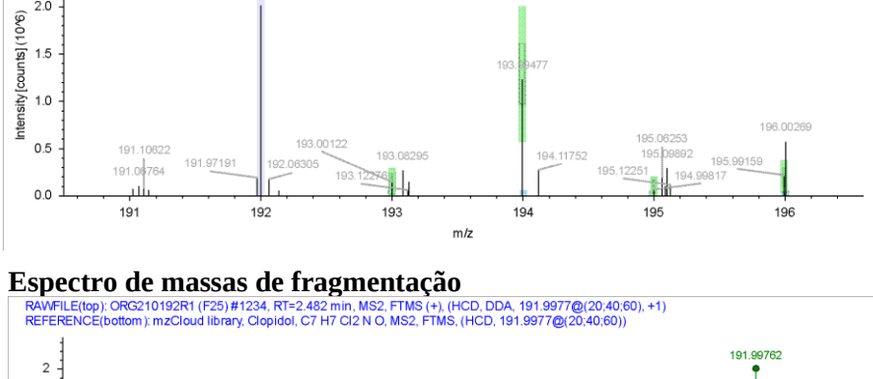
Composto: Clopidol
Classe: Composto utilizado em medicamento veterinário contra o crescimento de parasitas patogênicos.
Fórmula molecular: $C_7H_7Cl_2NO$
Estrutura química



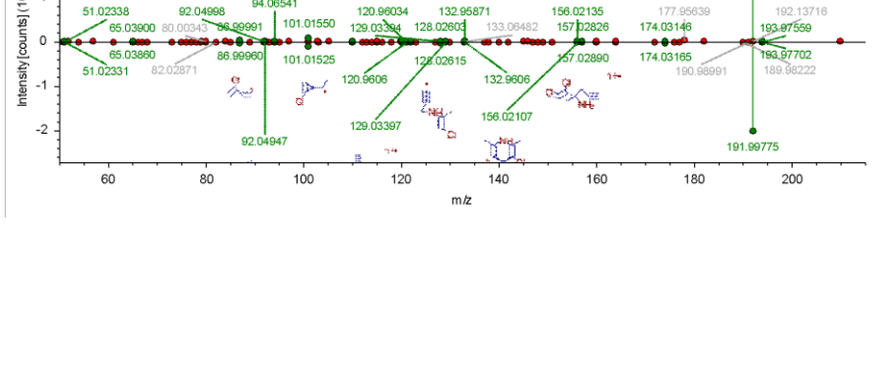
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

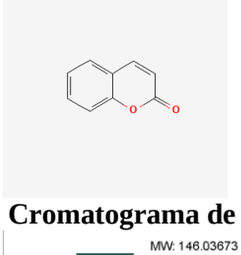


Espectro de massas de fragmentação

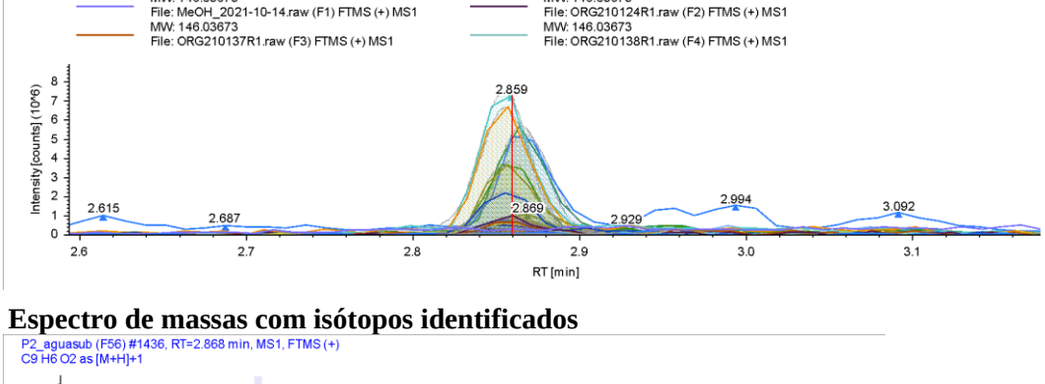


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

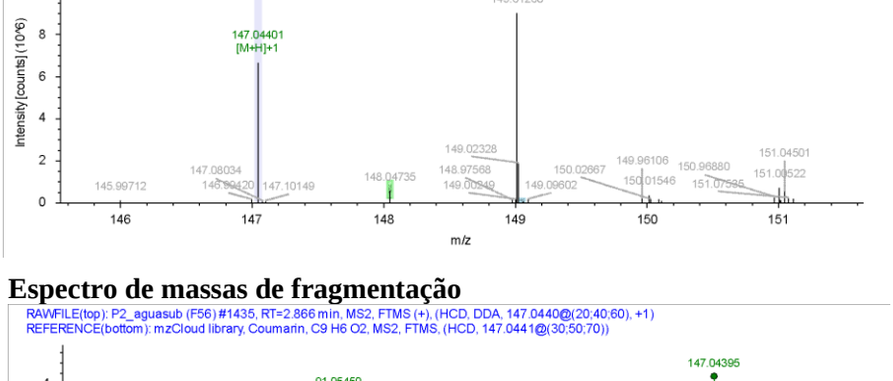
Composto: Cumarina
Classe: Metabólito encontrado naturalmente em diversos tipos de plantas.
Fórmula molecular: $C_9H_6O_2$
Estrutura química



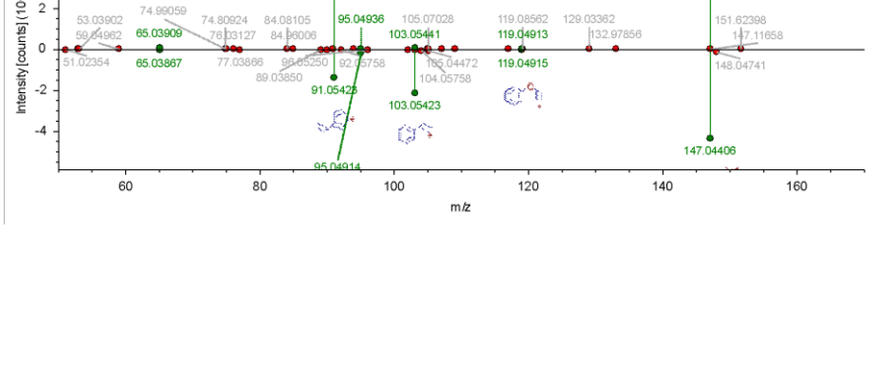
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

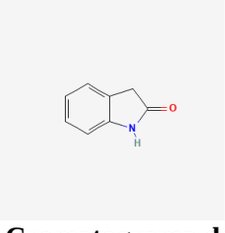


Espectro de massas de fragmentação

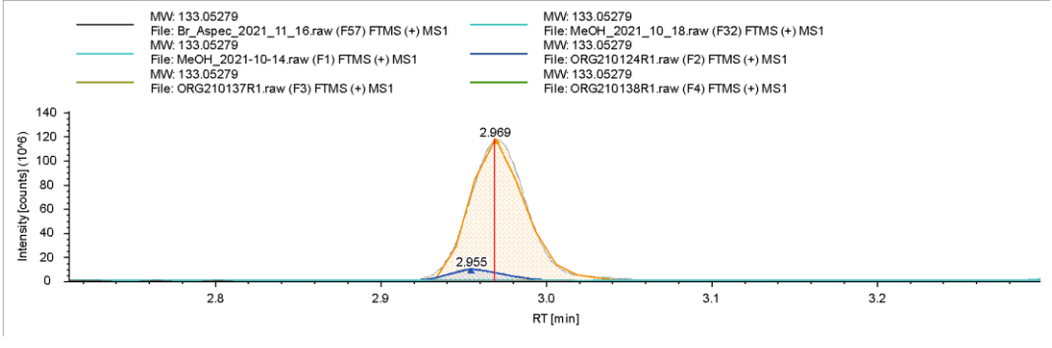


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

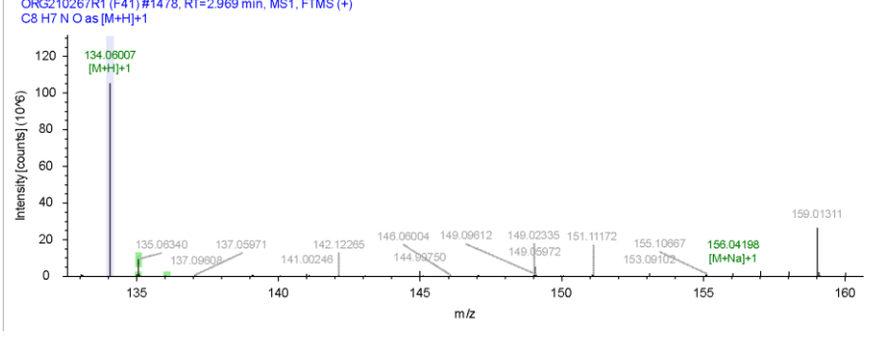
Composto: 2-Oxindole
Classe: Metabólito produzido por bactérias a partir do aminoácido triptofano. Presente em fezes humanas e em algumas plantas.
Fórmula molecular: C_8H_7NO
Estrutura química



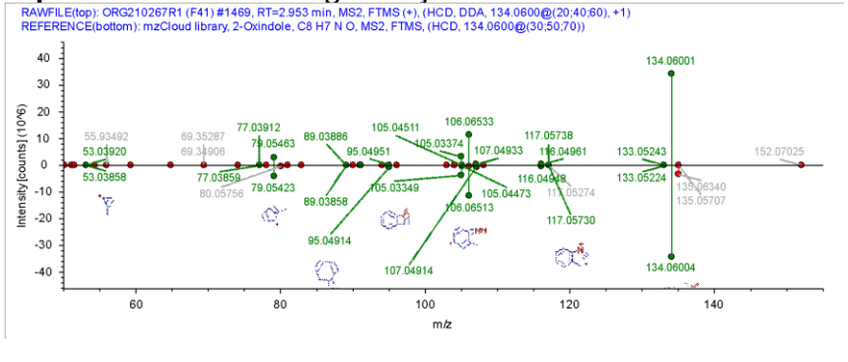
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

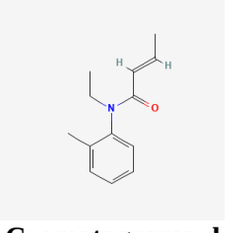


Espectro de massas de fragmentação

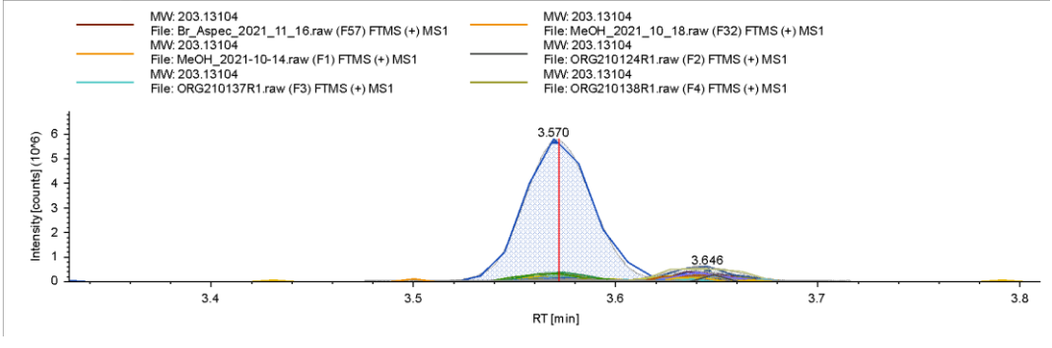


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

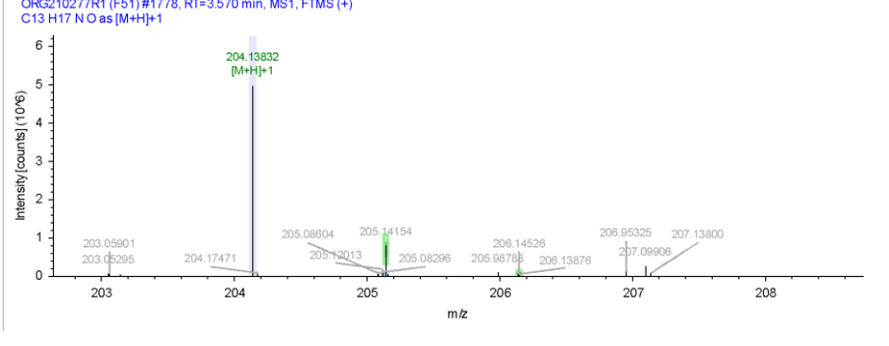
Composto: Crotamiton
Classe: Acaricida utilizado no tratamento de sarna no alívio de coceiras, disponível na forma de creme ou loção.
Fórmula molecular: $C_{13}H_{17}NO$
Estrutura química



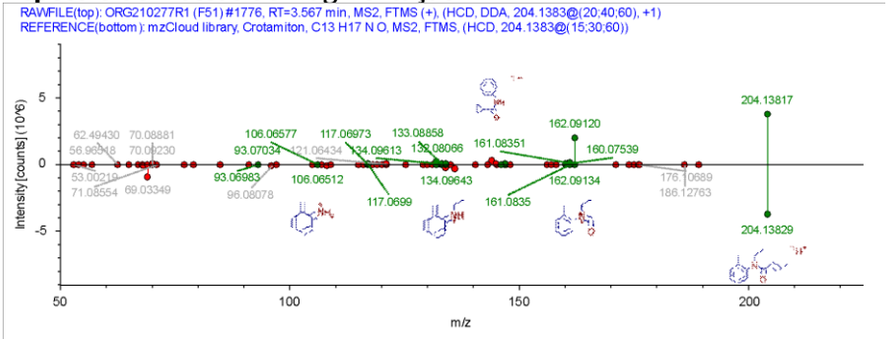
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

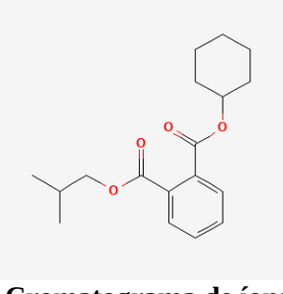


Espectro de massas de fragmentação

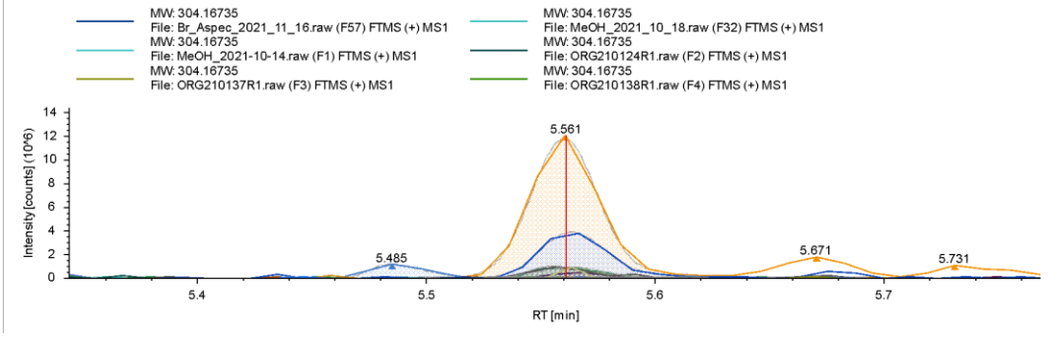


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

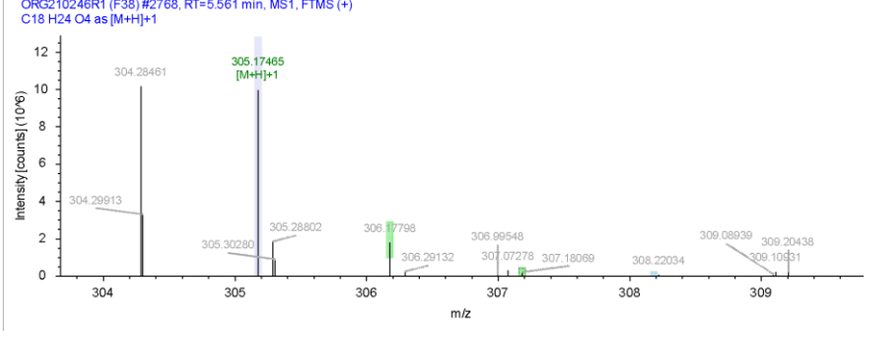
Composto: Ftalato de cicloexila isobutila
Classe: Composto da classe dos ftalatos, que são utilizados na produção de plásticos.
Fórmula molecular: $C_{18}H_{24}O_4$
Estrutura química



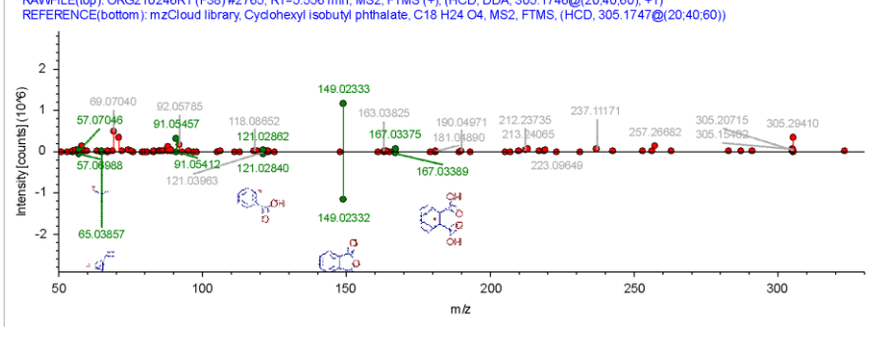
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

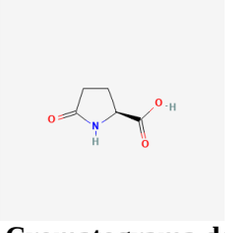


Espectro de massas de fragmentação

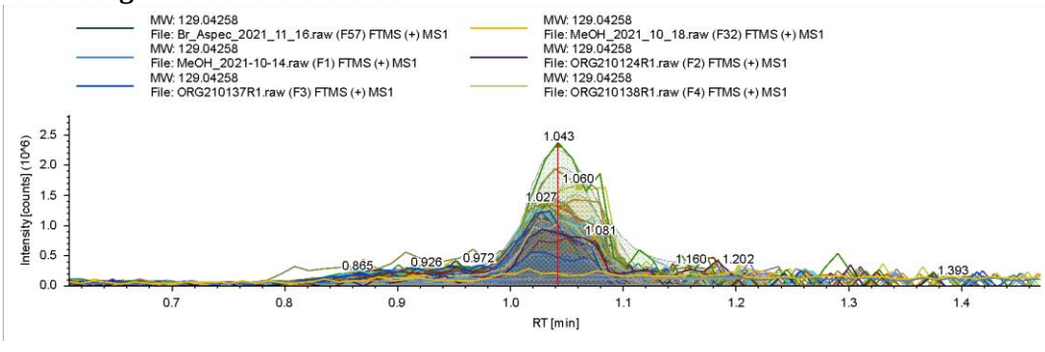


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

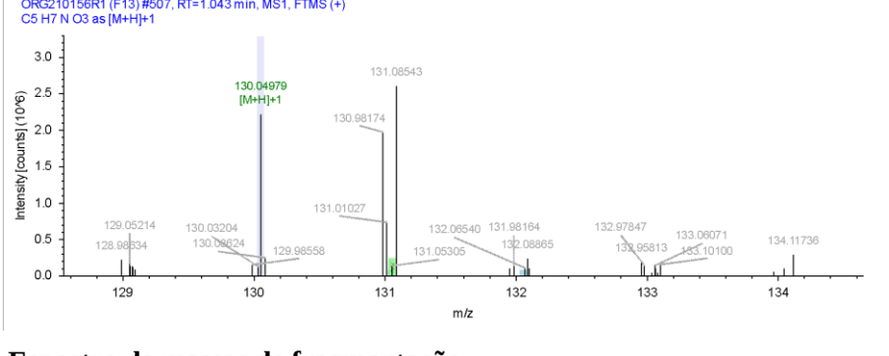
Composto: Ácido piroglutâmico
Classe: Metabólito endógeno da classe dos derivados de aminoácidos.
Fórmula molecular: $C_5H_7NO_3$
Estrutura química



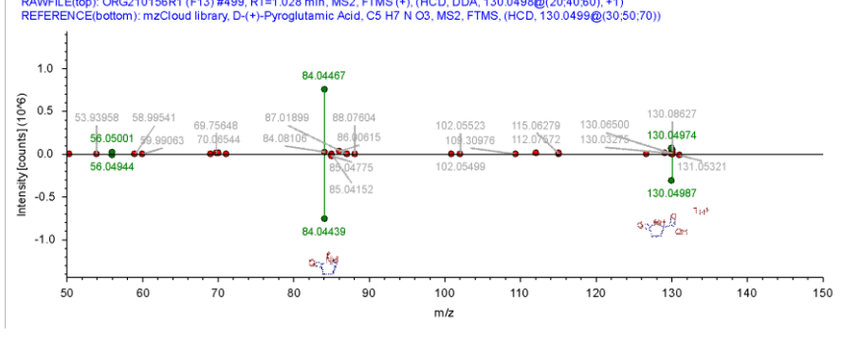
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

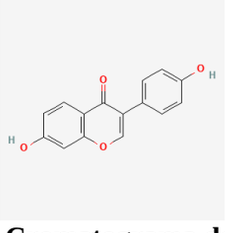


Espectro de massas de fragmentação

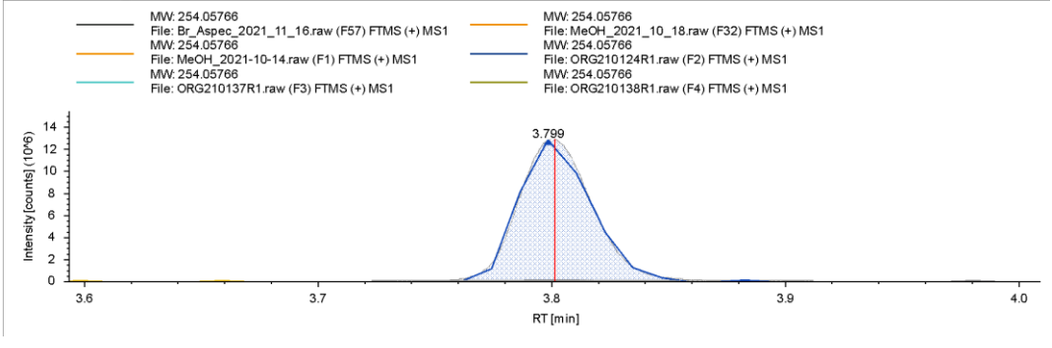


Número do documento: 22072121082828300009553475699
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082828300009553475699
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

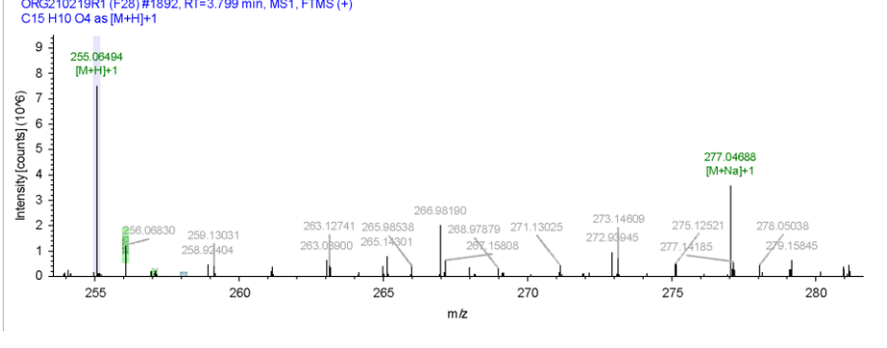
Composto: Daidzein
Classe: Metabólito endógeno encontrado em algumas plantas, com ação antioxidante e fitoestrogênica.
Fórmula molecular: $C_{15}H_{10}O_4$
Estrutura química



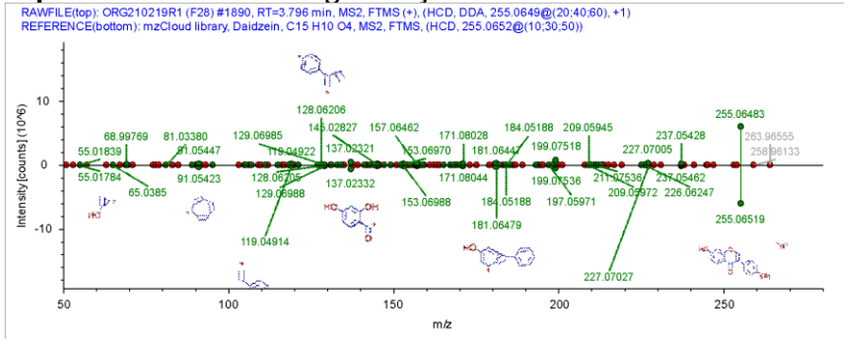
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

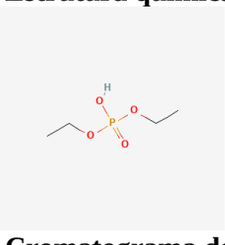


Espectro de massas de fragmentação

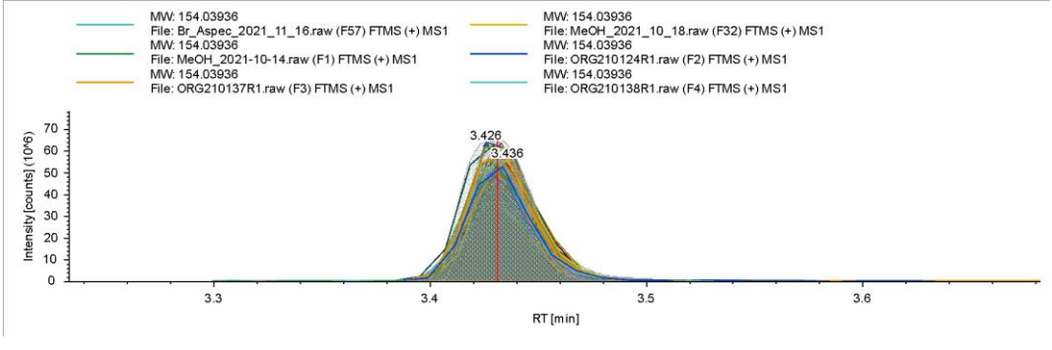


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

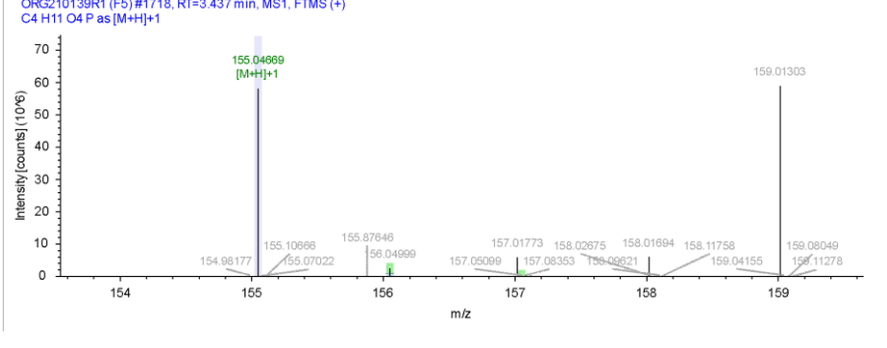
Composto: Dietilfosfato
Classe: Metabólito da classe dos dialquil fosfatos, que está presente em todos os organismo vivos.
Fórmula molecular: $C_4H_{11}O_4P$
Estrutura química



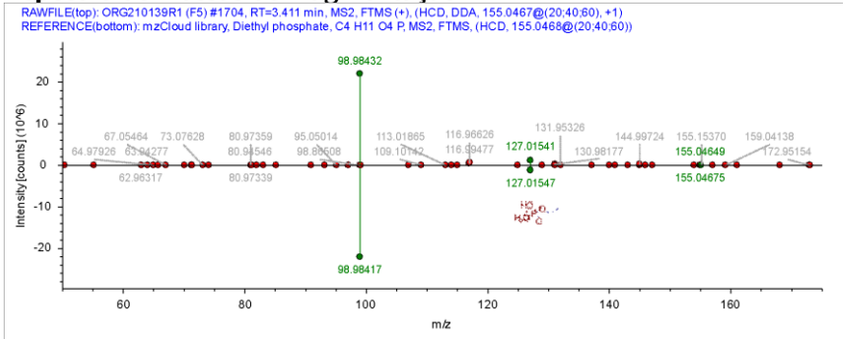
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

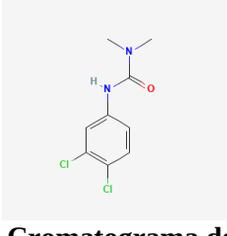


Espectro de massas de fragmentação

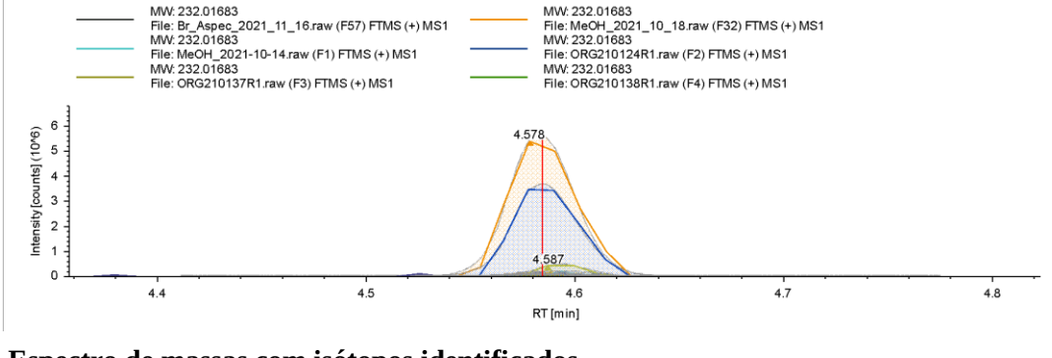


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

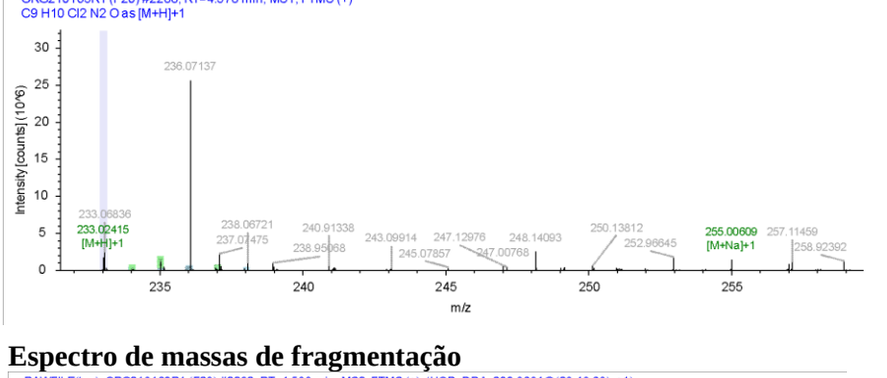
Composto: Diuron
Classe: Algicida e herbicida que age por inibição da fotossíntese.
Fórmula molecular: $C_9H_{10}Cl_2N_2O$
Estrutura química



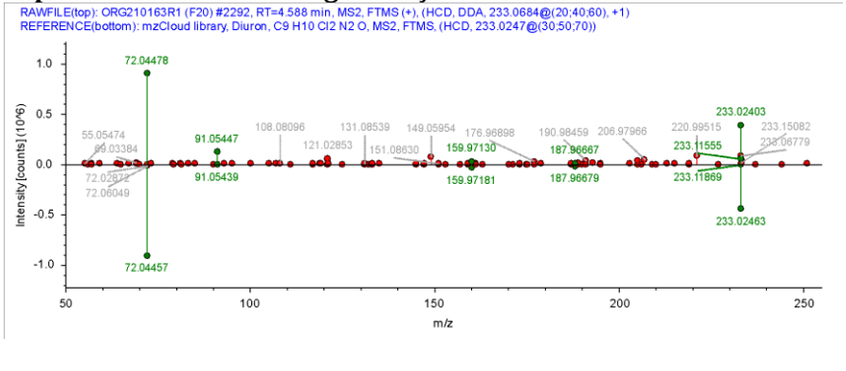
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

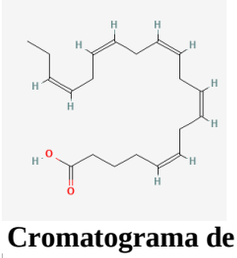


Espectro de massas de fragmentação

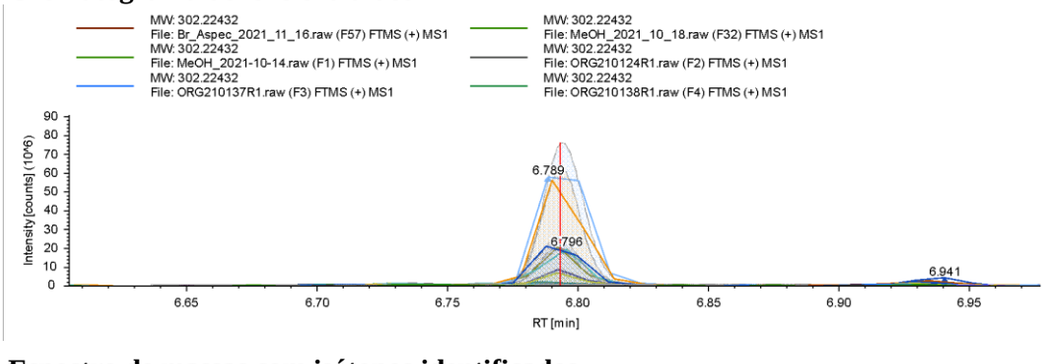


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

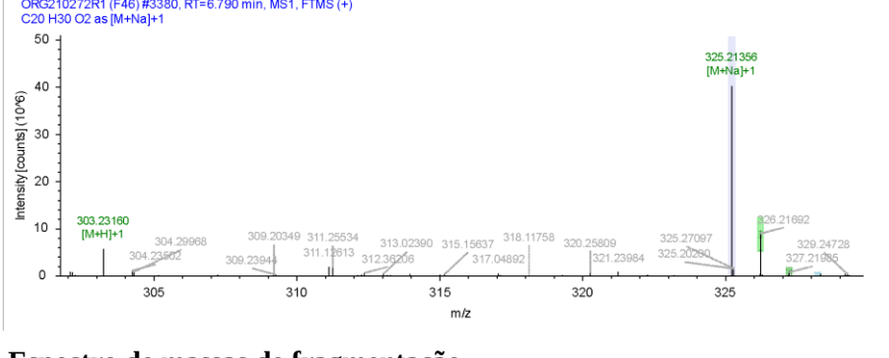
Composto: Ácido eicosapentanoico
Classe: Ácido graxo poliinsaturado encontrado em peixes e um dos constituintes do ômega-3.
Fórmula molecular: $C_{20}H_{30}O_2$
Estrutura química



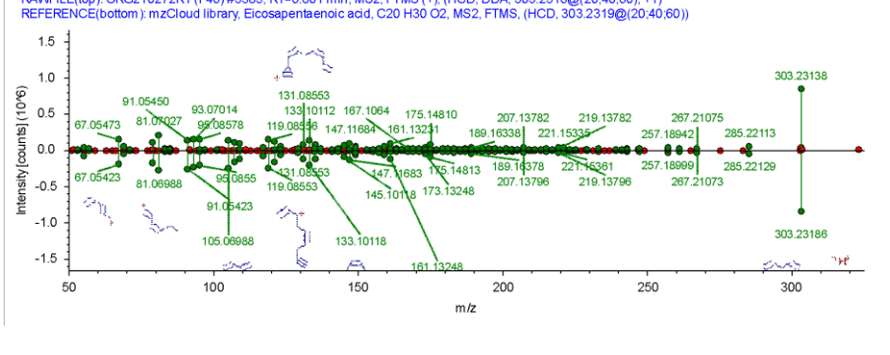
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

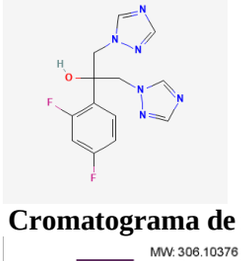


Espectro de massas de fragmentação

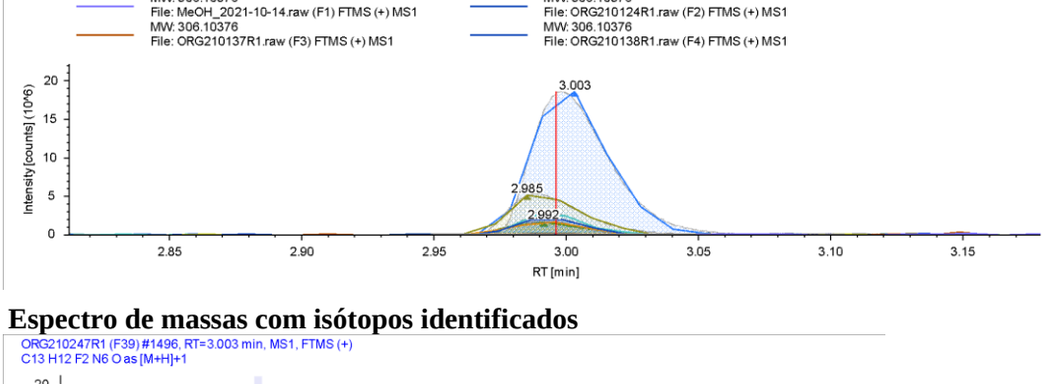


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

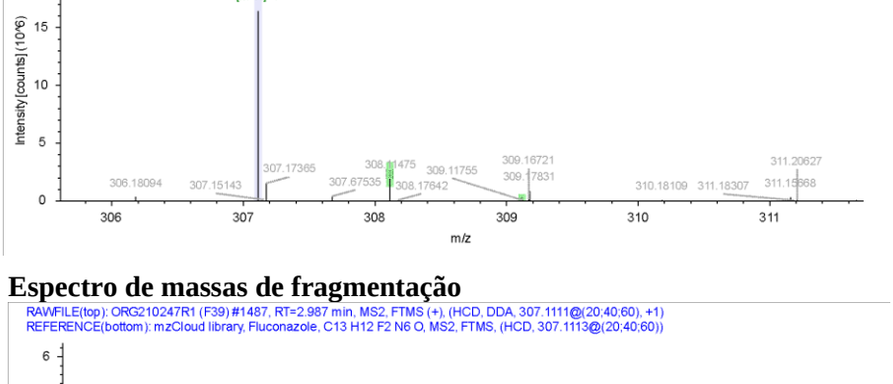
Composto: Fluconazol
Classe: Medicamento antifúngico da classe dos triazois.
Fórmula molecular: $C_{13}H_{12}F_2N_6O$
Estrutura química



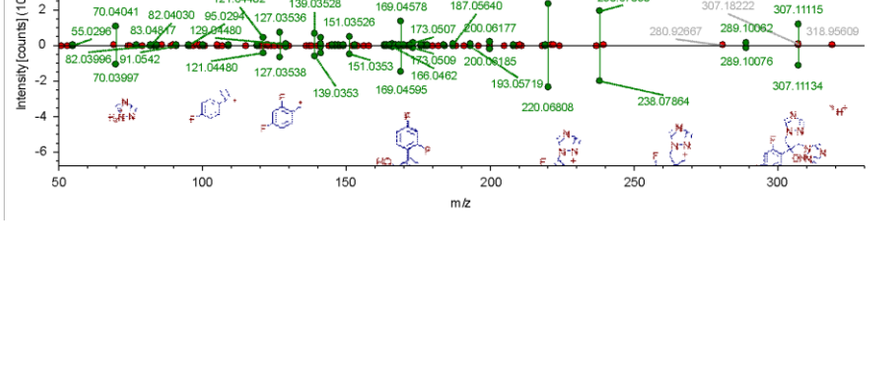
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

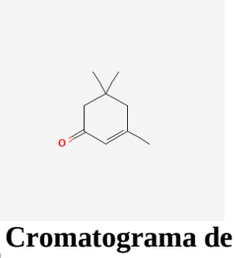


Espectro de massas de fragmentação

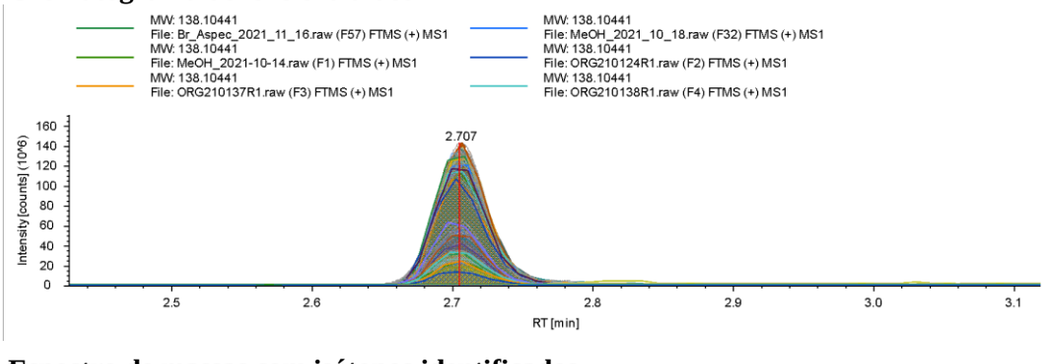


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

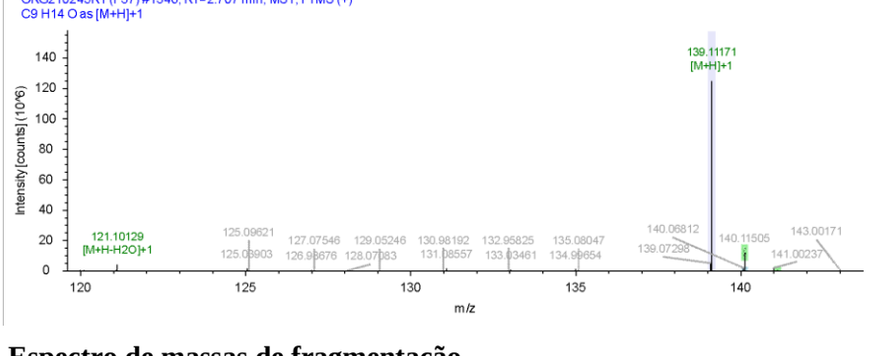
Composto: Isoforona
Classe: Metabólito secundário de plantas, pertencente à classe das cicloexanonas.
Fórmula molecular: $C_9H_{14}O$
Estrutura química



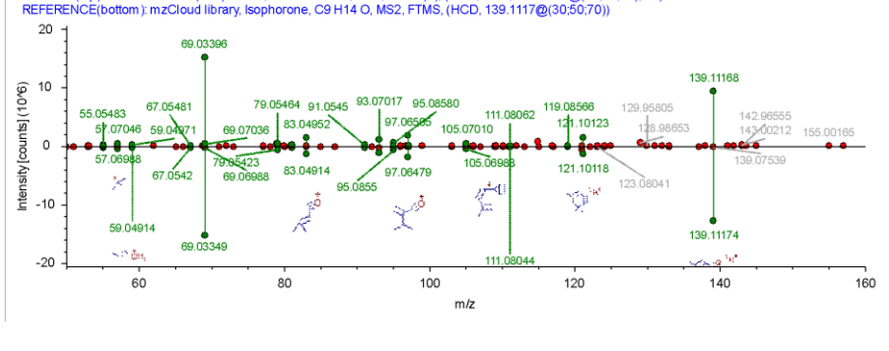
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

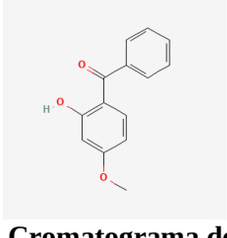


Espectro de massas de fragmentação

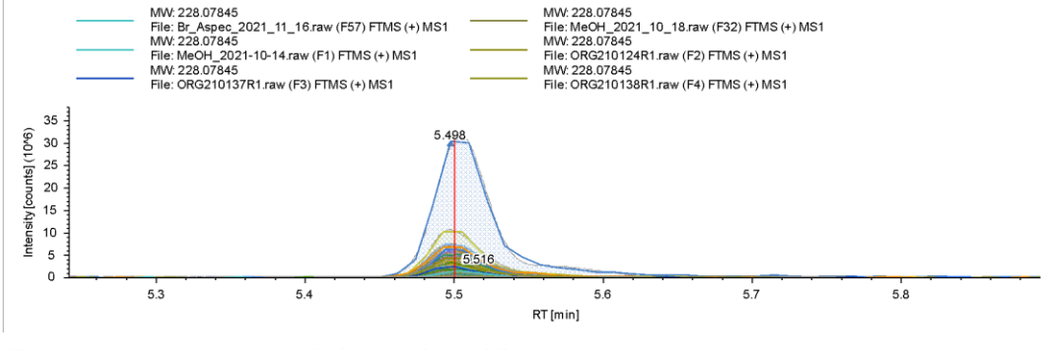


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

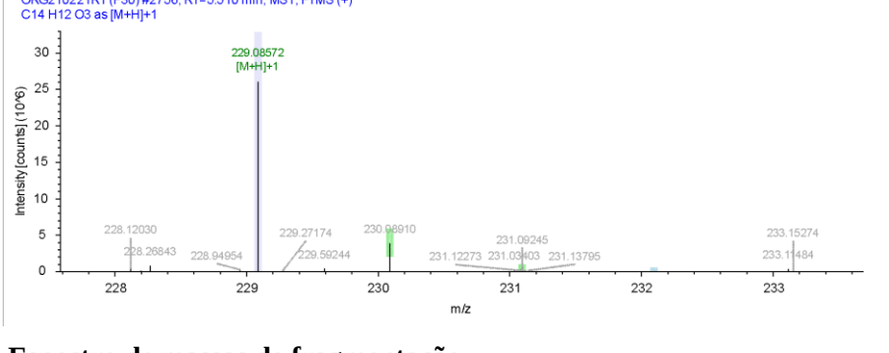
Composto: Oxibenzona
Classe: Derivativo da benzofenona utilizado em protetores solares e outros cosméticos.
Fórmula molecular: $C_{14}H_{12}O_3$
Estrutura química



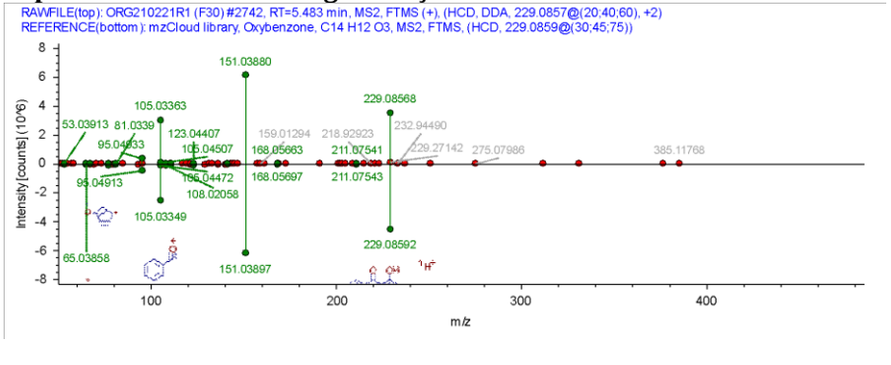
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

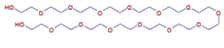


Espectro de massas de fragmentação

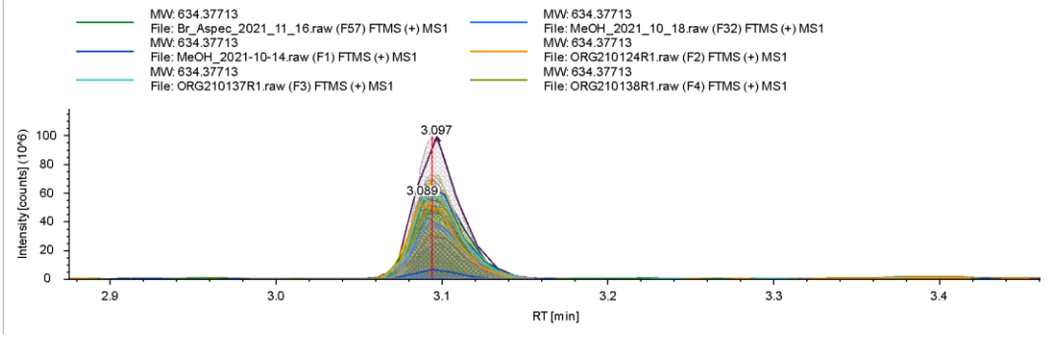


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

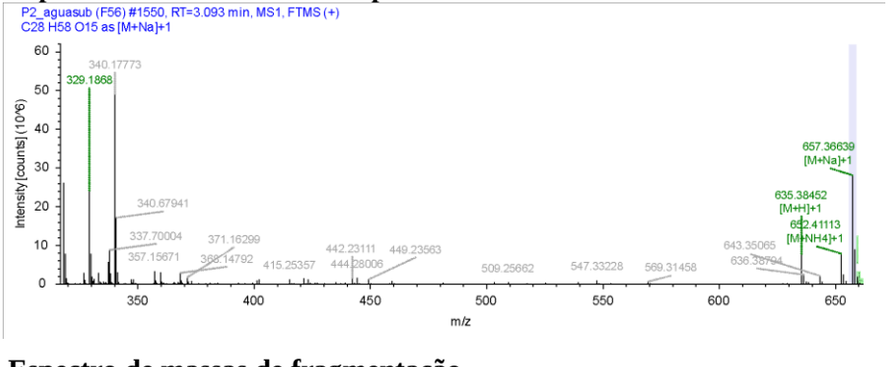
Composto: PEG no. 14
Classe: Polímero presente em cosméticos e produtos de higiene pessoal.
Fórmula molecular: $C_{28}H_{58}O_{15}$
Estrutura química



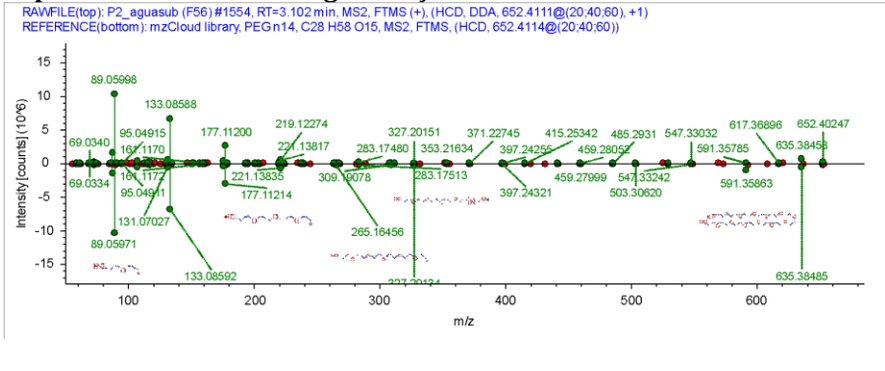
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados



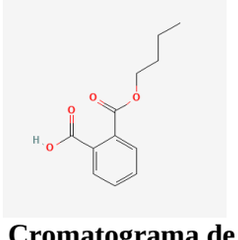
Espectro de massas de fragmentação



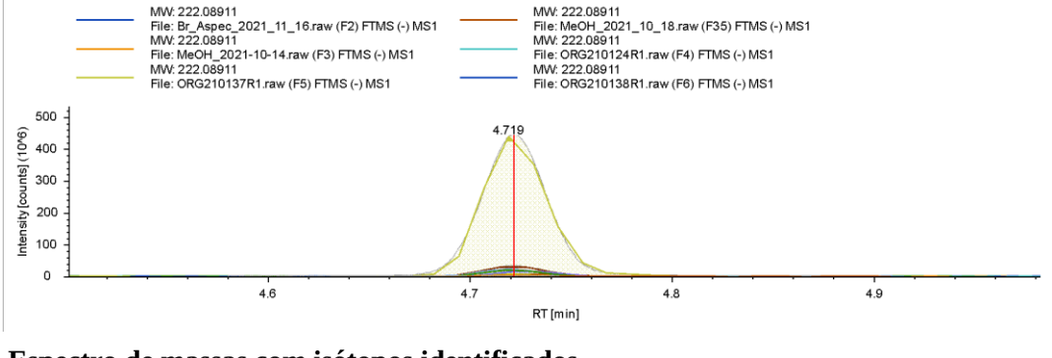
Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

COMPOSTOS CARACTERIZADOS POR ANÁLISES NA POLARIDADE NEGATIVA.

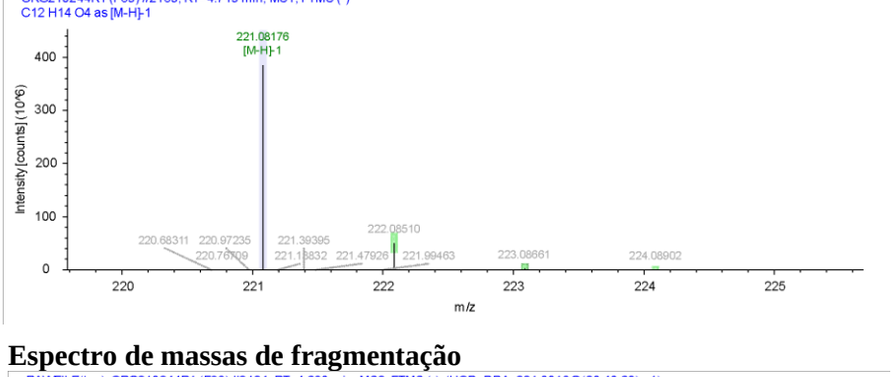
Composto: Monobutil ftalato
Classe: Metabólito do dibutil ftalato, que é um plastificante presente em diversos produtos de uso comum.
Fórmula molecular: $C_{12}H_{14}O_4$
Estrutura química



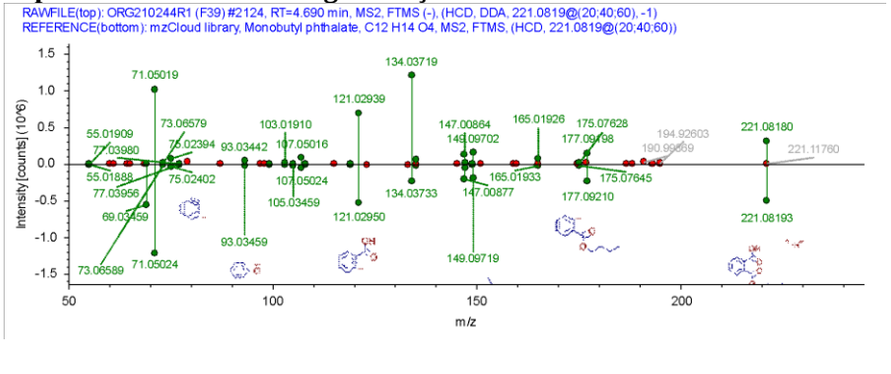
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

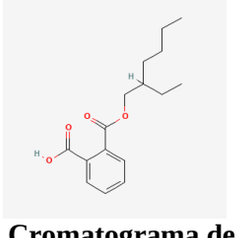


Espectro de massas de fragmentação

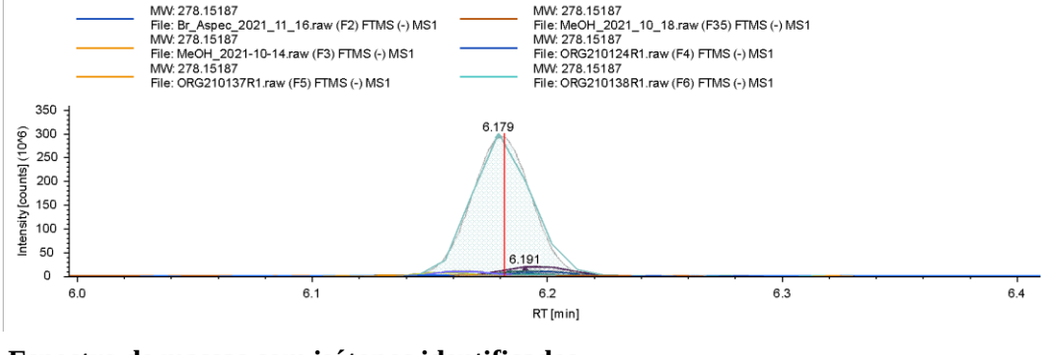


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

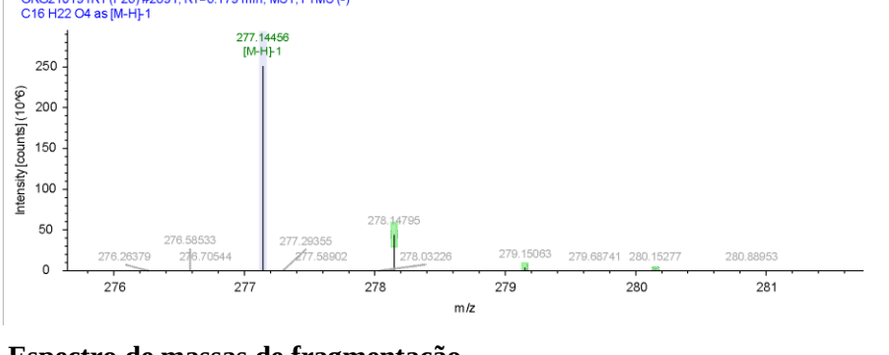
Composto: Mono(2-etilexil) ftalato (MEHP)
Classe: Metabólito do di(2-etilexil) ftalato, que é um plastificante presente em diversos produtos de uso comum.
Fórmula molecular: $C_{16}H_{22}O_4$
Estrutura química



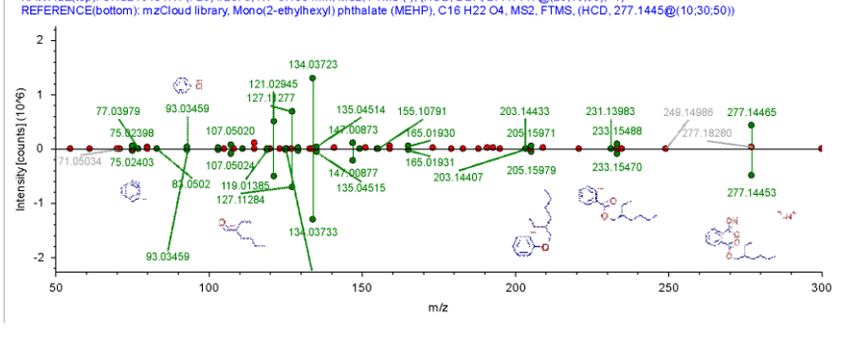
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

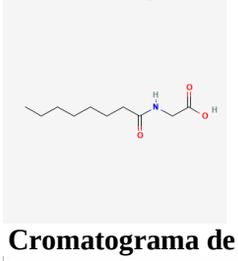


Espectro de massas de fragmentação

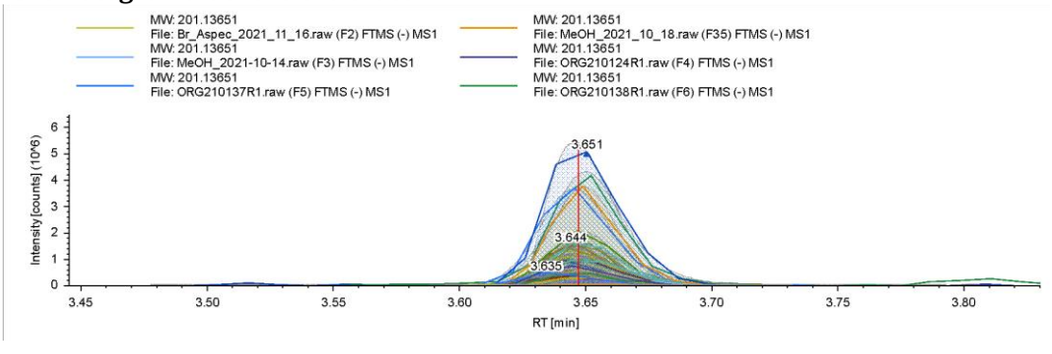


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

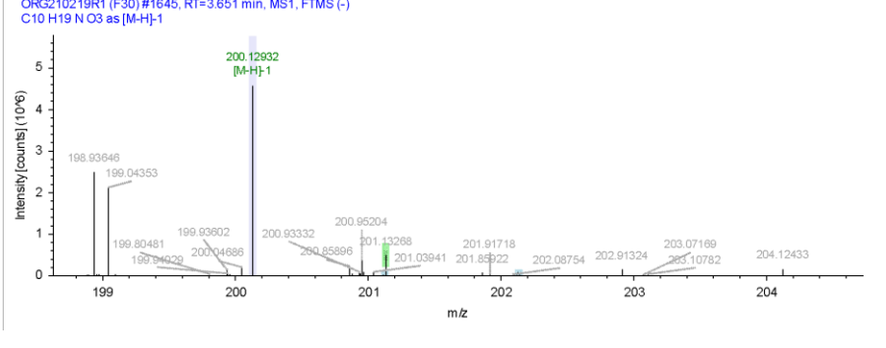
Composto: Capriloil glicina
Classe: Metabólito endógeno da classe das acilglicinas. Comumente utilizado como ingrediente de cosméticos, com função condicionante ou surfactante.
Fórmula molecular: $C_{10}H_{19}NO_3$
Estrutura química



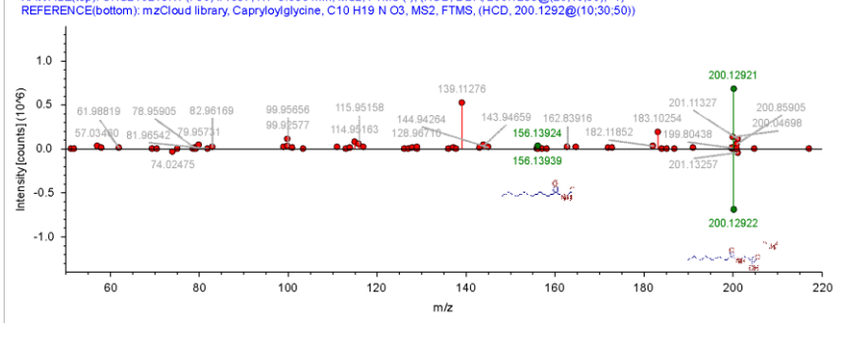
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

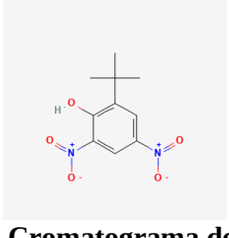


Espectro de massas de fragmentação

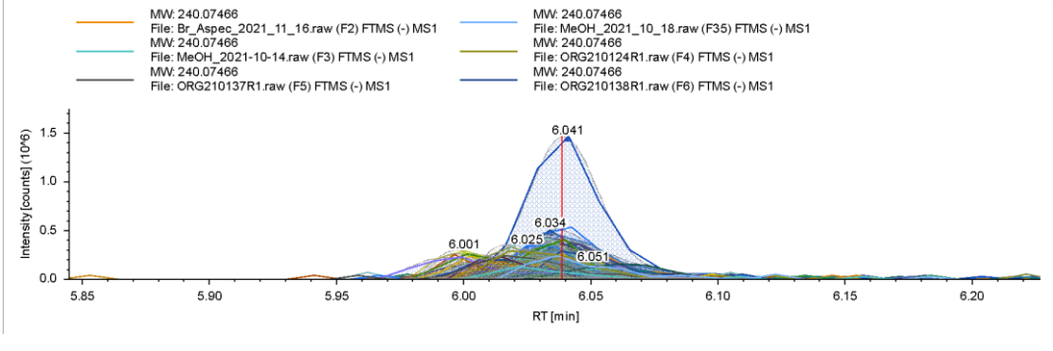


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

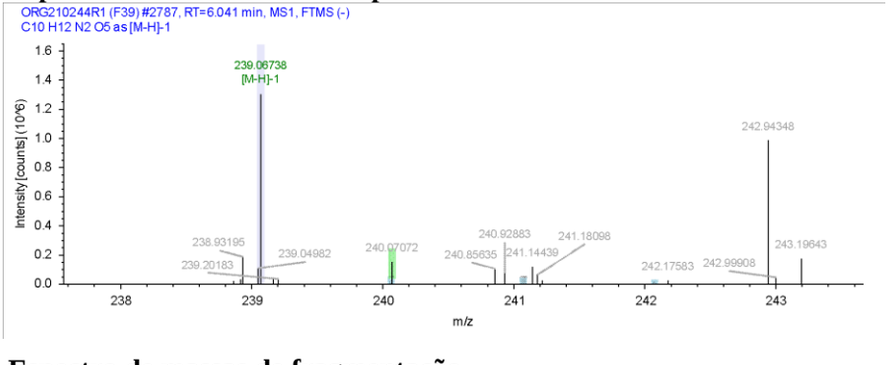
Composto: Dinoterb
Classe: Composto utilizado como herbicida e raticida.
Fórmula molecular: $C_{10}H_{12}N_2O_5$
Estrutura química



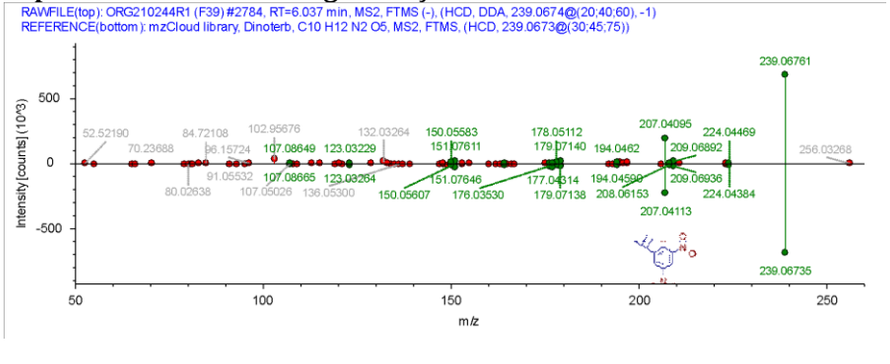
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

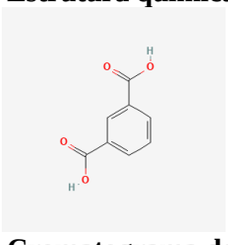


Espectro de massas de fragmentação

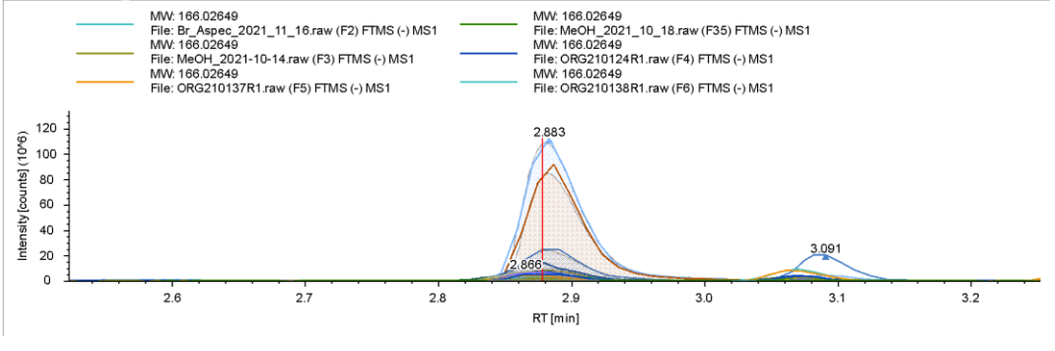


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

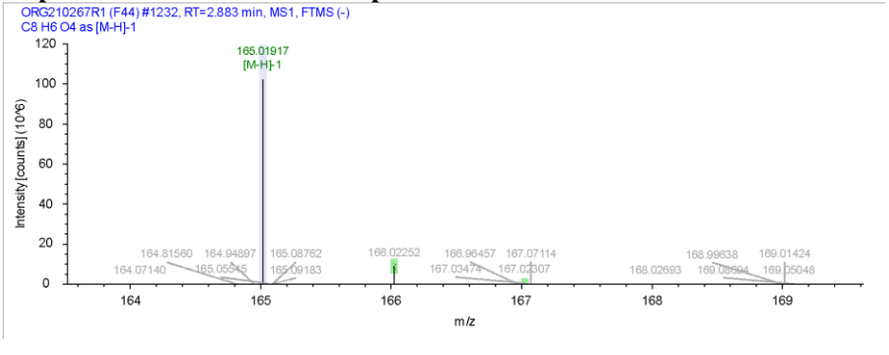
Composto: Ácido isoftálico
Classe: Composto utilizado industrialmente na produção do polímero PET e de outros tipos de resinas.
Fórmula molecular: $C_8H_6O_4$
Estrutura química



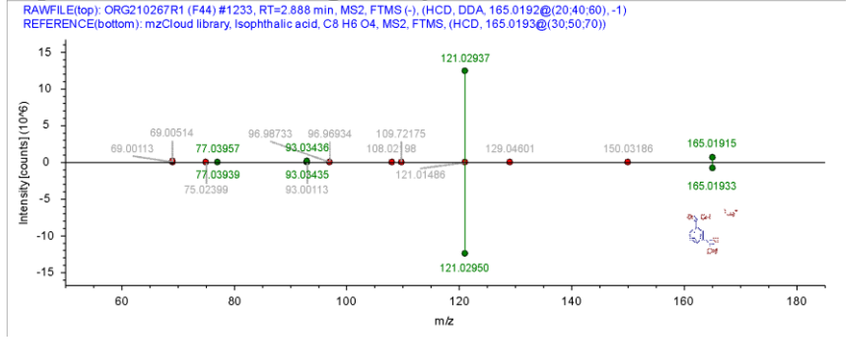
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

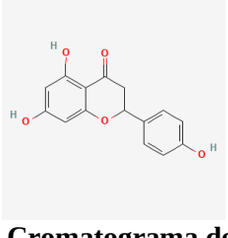


Espectro de massas de fragmentação

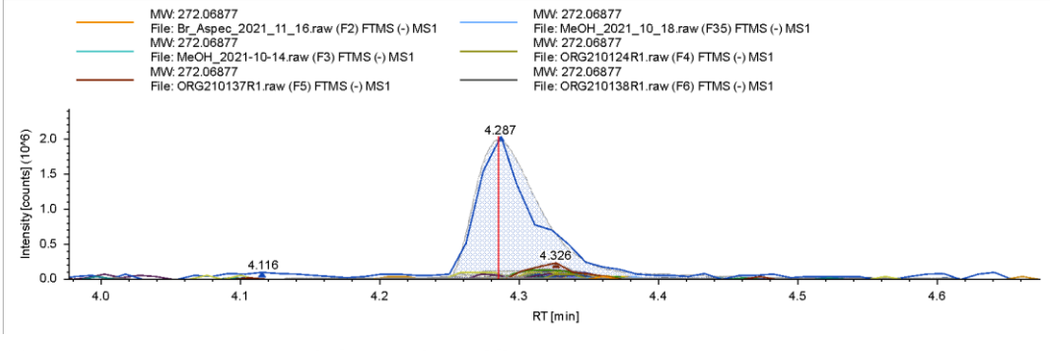


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

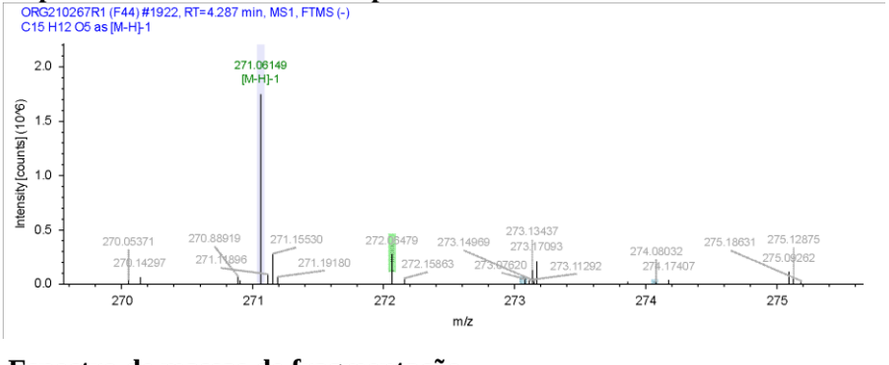
Composto: Naringenina
Classe: Composto da classe dos flavonoides encontrado em diversas frutas e ervas.
Fórmula molecular: $C_{15}H_{12}O_5$
Estrutura química



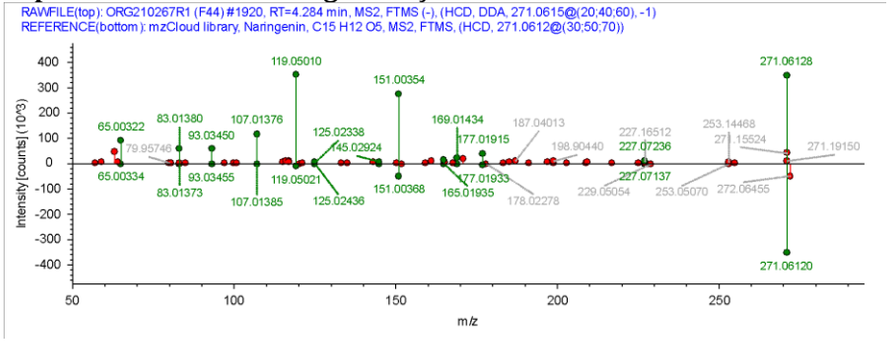
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

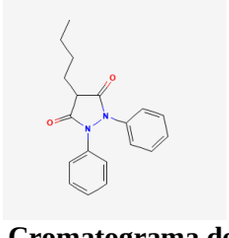


Espectro de massas de fragmentação

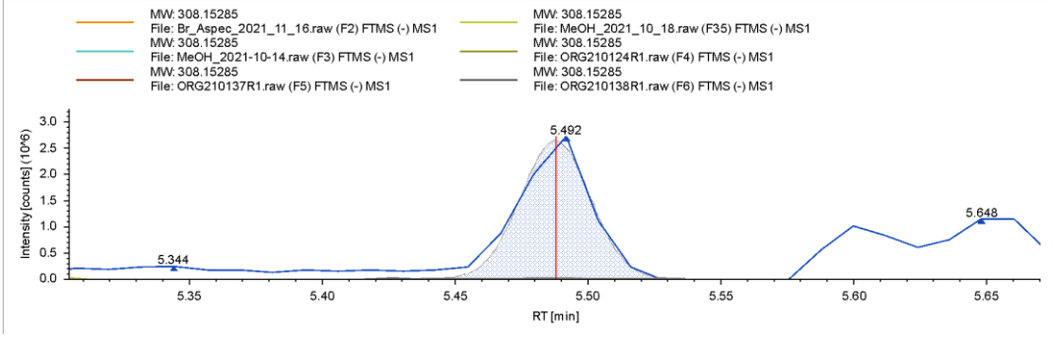


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

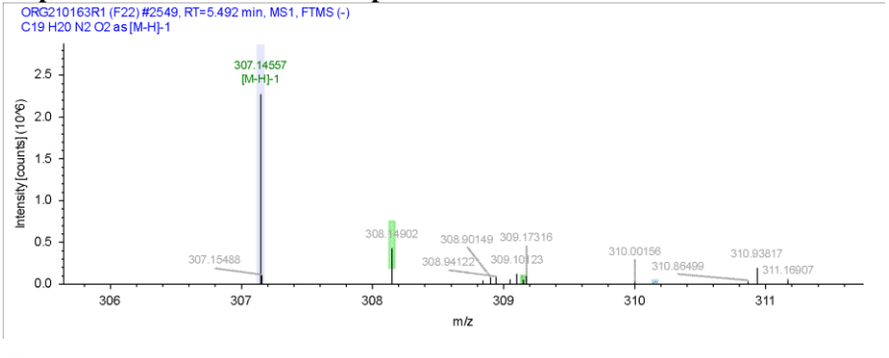
Composto: Fenilbutazona
Classe: Composto utilizado como antiinflamatório, antipirético e analgésico.
Fórmula molecular: $C_{19}H_{20}N_2O_2$
Estrutura química



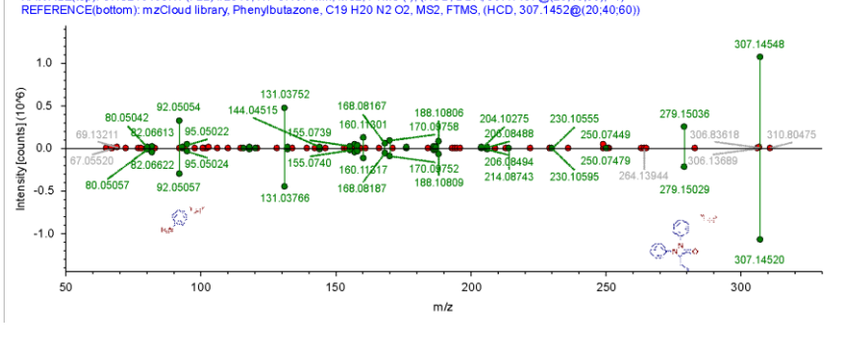
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

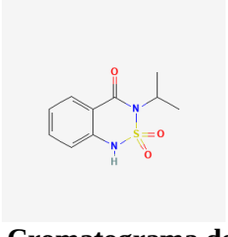


Espectro de massas de fragmentação

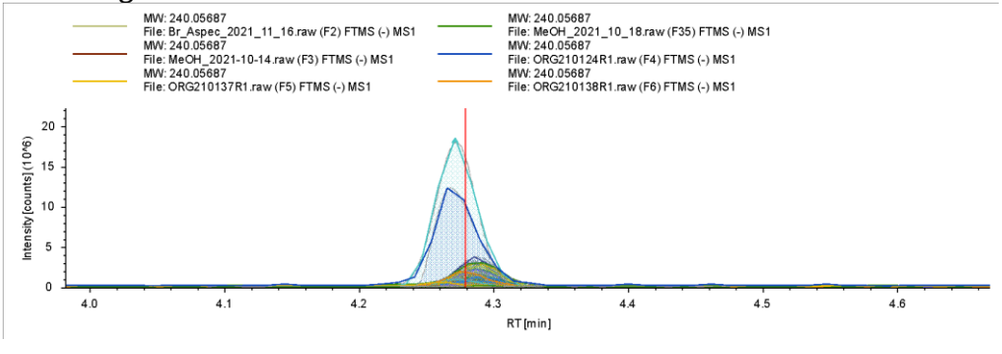


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

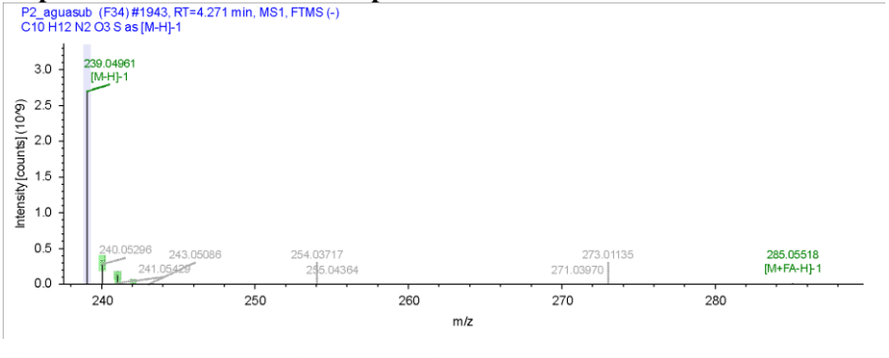
Composto: Bentazona
Classe: Herbicida da classe das tiadiazinas.
Fórmula molecular: $C_{10}H_{12}N_2O_3S$
Estrutura química



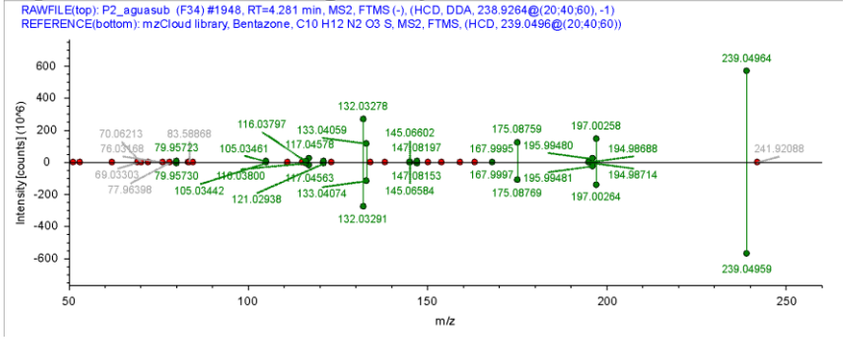
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

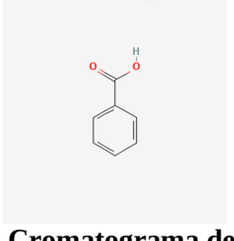


Espectro de massas de fragmentação

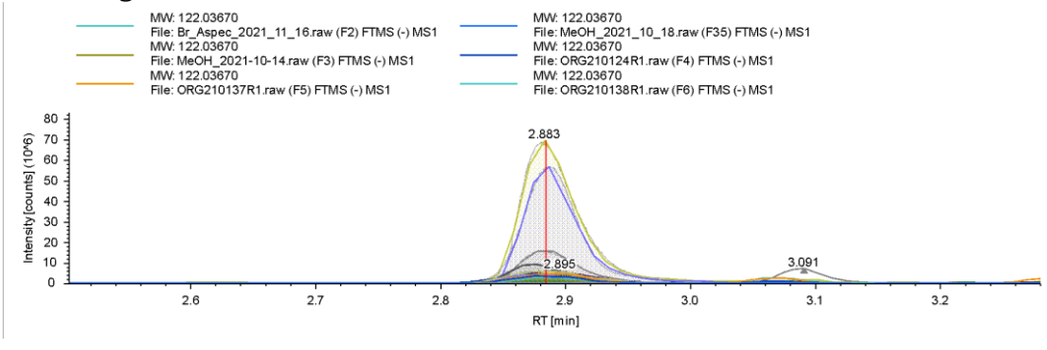


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

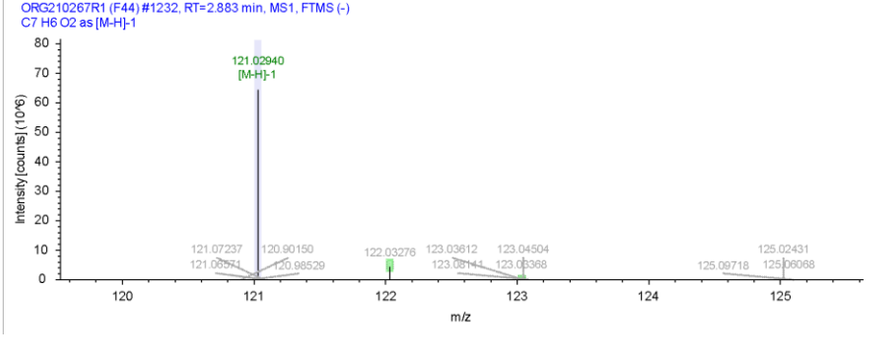
Composto: Ácido benzoico
Classe: Metabólito de diversas plantas. Aditivo alimentar com função de preservativo. Precursor da síntese industrial de várias substâncias.
Fórmula molecular: $C_7H_6O_2$
Estrutura química



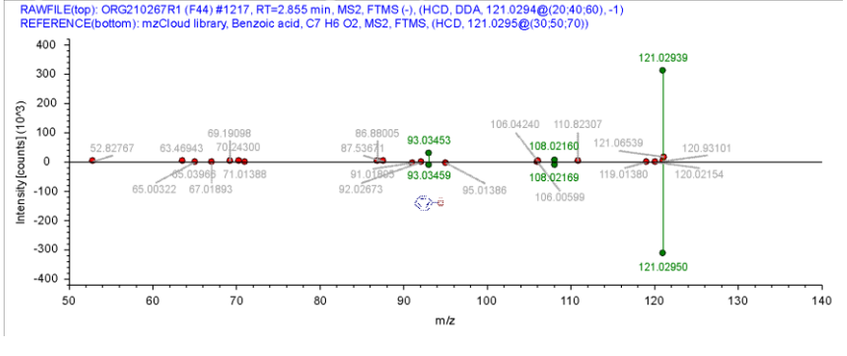
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

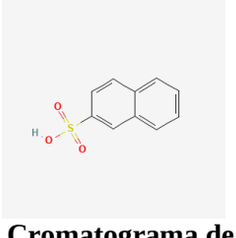


Espectro de massas de fragmentação

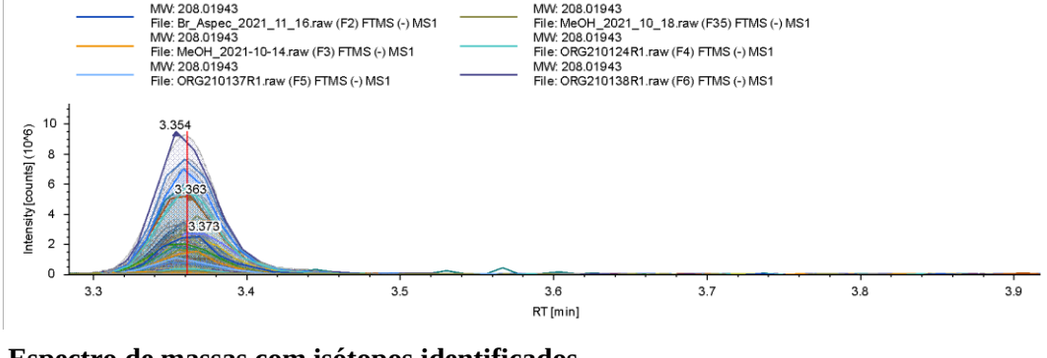


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

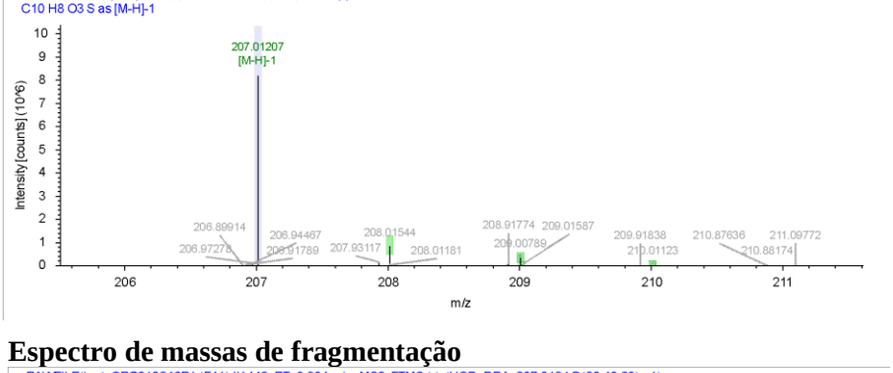
Composto: Ácido 2-naftalenosulfônico
Classe: Composto utilizado na fabricação de corantes, já reportado como contaminante ambiental.
Fórmula molecular: $C_{10}H_8O_3S$
Estrutura química



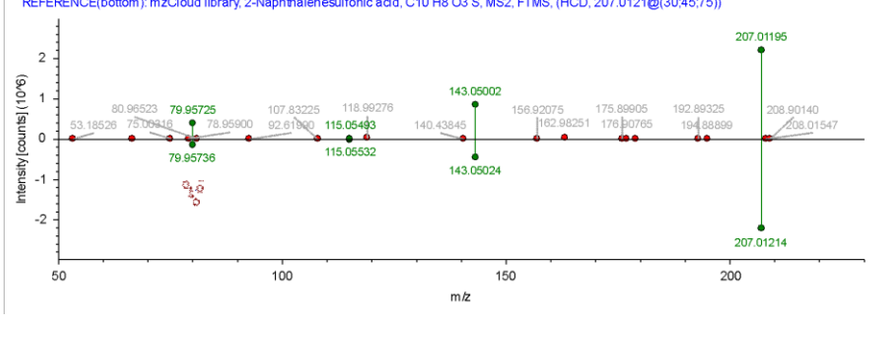
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

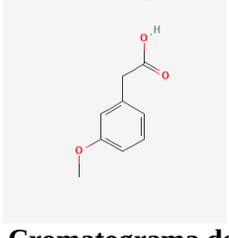


Espectro de massas de fragmentação

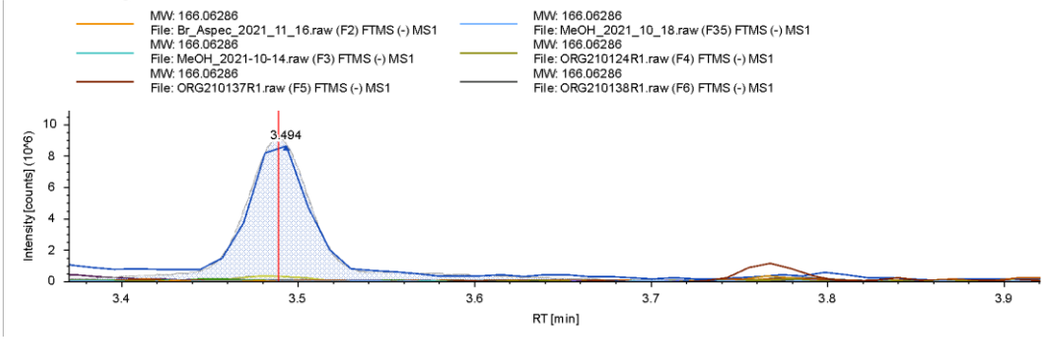


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

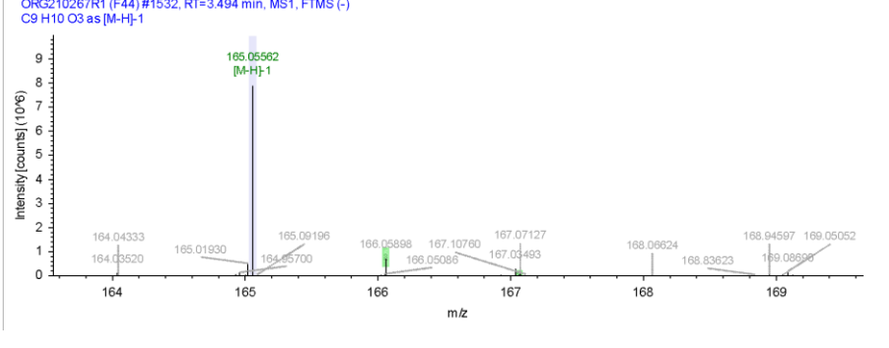
Composto: Ácido 3-metoxifenilacetico
Classe: Material de partida para a síntere industrial de um grande número de compostos.
Metabólito produzico por certos fungos que habitam os solos.
Fórmula molecular: $C_9H_{10}O_3$
Estrutura química



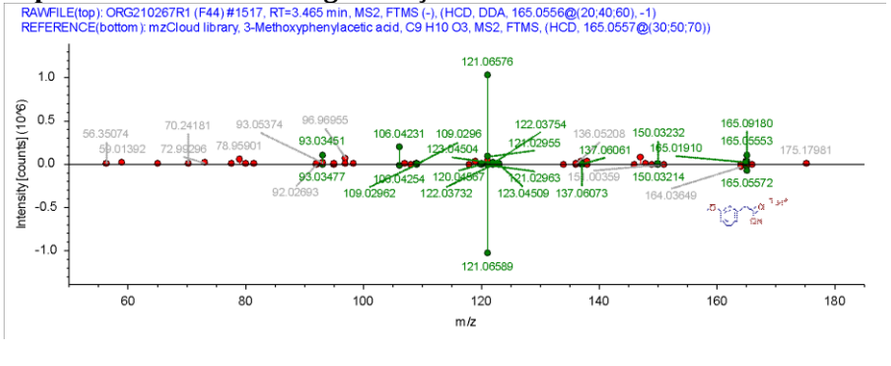
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

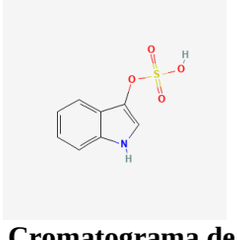


Espectro de massas de fragmentação

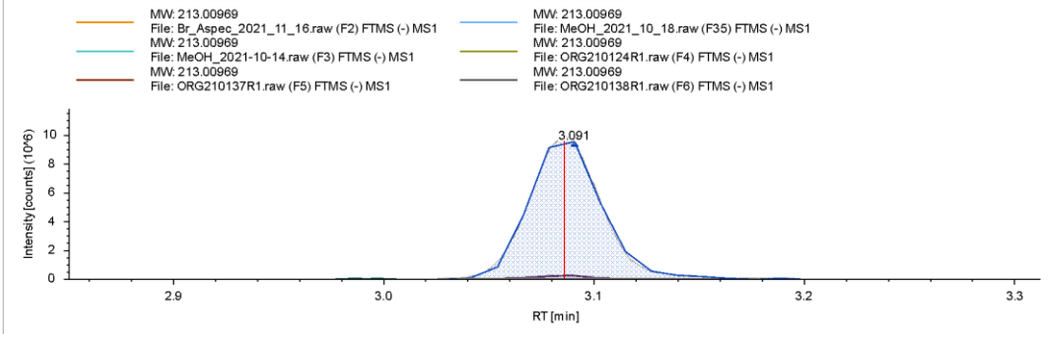


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

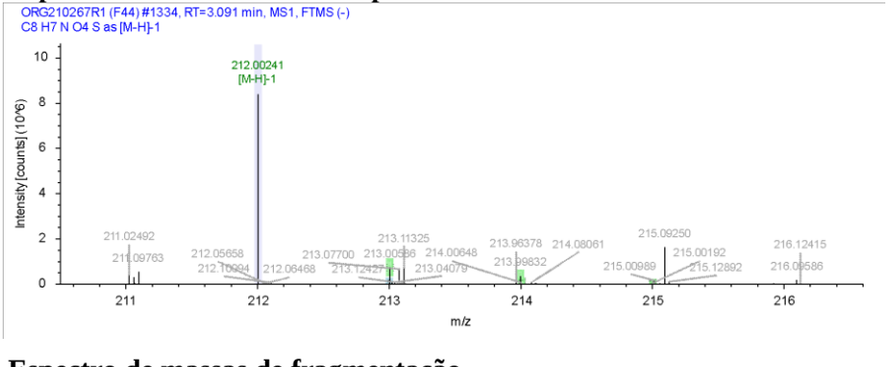
Composto: 3-Indoxilsulfato
Classe: Metabólito do aminoácido triptofano que ocorre na urina e no sangue de mamíferos.
Fórmula molecular: $C_8H_7NO_4S$
Estrutura química



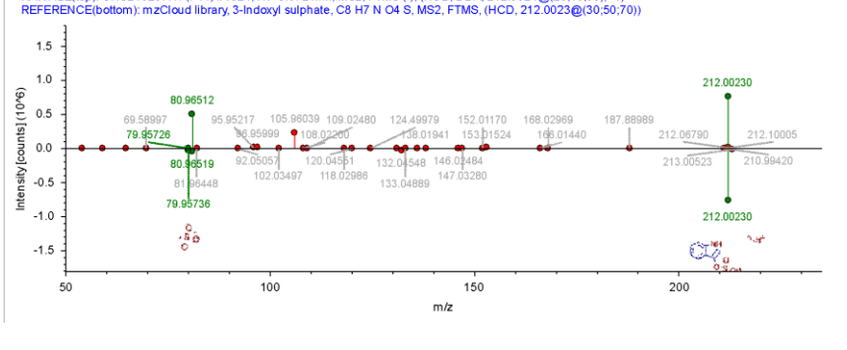
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados



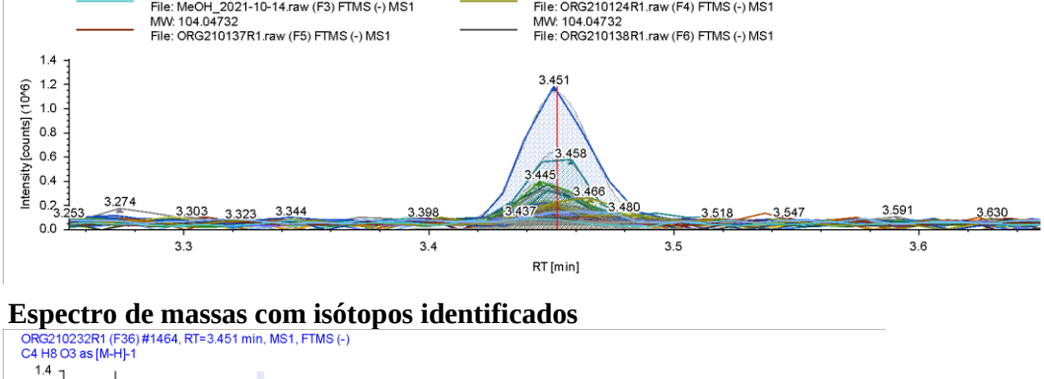
Espectro de massas de fragmentação



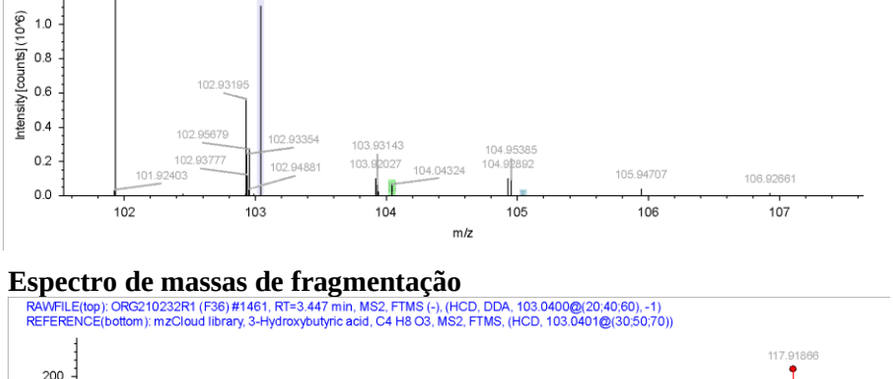
Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

Composto: Ácido 3-hidroxibutírico
Classe: Metabólito humano proveniente da degradação parcial de aminoácidos ramificados.
Utilizado na produção de plástico biodegradável.
Fórmula molecular: $C_4H_8O_3$
Estrutura química

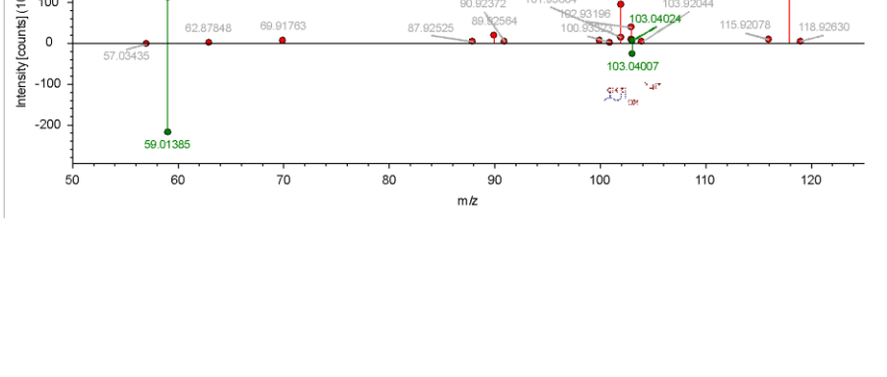
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados

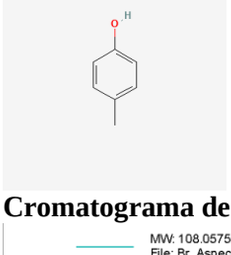


Espectro de massas de fragmentação

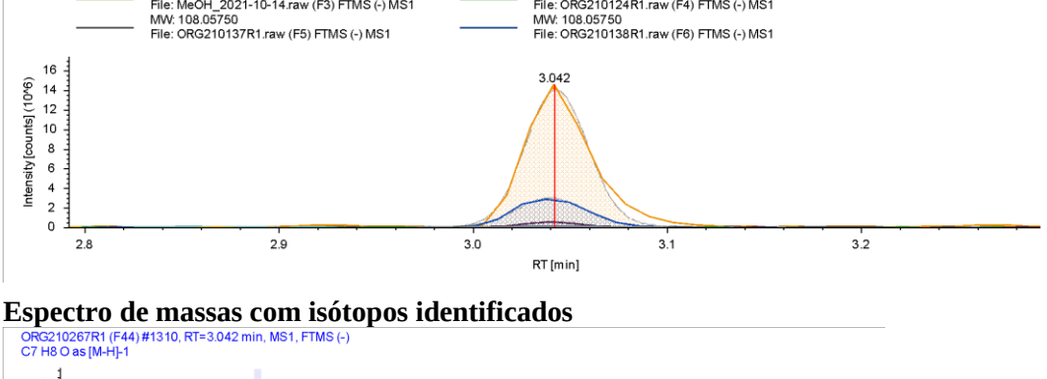


Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

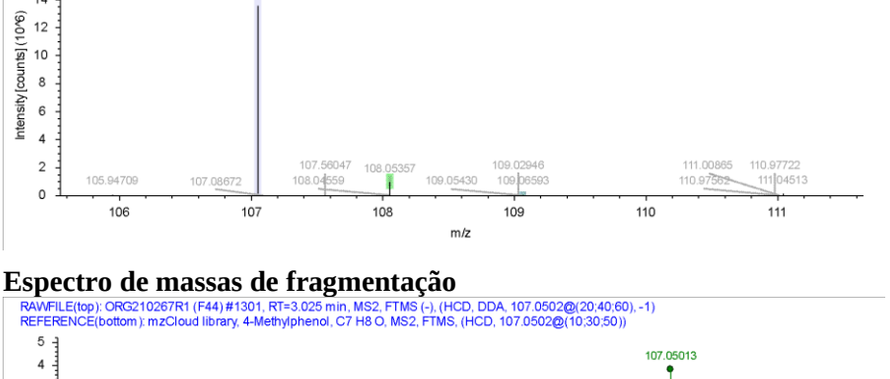
Composto: 4-Metilfenol (p-cresol)
Classe: Metabólito produzido pela microbiota intestinal de humanos e animais. Industrialmente, é utilizado na produção de diversos compostos.
Fórmula molecular: C_7H_8O
Estrutura química



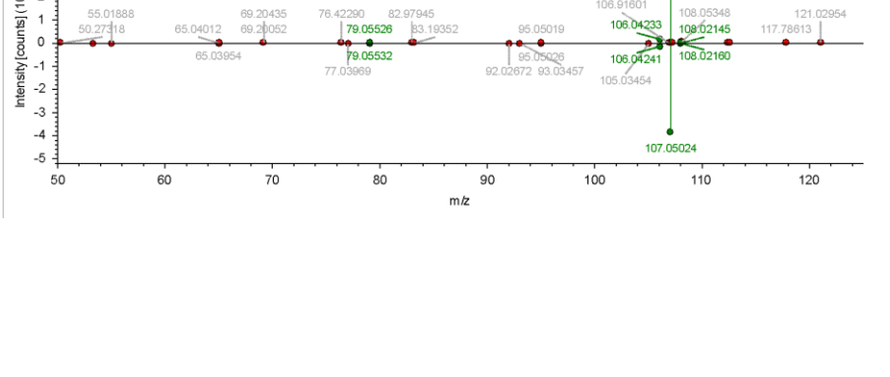
Cromatograma de íons extraídos



Espectro de massas com isótopos identificados



Espectro de massas de fragmentação



Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

ANEXO VIII – FP-050 RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS NVOCS – MÉTODO 1

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 4	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. 1,2,3-Triclorobenzeno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
1,2,3-triclorobenzeno	RP-053/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5575, BV206
Soluções	
Solução estoque	OR041/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de 1,2,3-triclorobenzeno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 1,500; 3,000; 4,440; 6,000; 7,440; 9,000 e 12,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 1,500 a 12,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

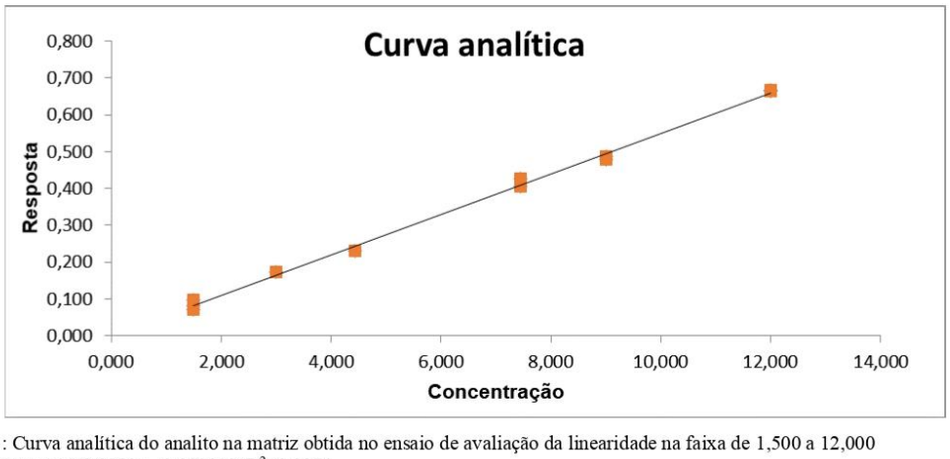


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 1,500 a 12,000 µg/L. Equação *y=0,0550x - 0,000003*, R^2=0,9974.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (3,000), P3 (4,400), P4 (6,000), P5 (7,44) e P7 (12,000) µg/L. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

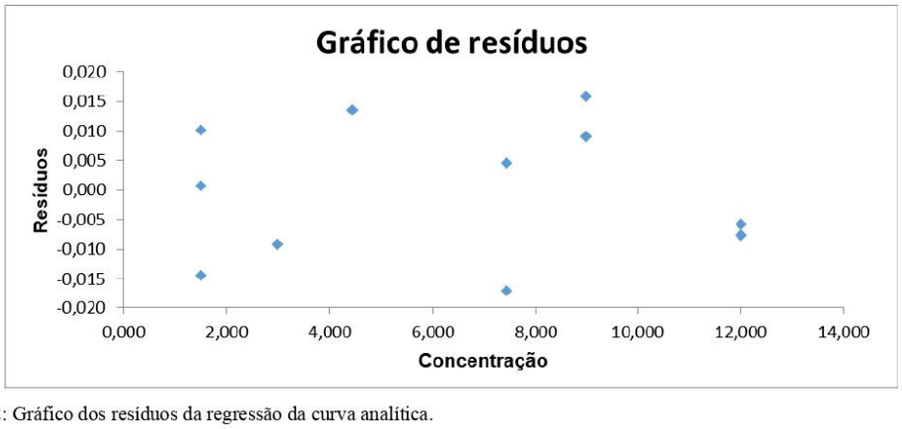


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 3,000; 6,000 e 9,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 3,57% e 9,59% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 1,280 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 2,000 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
1,500	0,197	2,16	1,3E+01	0,0910	13,1
3,000	0,393	2,16	1,3E+01	0,1819	13,1
4,440	0,582	2,16	1,3E+01	0,2692	13,1
7,440	0,975	2,16	1,3E+01	0,4512	13,1
9,000	1,179	2,16	1,3E+01	0,5457	13,1
12,000	1,572	2,16	1,3E+01	0,7277	13,1

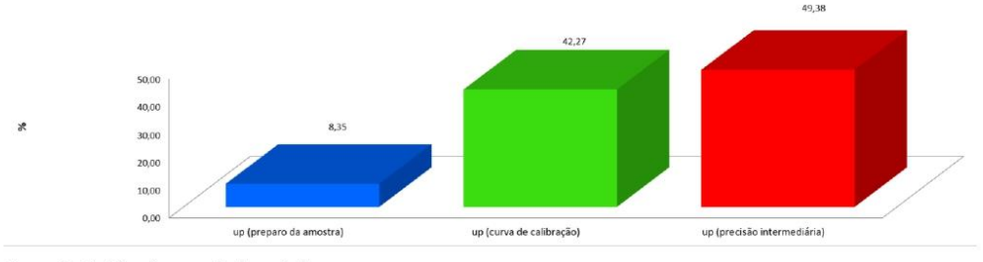


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de 1,2,3-triclorobenzeno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121082911700009553475700
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082911700009553475700
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:29

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	1,2,3-Tricloro-Benzeno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	20,000	2,000		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9974		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,435	Aprovado
					0,808	Aprovado
					1,228	Aprovado
					1,617	Aprovado
					1,502	Aprovado
					0,721	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	0,015786675	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2	0,25		Aprovado
	6,000	ug/L		0,20		Aprovado
	9,000	ug/L		0,12		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2	0,24		Aprovado
	6,000	ug/L		0,19		Aprovado
	9,000	ug/L		0,11		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	3,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	6,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	9,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	3,000	0	40 - 120	59		Aprovado
	6,000	0		63		Aprovado
	9	0		64		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	20,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		47		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,52		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. 1,2,4-Triclorobenzeno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
1,2,4-triclorobenzeno	RP-055/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-001; REL-004
Balão	BV206
Soluções	
Estoque	OR012/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de 1,2,4-triclorobenzeno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 1,500; 3,000; 4,440; 6,000; 7,440; 9,000 e 12,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 1,500 a 12,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

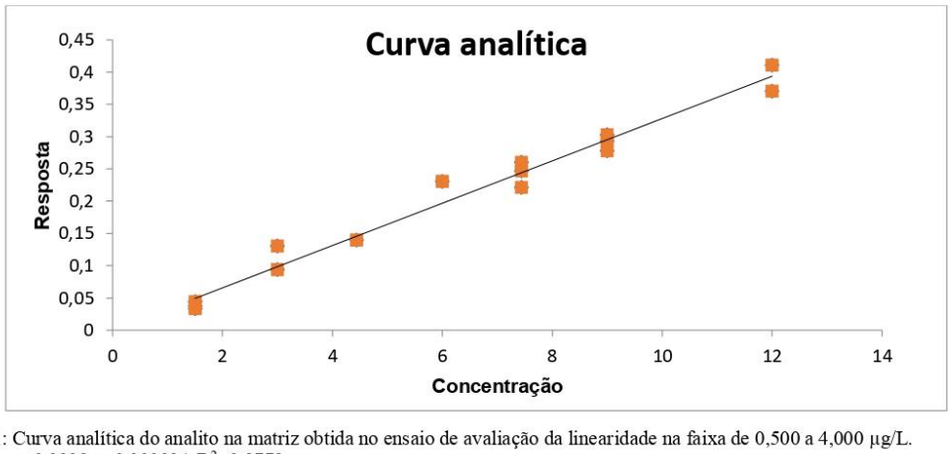


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,0328x - 0,000024*, R^2=0,9773.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (3,000), P3 (4,400), P4 (6,000), e P7 (12,000) µg/L. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

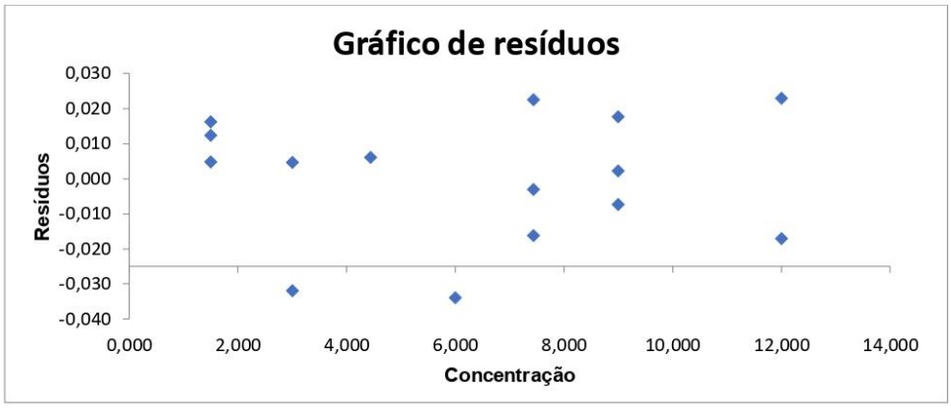


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 3,000; 6,000 e 9,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 4,04% e 9,09% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,752 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,382 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
1,500	0,321	2,36	7,1E+00	0,1356	21,4
3,000	0,641	2,36	7,1E+00	0,2712	21,4
4,440	0,949	2,36	7,1E+00	0,4014	21,4
6,000	1,283	2,36	7,1E+00	0,5424	21,4
7,440	1,590	2,36	7,1E+00	0,6726	21,4
9,000	1,924	2,36	7,1E+00	0,8136	21,4
12,000	2,565	2,36	7,1E+00	1,0848	21,4

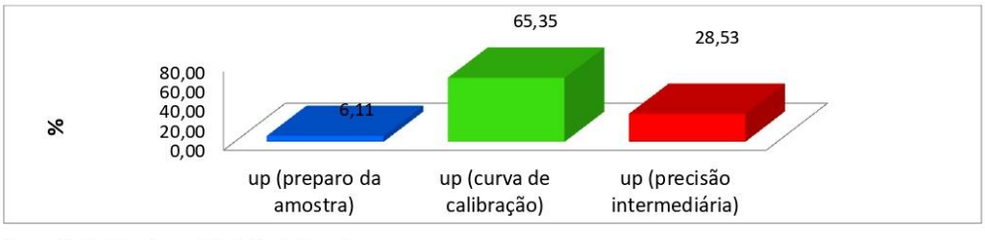


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de 1,2,4-triclorobenzeno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	1,2,4-Tricloro-Benzeno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	20,000	1,380		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9773		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,950	Aprovado
					2,012	Aprovado
					0,327	Aprovado
					2,085	Aprovado
					1,265	Aprovado
					0,985	Aprovado
					1,460	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	0,002278446	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2	0,25		Aprovado
	6,000	ug/L		0,19		Aprovado
	9,000	ug/L		0,13		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2	0,24		Aprovado
	6,000	ug/L		0,18		Aprovado
	9,000	ug/L		0,12		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	3,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	6,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	9,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	3,000	0	40 - 120	73		Aprovado
	6,000	0		72		Aprovado
	9	0		72		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	20,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		54		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,55		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida — Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio — Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. 1,3,5-Triclorobenzeno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
1,3,5-triclorobenzeno	RP-057/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-001; REL-004
Balão	C9849; BV206
Soluções	
Estoque	OR009/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de 1,3,5-triclorobenzeno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 1,500; 3,000; 4,440; 6,000; 7,440; 9,000 e 12,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 1,500 a 12,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

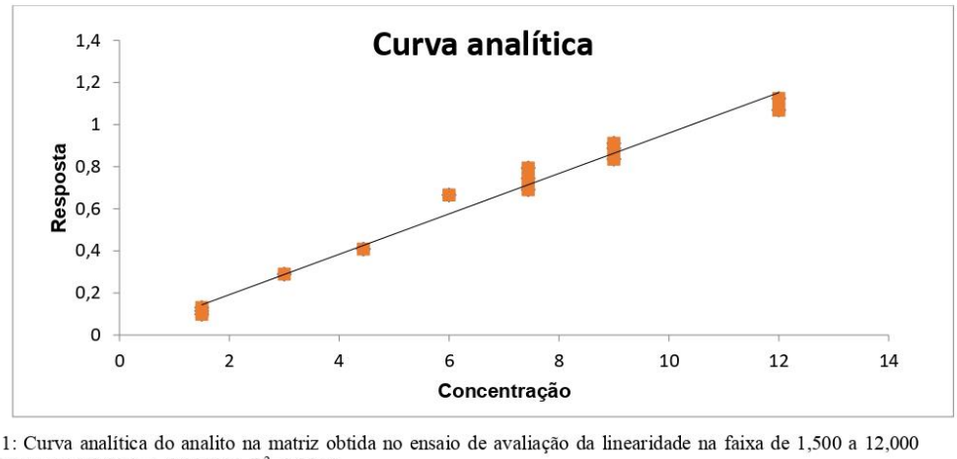


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 1,500 a 12,000 µg/L. Equação *y=0,096x + 0,000039*, R^2=0,9814.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (3,000), P3 (4,400), P4 (6,000) e P7 (12,000) µg/L. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

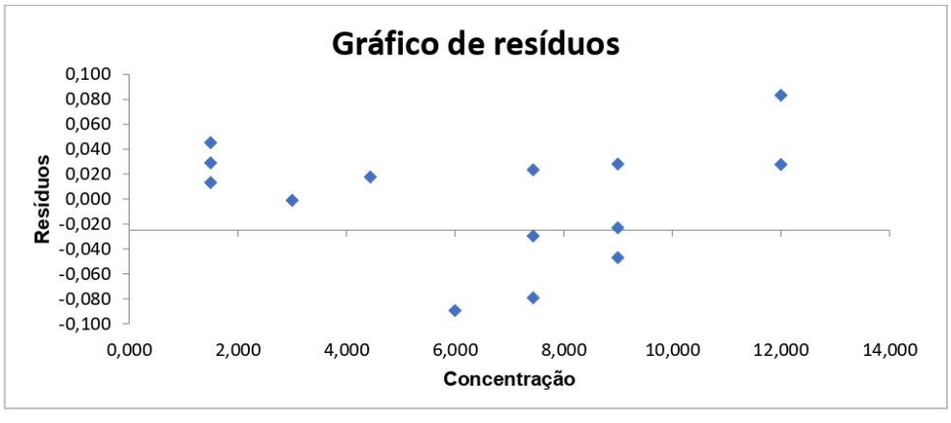


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 3,000; 6,000 e 9,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 4,23% e 8,08% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,616 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,285 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
1,500	0,235	2,36	7,8E+00	0,0992	15,6
3,000	0,469	2,36	7,8E+00	0,1985	15,6
4,440	0,695	2,36	7,8E+00	0,2938	15,6
6,000	0,939	2,36	7,8E+00	0,3970	15,6
7,440	1,164	2,36	7,8E+00	0,4922	15,6
9,000	1,408	2,36	7,8E+00	0,5955	15,6
12,000	1,877	2,36	7,8E+00	0,7939	15,6

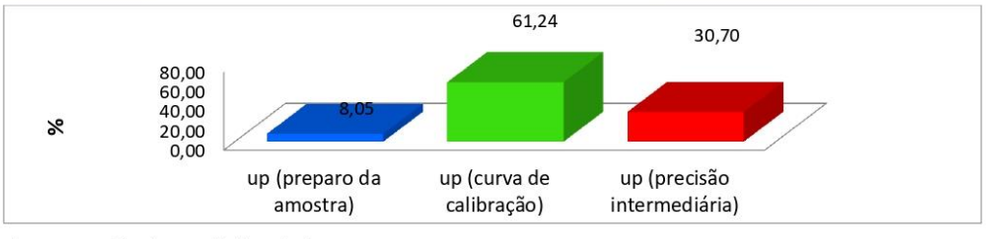


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de 1,3,5-triclorobenzeno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	1,3,5-Tricloro-Benzeno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	20,000	1,280		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9814		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,021	Aprovado
					0,021	Aprovado
					0,360	Aprovado
					2,088	Aprovado
					1,779	Aprovado
					0,984	Aprovado
					2,192	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	-0,046708325	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2	0,22		Aprovado
	6,000	ug/L		0,20		Aprovado
	9,000	ug/L		0,14		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2	0,21		Aprovado
	6,000	ug/L		0,19		Aprovado
	9,000	ug/L		0,13		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	3,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	6,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	9,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	3,000	0	40 - 120	65		Aprovado
	6,000	0		68		Aprovado
	9	0		70		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	20,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		30 - 120		33		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,56		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. 1,2-dicloro-Etano

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
1,2-dicloro-etano	RP-056/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	C9849; BV206
Soluções	
Estoque	OR044/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de 1,2-dicloro-etano em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 2,500; 5,000; 7,400; 12,400; 15,000 e 20,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 2,500 a 20,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

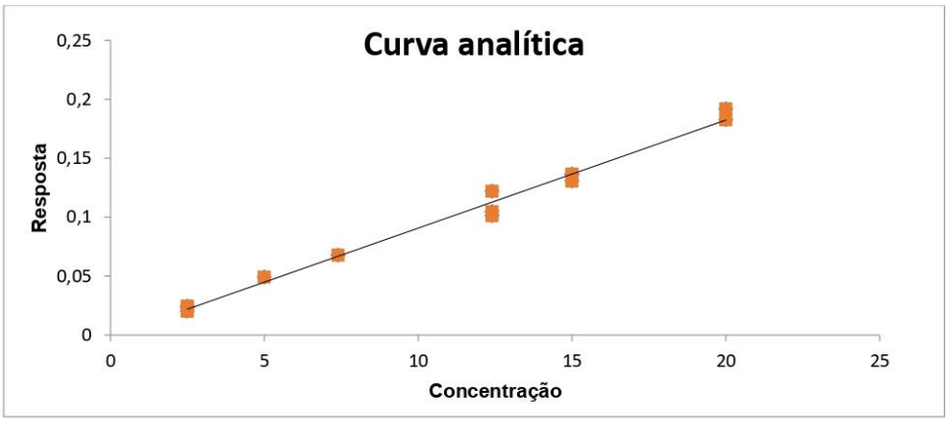


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação $y=0,0092x - 0,000945$, R^2=0,9893.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (5,000 µg/L), P3 (7,400), e P7 (20,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

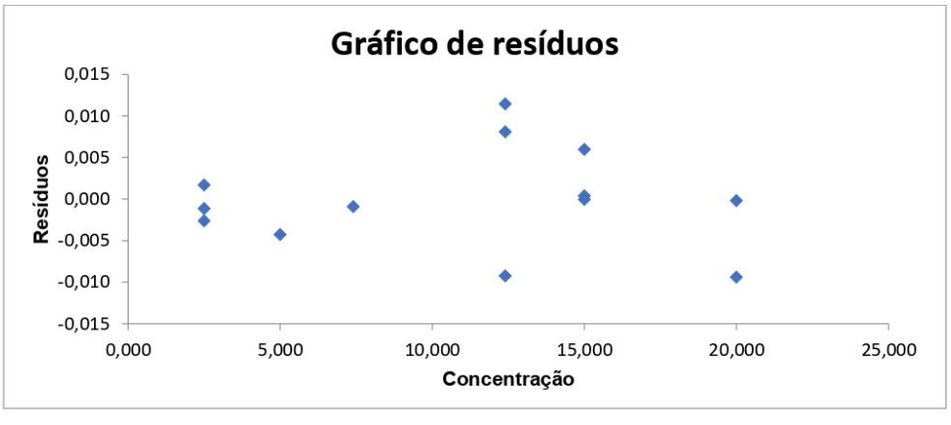


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 5,000; 10,000 e 15,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 3,18% e 12,18% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 1,253 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,827 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Expandida - U (%)
2,500	0,493	2,57	5,9E+00	19,7329571
5,000	0,987	2,57	5,9E+00	19,7329571
7,400	1,460	2,57	5,9E+00	19,7329571
12,400	2,447	2,57	5,9E+00	19,7329571
15,000	2,960	2,57	5,9E+00	19,7329571
20,000	3,947	2,57	5,9E+00	19,7329571

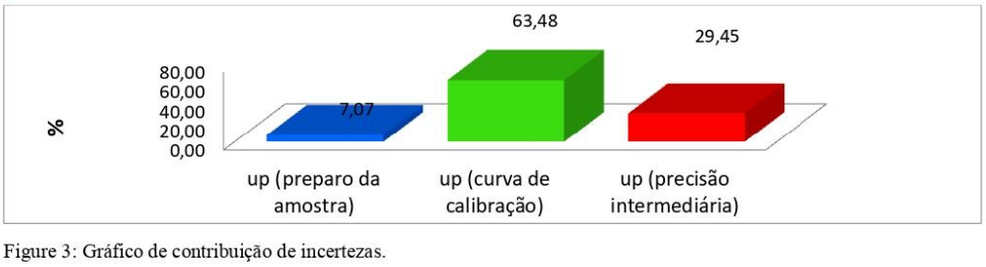


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de 1,2-dicloro-Etano em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	1,2-Dicloro-Etano
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	10,000	1,830		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9893		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,453	Aprovado
					0,717	Aprovado
					0,142	Aprovado
					2,214	Aprovado
					1,011	Aprovado
					1,911	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	-3,81881E-05	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	5,000	ug/L	≤2	0,36		Aprovado
	10,000	ug/L		0,19		Aprovado
	15,000	ug/L		0,11		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	5,000	ug/L	≤2	0,34		Aprovado
	10,000	ug/L		0,18		Aprovado
	15,000	ug/L		0,11		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	5,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	10,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	15,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	5,000	ug/L	40 - 120	78		Aprovado
	10,000	ug/L		73		Aprovado
	15	ug/L		70		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	10,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		42		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,47		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Benzeno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Benzeno	RP-127/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5565; BV206
Soluções	
Estoque	OR094/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de Benzeno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 1,250; 2,500; 3,700; 4,000; 6,200 e 10,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 1,2500 a 10,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

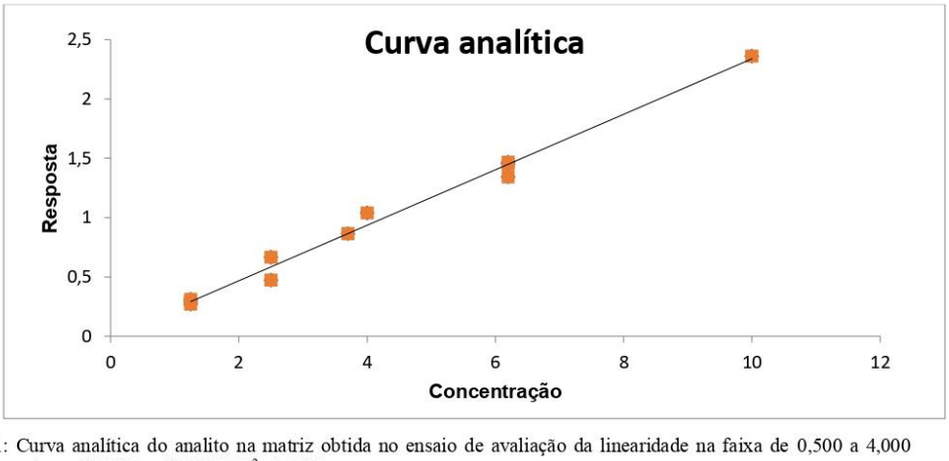


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,2339x – 0,00001*, R^2=0,9900.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (2,500 µg/L), P3 (3,700), P4 (4,000), e P7 (10,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

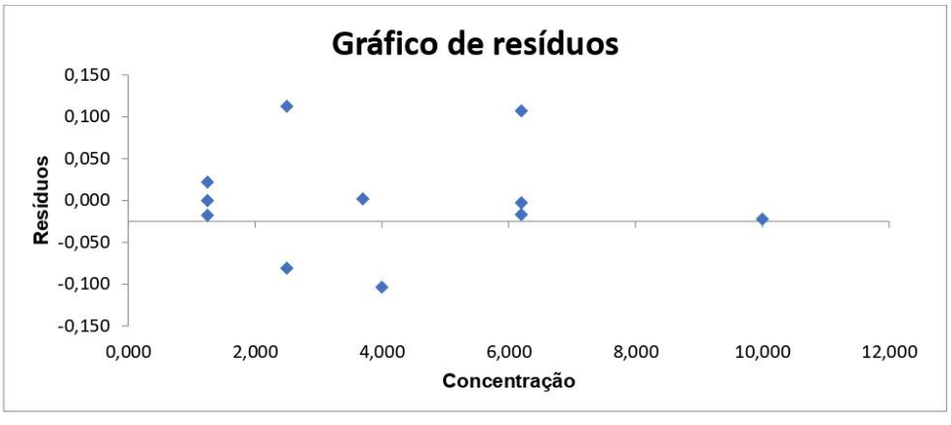


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 1,000; 2,000 e 4,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 35-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 1,11% e 8,49% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,189 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,216 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121082991400009553475797
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121082991400009553475797
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:30

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
1,250	0,134	2,57	5,8E+00	0,0519	10,7
2,500	0,267	2,57	5,8E+00	0,1039	10,7
3,700	0,395	2,57	5,8E+00	0,1538	10,7
4,000	0,427	2,57	5,8E+00	0,1662	10,7
6,200	0,662	2,57	5,8E+00	0,2577	10,7
10,000	1,068	2,57	5,8E+00	0,4156	10,7

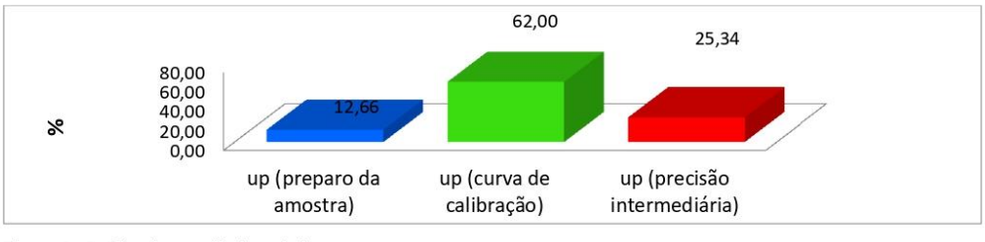


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Benzeno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Benzeno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	5,000	0,210		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9900		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,339	Aprovado
					2,013	Aprovado
					0,026	Aprovado
					1,738	Aprovado
					1,911	Aprovado
					0,450	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	

Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			

Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	

Seletividade - Matriz Branca Não Disponível					
				F calc	F tab
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab			
				t calc	t tab
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab			

Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	2,500	ug/L	≤2	0,23		Aprovado
	4,000	ug/L		0,15		Aprovado
	7,500	ug/L		0,04		Aprovado

Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	2,500	ug/L	≤2	0,22		Aprovado
	4,000	ug/L		0,14		Aprovado
	7,500	ug/L		0,03		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	2,500	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	4,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	7,500	ug/L		1,00	9,277	Aprovado

Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	2,500	ug/L	35 - 120	36		Aprovado
	4,000	ug/L		46		Aprovado
	7,5	ug/L		35		Aprovado

LD e LQ			
LD	Não se aplica		
LQ	≤ VMP	5,000	Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	35 - 120	44	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0	0,40	Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim
Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Cis-1,2-dicloro-Etileno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Cis-1,2-dicloro-Etileno	RP-128/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	C9837; BV206
Soluções	
Estoque	OR046/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de Cis-1,2-dicloro-Etileno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 5 níveis de concentração 6,250; 12,500; 18,500; 25,000; e 31,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 6,250 a 31,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

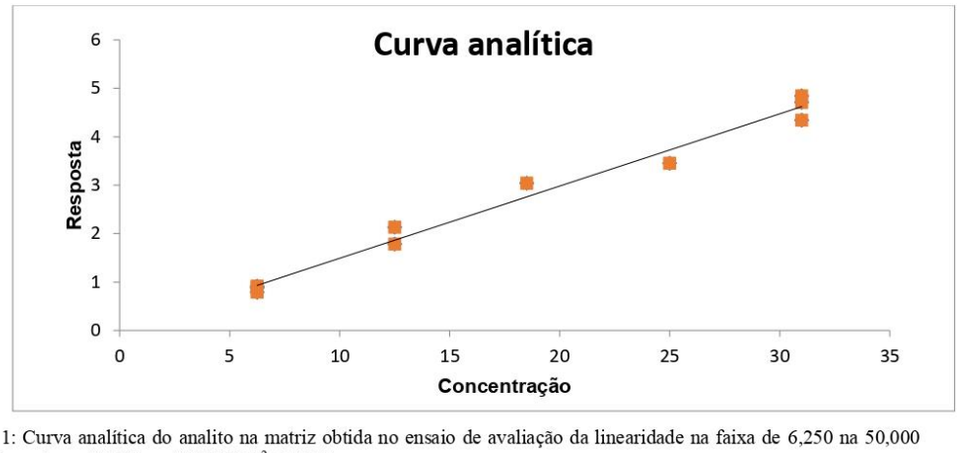


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 6,250 na 50,000 µg/L. Equação $y=0,1491x - 0,00003$, R^2=0,9832.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (12,500 µg/L), P3 (18,500) e P4 (25,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

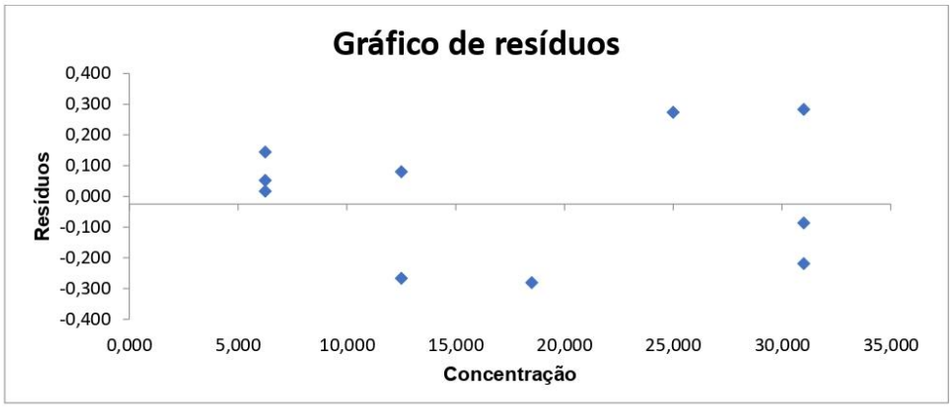


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 12,500; 25,000 e 37,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 2,20% e 9,10% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,014 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,036 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Expandida - U (%)
6,250	1,557	2,78	4,7E+00	24,9140419
12,500	3,114	2,78	4,7E+00	24,9140419
18,500	4,609	2,78	4,7E+00	24,9140419
25,000	6,229	2,78	4,7E+00	24,9140419
31,000	7,723	2,78	4,7E+00	24,9140419

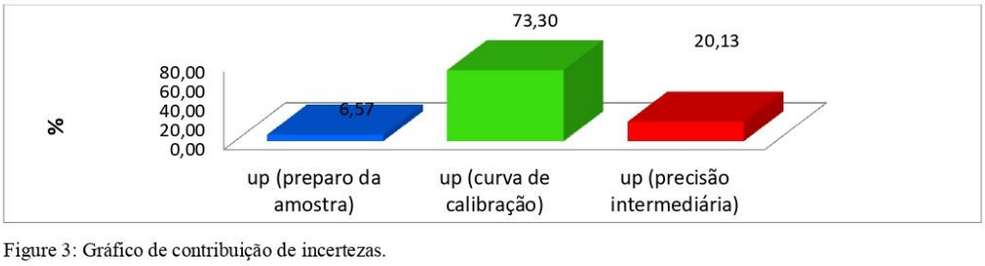


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Cis-1,2-dicloro-Etileno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Cis-1,2-Dicloro-Etileno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	50,000	0,036		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9832		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,726	Aprovado
					1,361	Aprovado
					1,422	Aprovado
					1,425	Aprovado
					1,644	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	12,500	ug/L	≤2	0,31		Aprovado
	25,000	ug/L		0,20		Aprovado
	37,500	ug/L		0,09		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	12,500	ug/L	≤2	0,29		Aprovado
	25,000	ug/L		0,19		Aprovado
	37,500	ug/L		0,08		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	12,500	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	25,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	37,500	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	12,500	ug/L	40 - 120	42		Aprovado
	25,000	ug/L		44		Aprovado
	37,5	ug/L		42		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	50,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		65		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,87		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida — Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio — Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Trans-1,2-dicloro-Eteno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Trans-1,2-dicloro-Eteno	RP-076/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-002
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D1635; BV206
Soluções	
Estoque	OR058/21; OR196/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de Trans-1,2-dicloro-Eteno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 6,250; 12,500; 18,500; 25,000; 31,000; e 50,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 6,250 a 50,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

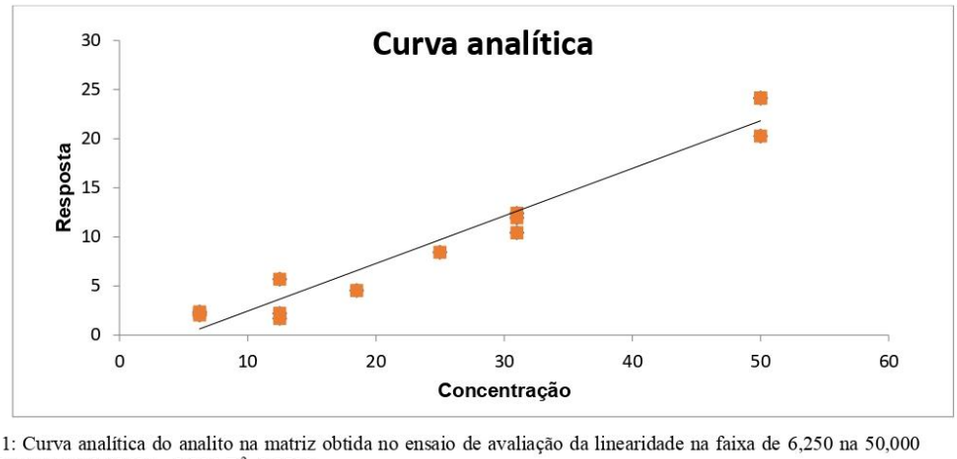


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 6,250 na 50,000 µg/L. Equação $y=0,4842x - 2,396$, R^2=0,9520.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P3 (18,500 µg/L), e P4 (25,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

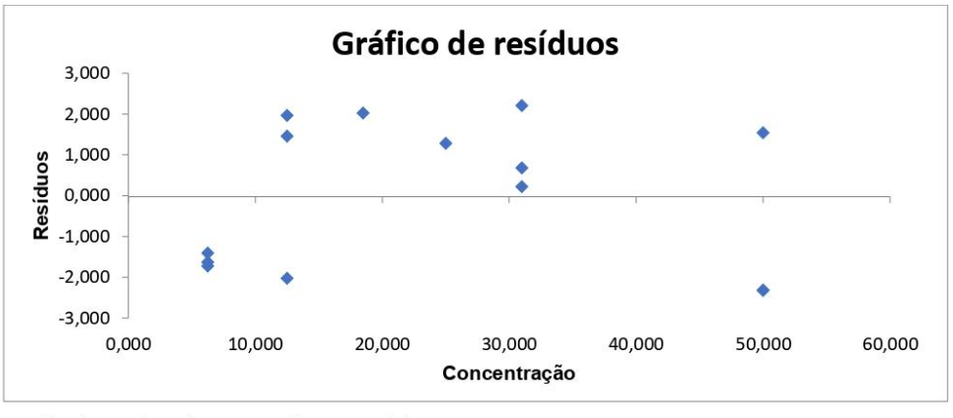


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 12,500; 25,000 e 37,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 4,40% e 17,79% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 5,090 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 5,513 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u.
2,216	6,250	2,78	4,1E+00	2,2511
3,186	12,500	2,78	4,1E+00	4,5022
4,535	18,500	2,78	4,1E+00	6,6632
8,426	25,000	2,78	4,1E+00	9,0043
11,576	31,000	2,78	4,1E+00	11,1654
22,841	50,000	2,78	4,1E+00	18,0086

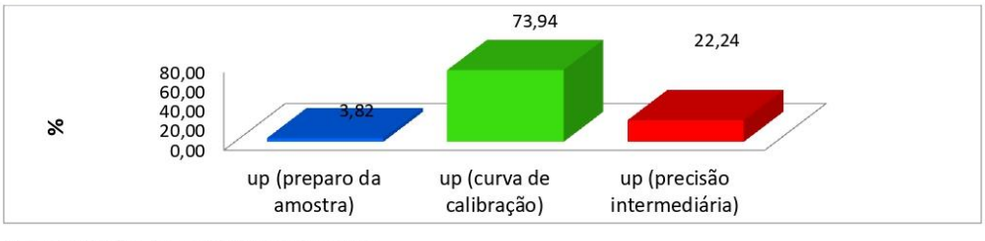


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Trans-1,2-dicloro-Eteno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Trans-1,2-Dicloro-Eteno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	50,000	5,130		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9520		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,010	Aprovado
					1,163	Aprovado
					1,146	Aprovado
					0,697	Aprovado
					1,266	Aprovado
					1,510	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	12,500	ug/L	≤2	0,15		Aprovado
	25,000	ug/L		0,19		Aprovado
	37,500	ug/L		0,71		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	12,500	ug/L	≤2	0,14		Aprovado
	25,000	ug/L		0,18		Aprovado
	37,500	ug/L		0,68		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	12,500	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	25,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	37,500	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	12,500	ug/L	40 - 120	52		Aprovado
	25,000	ug/L		43		Aprovado
	37,5	ug/L		43		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	50,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		99		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,00		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 2	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Diclorometano

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Diclorometano	RP-134/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5531; BV206
Soluções	
Estoque	OR068/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de diclorometano em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Os critérios de validação não foram atingidos para o parâmetro linearidade.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

Não se aplica.

5. CONCLUSÃO

O método não é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de diclorometano em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial não foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Diclorometano
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<		0,016		Reprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,0498		Reprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,943	Aprovado
					4,309	Aprovado
					2,366	Aprovado
					0,401	Aprovado
					0,409	Aprovado
					0,470	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,5148	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	269,2604016	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,052	ug/L	≤2	0,00		Aprovado
	0,073	ug/L		0,00		Aprovado
	0,094	ug/L		0,00		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,052	ug/L	≤2	0,00		Aprovado
	0,073	ug/L		0,00		Aprovado
	0,094	ug/L		0,00		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,052	ug/L	F calc < F tab	1,92	5,050	Aprovado
	0,073	ug/L		1,73	5,050	Aprovado
	0,094	ug/L		7,54	9,013	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,052	0	40 - 120	160232		Reprovado
	0,073	0		114436		Reprovado
	0,0936	0		88999		Reprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,004		Aprovado
LQ		≤ VMP		0,016		
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		133		Reprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,10		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Não					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Estireno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Estireno	RP-113/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5575; BV206
Soluções	
Estoque	OR056/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de Estireno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 5,000; 10,000; 14,800; 24,800; 30,000; e 40,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 5,000 a 40,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

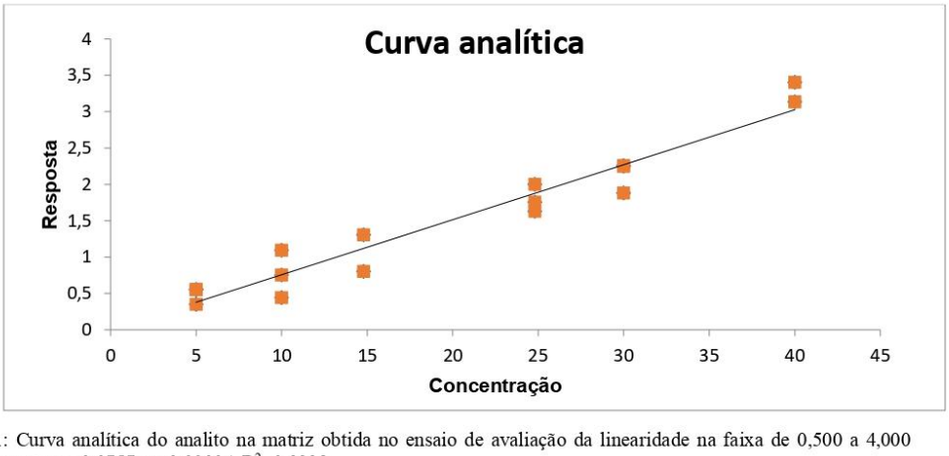


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,0757x + 0,00004*, R^2=0,9398.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P3 (14,800 µg/L), e P7 (40,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

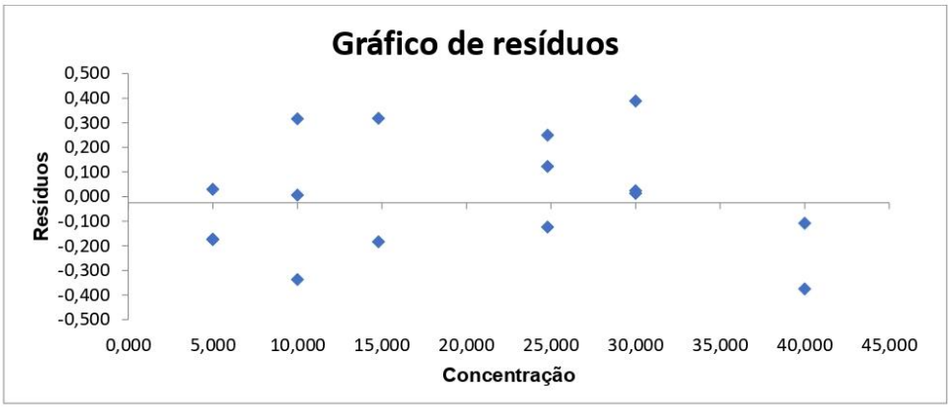


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 10,000; 20,000 e 30,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 5,84% e 19,33% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 1,282 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,345 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
5,000	2,167	2,45	6,0E+00	0,8856	43,3
10,000	4,334	2,45	6,0E+00	1,7712	43,3
14,800	6,414	2,45	6,0E+00	2,6214	43,3
24,800	10,748	2,45	6,0E+00	4,3925	43,3
30,000	13,002	2,45	6,0E+00	5,3136	43,3
40,000	17,336	2,45	6,0E+00	7,0847	43,3

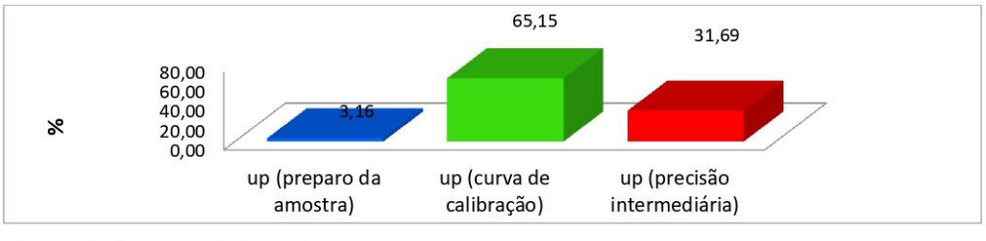


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Estireno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Estireno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	20,000	1,340		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9398		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,782	Aprovado
					1,560	Aprovado
					1,431	Aprovado
					1,088	Aprovado
					1,863	Aprovado
					1,972	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homoedásticos
				0,3460	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	0,013552048	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	10,000	ug/L	≤2	0,30		Aprovado
	20,000	ug/L		0,70		Aprovado
	30,000	ug/L		0,23		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	10,000	ug/L	≤2	0,28		Aprovado
	20,000	ug/L		0,67		Aprovado
	30,000	ug/L		0,22		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	10,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	20,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	30,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	10,000	0	40 - 120	59		Aprovado
	20,000	0		55		Aprovado
	30	0		51		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	20,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		93		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,00		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida — Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio — Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083064500009553476590
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083064500009553476590
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Etilbenzeno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Etilbenzeno	RP-113/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	REL-004
Pipeta eletrônica	
Balão	D5535, BV206
Soluções	
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21
Solução estoque	OR048/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de Etilbenzeno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 22,500; 45,000; 66,600; 90,000; 116,600; 135,00 e 180,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 22,500 a 180,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

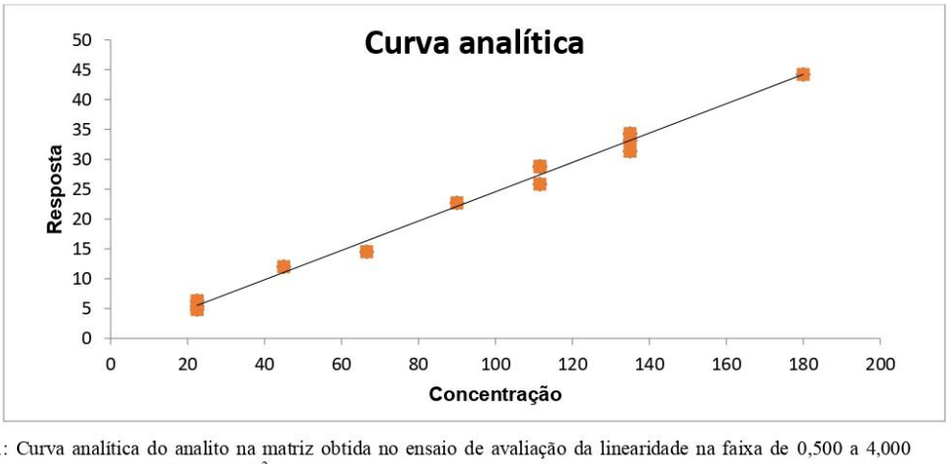


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,2457x – 0,000005*, R^2=0,9431.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (45,000 µg/L), P3 (66,600), P4 (90,000), e P7 (180,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

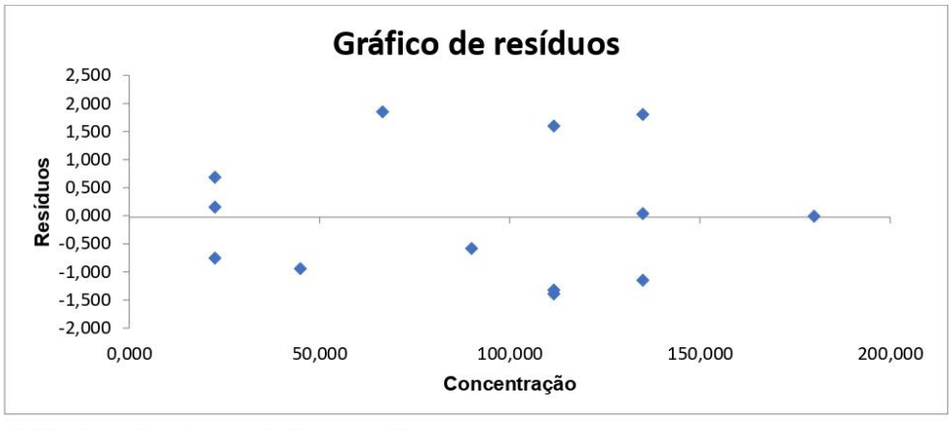


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 45,000; 90,000 e 135,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 6,74% e 8,03% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,158 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,217 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
22,500	1,483	2,36	7,3E+00	0,6271	6,6
45,000	2,966	2,36	7,3E+00	1,2542	6,6
66,800	4,389	2,36	7,3E+00	1,8583	6,6
90,000	5,932	2,36	7,3E+00	2,5085	6,6
111,600	7,355	2,36	7,3E+00	3,1105	6,6
135,000	8,897	2,36	7,3E+00	3,7627	6,6
180,000	11,863	2,36	7,3E+00	5,0169	6,6

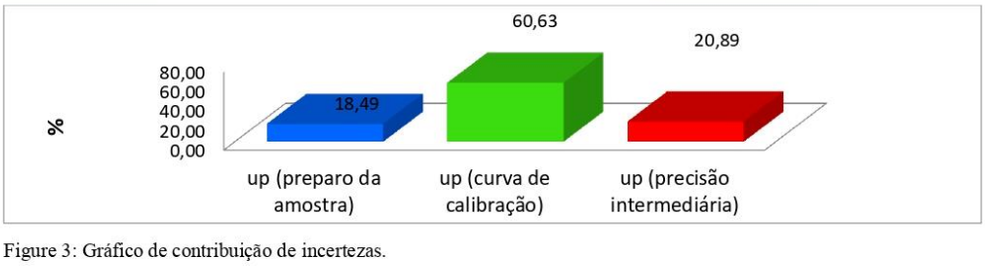


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Etilbenzeno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Etil Benzeno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	200,000	0,220		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9915		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,681	Aprovado
					0,818	Aprovado
					1,726	Aprovado
					0,474	Aprovado
					1,432	Aprovado
					1,720	Aprovado
					0,005	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	

Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			

Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	0,038809474	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	

Seletividade - Matriz Branca Não Disponível					
				F calc	F tab
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab			
				t calc	t tab
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab			

Repetibilidade					
	Concentração	Unidade			
Horrat (HORwitz RATio)	45,000	ug/L	≤2	0,33	Aprovado
	90,000	ug/L		0,36	Aprovado
	135,000	ug/L		0,34	Aprovado

Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	45,000	ug/L	≤2	0,31		Aprovado
	90,000	ug/L		0,34		Aprovado
	135,000	ug/L		0,31		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	45,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	90,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	135,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado

Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	45,000	0	40 - 120	46		Aprovado
	90,000	0		49		Aprovado
	135	0		53		Aprovado

LD e LQ				
LD	Não se aplica			
LQ	≤ VMP	200,000		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	40 - 120		52	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0		0,19	Aprovado

Conclusão	
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. o-Xileno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
o-Xileno	RP-090/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5590, BV206
Soluções	
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21
Solução estoque	OR050/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de o-Xileno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 25,000; 50,000; 74,000; 100,000; 124,000; 150,000; e 200,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 25,000 a 200,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

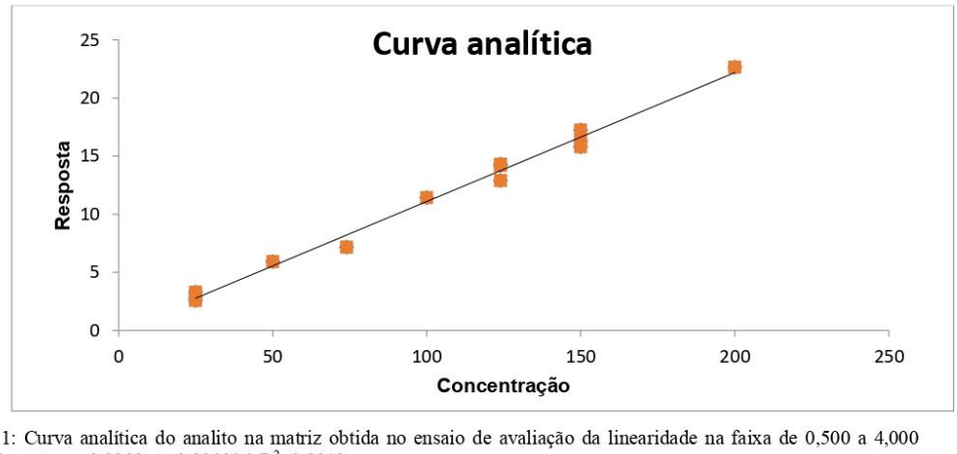


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,1109x + 0,000026*, R^2=0,9913.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (50,000 µg/L), P3 (74,000), P4 (100,000), e P7 (200,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

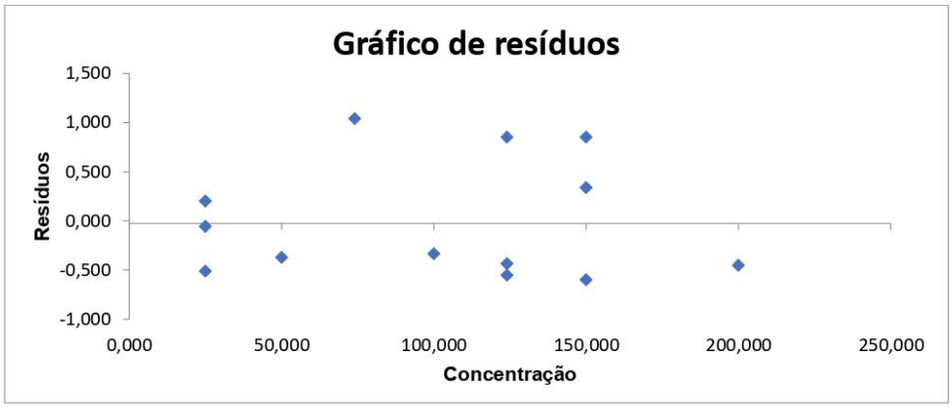


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 100,000; 200,000 e 300,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 5,45% e 8,60% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,429 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,588 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
25,000	3,496	2,26	9,8E+00	1,5455	14,0
50,000	6,992	2,26	9,8E+00	3,0910	14,0
74,000	10,349	2,26	9,8E+00	4,5747	14,0
100,000	13,985	2,26	9,8E+00	6,1820	14,0
124,000	17,341	2,26	9,8E+00	7,6667	14,0
150,000	20,977	2,26	9,8E+00	9,2730	14,0
200,000	27,969	2,26	9,8E+00	12,3641	14,0

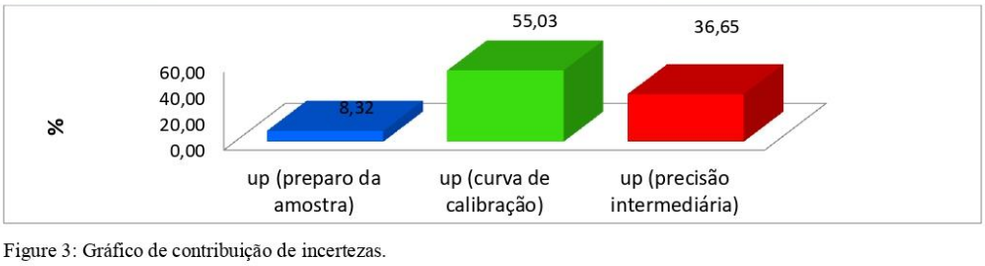


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de o-Xileno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	o-Xileno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	300,000	0,590		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9913		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,923	Aprovado
					0,622	Aprovado
					1,982	Aprovado
					0,537	Aprovado
					1,522	Aprovado
					1,574	Aprovado
					0,869	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	0,339561467	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	50,000	ug/L	≤2	0,36		Aprovado
	100,000	ug/L		0,36		Aprovado
	150,000	ug/L		0,28		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	50,000	ug/L	≤2	0,34		Aprovado
	100,000	ug/L		0,34		Aprovado
	150,000	ug/L		0,26		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	50,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	100,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	150,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	50,000	0	40 - 120	45		Aprovado
	100,000	0		50		Aprovado
	150	0		55		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	300,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		52		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,30		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. p,m-Xileno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
p,m-Xileno	RP-118/21, RP-067/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5551, D5576, BV206
Soluções	
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21
Solução estoque	OR049/21, OR051/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de p,m-Xileno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 50,000; 100,000; 200,000; 248,000; 300,000 e 400,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 50,500 a 400,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

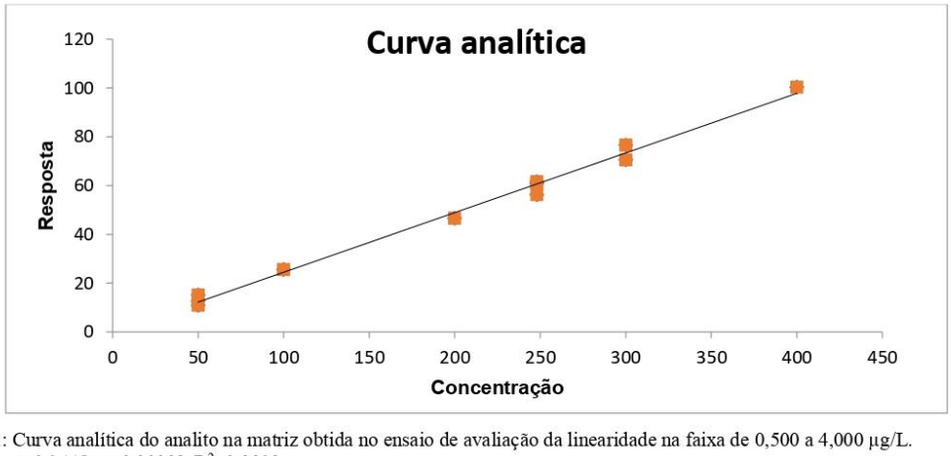


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,2445x + 0,00001*, R^2=0,9928.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (100,000 µg/L), P4 (200,600), P6 (300,000), e P7 (400,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

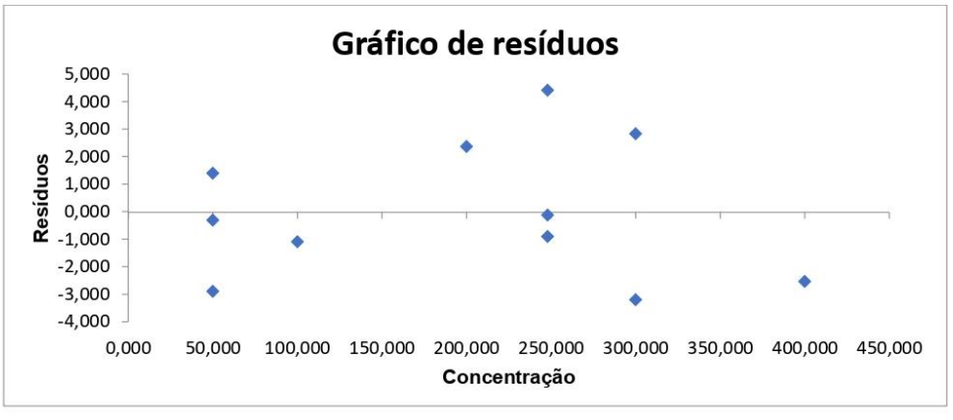


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 100,000; 200,000 e 300,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 30-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 7,33% e 21,22% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,347 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,472 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Expandida - U (%)
50,000	12,794	2,45	6,2E+00	25,6
100,000	25,588	2,45	6,2E+00	25,6
148,000	37,870	2,45	6,2E+00	25,6
200,000	51,175	2,45	6,2E+00	25,6
248,000	63,457	2,45	6,2E+00	25,6
300,000	76,763	2,45	6,2E+00	25,6
400,000	102,351	2,45	6,2E+00	25,6

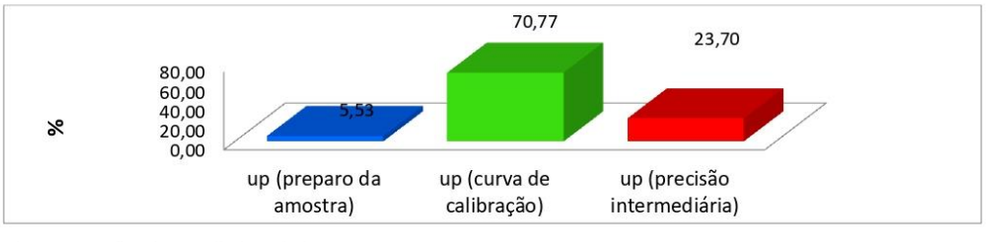


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de p,m-Xileno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	p,m-Xileno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	300,000	0,470		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9928		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,317	Aprovado
					0,431	Aprovado
					0,941	Aprovado
					2,083	Aprovado
					1,393	Aprovado
					1,249	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	2,836330357	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidada da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	100,000	ug/L	≤2	0,98		Aprovado
	200,000	ug/L		0,42		Aprovado
	300,000	ug/L		0,41		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	100,000	ug/L	≤2	0,94		Aprovado
	200,000	ug/L		0,40		Aprovado
	300,000	ug/L		0,38		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	100,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	200,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	300,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	100,000	ug/L	30 - 120	32		Aprovado
	200,000	ug/L		40		Aprovado
	300	ug/L		46		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	300,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		30 - 120		54		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,23		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Tetracloreto de carbono

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Tetracloreto de carbono	RP-072/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Micropipeta	MIP-001
Balão	D5554, BV206
Soluções	
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21
Solução estoque	OR195/21, OR057/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de tetracloreto de carbono em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 0,500; 1,000; 1,480; 2,000; 2,480 e 4,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,500 a 4,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

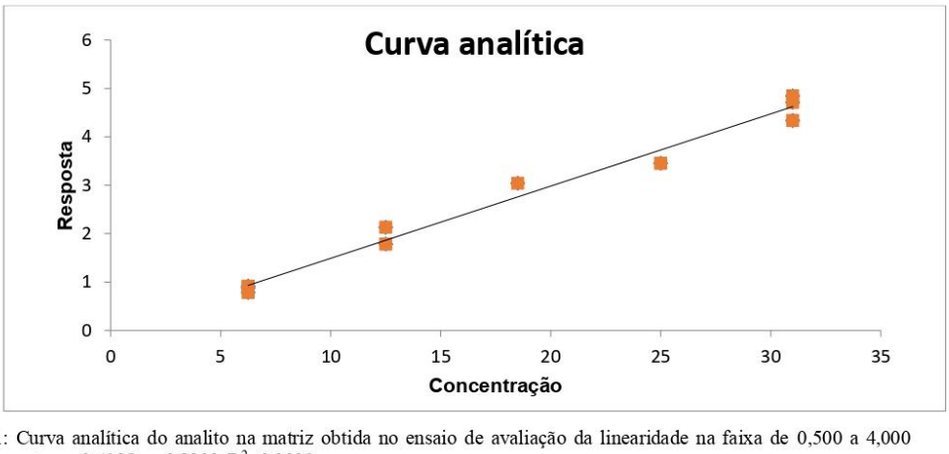


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação $y=0,4215x - 0,1199$, R^2=0,9832.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (1,000 µg/L), P3 (1,480), P4 (2,000), e P7 (4,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

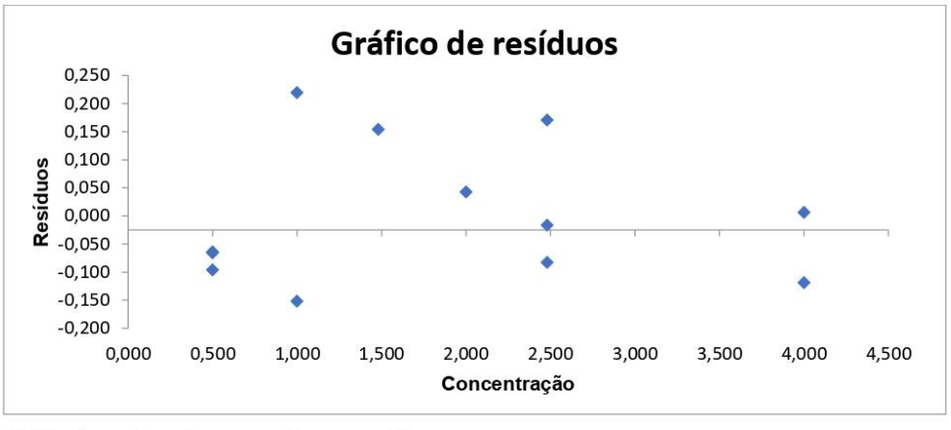


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 1,000; 2,000 e 4,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 5,25% e 5,48% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,299 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,306 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,500	0,050	2,31	8,8E+00	0,0216	10,0
1,000	0,100	2,31	8,8E+00	0,0432	10,0
1,480	0,147	2,31	8,8E+00	0,0640	10,0
2,000	0,199	2,31	8,8E+00	0,0864	10,0
2,480	0,247	2,31	8,8E+00	0,1072	10,0
4,000	0,399	2,31	8,6E+00	0,1729	10,0

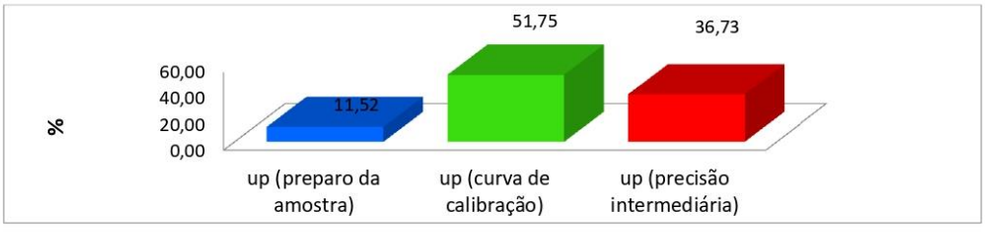


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Tetracloreto de carbono em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083136000009553476738
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083136000009553476738
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:31

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Tetracloreto de carbono
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	2,000	0,300		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9497		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,817	Aprovado
					2,130	Aprovado
					1,302	Aprovado
					0,334	Aprovado
					1,492	Aprovado
					1,160	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	1,000	ug/L	≤2	0,12		Aprovado
	2,000	ug/L		0,14		Aprovado
	4,000	ug/L		0,16		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	1,000	ug/L	≤2	0,12		Aprovado
	2,000	ug/L		0,13		Aprovado
	4,000	ug/L		0,14		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	1,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	2,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	4,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	1,000	ug/L	30 - 120	60		Aprovado
	2,000	ug/L		49		Aprovado
	4	ug/L		33		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	2,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		30 - 120		101		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,01		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida — Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio — Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Tetracloro-Eteno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Tetracloro-eteno	RP-073/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5540; BV206
Soluções	
Estoque	OR052/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de tetracloro-eteno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 2,500; 5,000; 7,400; 10,000; 12,400 e 20,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 2,500 a 20,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

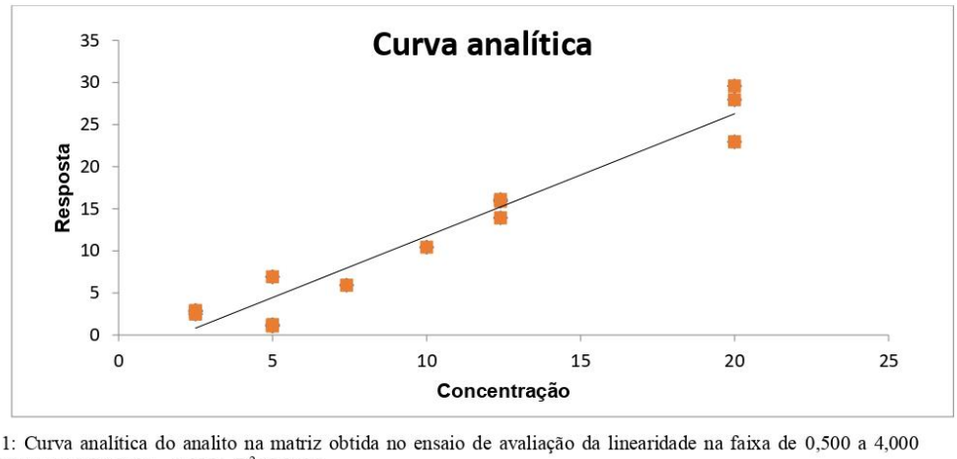


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação $y=1,4549x - 2,8152$, R^2=0,9431.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P3 (7,400 µg/L), e P4 (10,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

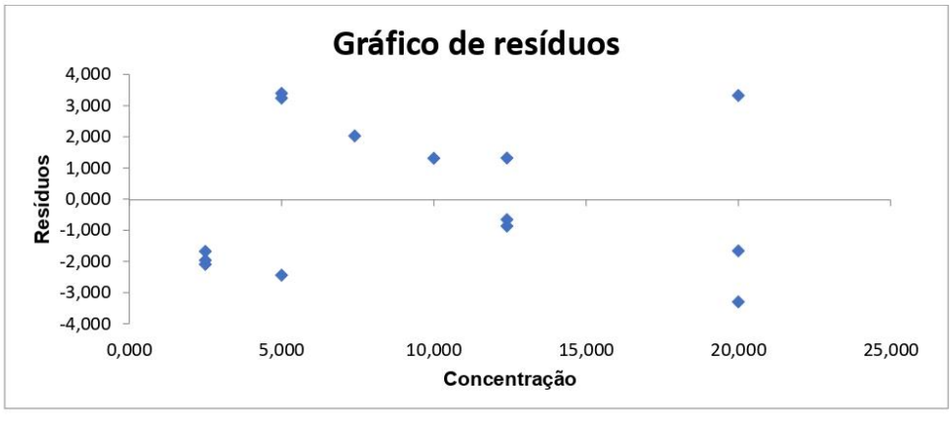


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 5,000; 10,000 e 15,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 4,22% e 5,54% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 1,935 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,936 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
2,500	2,103	2,78	4,1E+00	0,7574	84,1
5,000	4,206	2,78	4,1E+00	1,5149	84,1
7,400	6,225	2,78	4,1E+00	2,2420	84,1
10,000	8,412	2,78	4,1E+00	3,0297	84,1
12,400	10,431	2,78	4,1E+00	3,7569	84,1
20,000	16,824	2,78	4,1E+00	6,0595	84,1

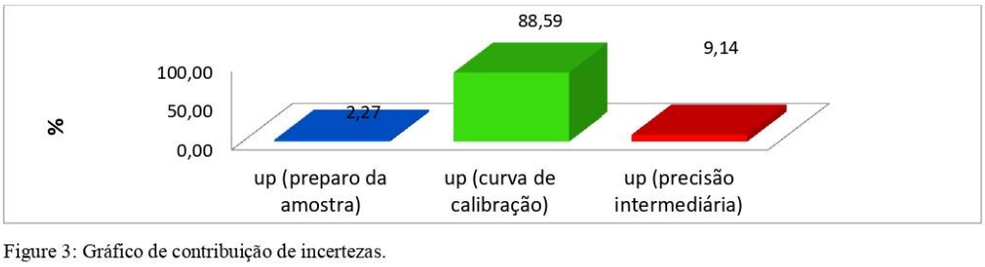


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de tetracloro-eteno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Tetracloro-Eteno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	40,000	1,930		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9431		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,927	Aprovado
					1,550	Aprovado
					0,852	Aprovado
					0,539	Aprovado
					0,546	Aprovado
					1,684	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	5,000	ug/L	≤2	0,13		Aprovado
	10,000	ug/L		0,14		Aprovado
	15,000	ug/L		0,20		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	5,000	ug/L	≤2	0,13		Aprovado
	10,000	ug/L		0,13		Aprovado
	15,000	ug/L		0,18		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	5,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	10,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	15,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	5,000	0	40 - 120	67		Aprovado
	10,000	0		51		Aprovado
	15	0		46		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	40,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		100		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,00		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:						

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Tolueno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Tolueno	RP-053/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Micropipetas	MIP-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	BV206
Soluções	
Estoque	OR103/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de tolueno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 0,500; 1,000; 1,480; 2,000; 2,480 e 4,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,500 a 4,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

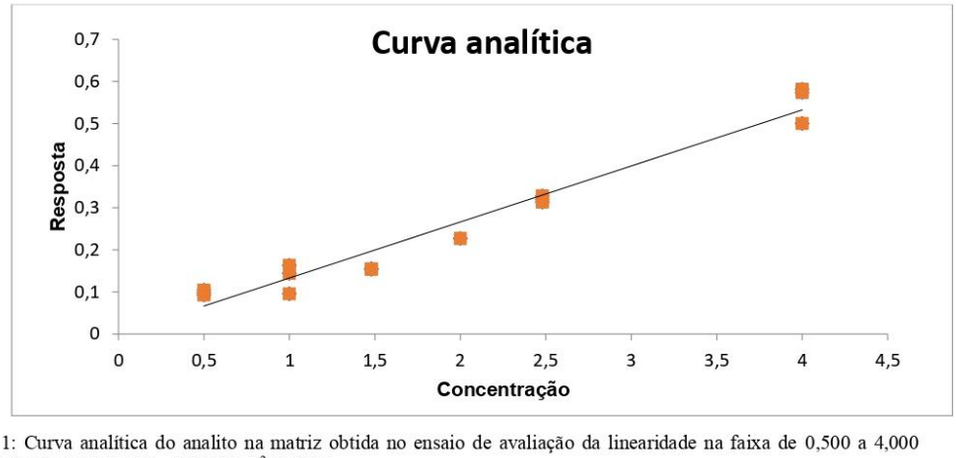


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,1331x – 0,00005*, R^2=0,9616.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P3 (1,480 µg/L), e P4 (2,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

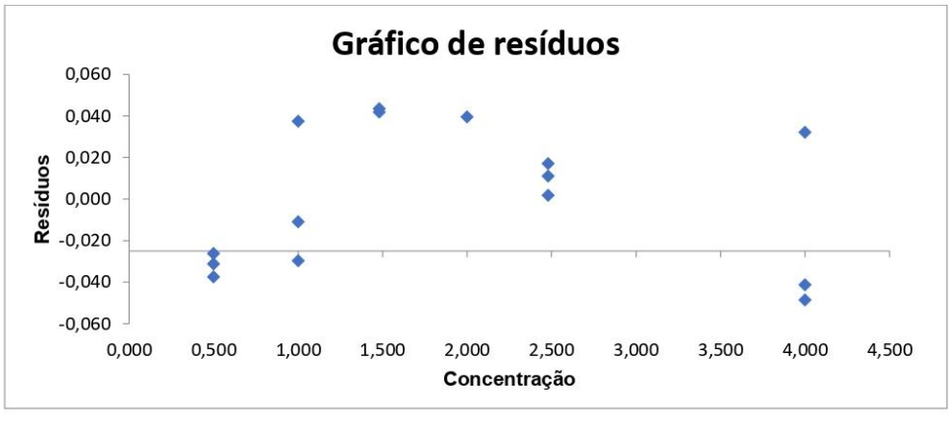


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 1,000; 2,000 e 3,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 25-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 3,45% e 8,82% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,603 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,690 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,500	0,059	2,57	5,4E+00	0,0230	11,8
1,000	0,118	2,57	5,4E+00	0,0459	11,8
1,480	0,175	2,57	5,4E+00	0,0680	11,8
2,000	0,236	2,57	5,4E+00	0,0919	11,8
2,480	0,293	2,57	5,4E+00	0,1139	11,8
4,000	0,472	2,57	5,4E+00	0,1837	11,8

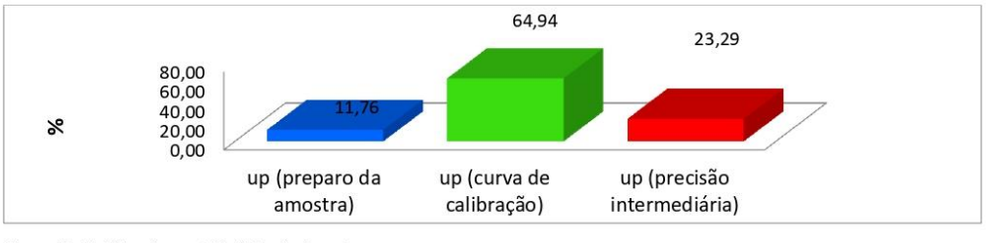


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Tolueno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Tolueno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	170,000	0,690		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9616		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,169	Aprovado
					1,136	Aprovado
					1,319	Aprovado
					1,178	Aprovado
					0,491	Aprovado
					1,706	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	1,000	ug/L	≤2	0,20		Aprovado
	2,000	ug/L		0,12		Aprovado
	3,000	ug/L		0,10		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	1,000	ug/L	≤2	0,19		Aprovado
	2,000	ug/L		0,11		Aprovado
	3,000	ug/L		0,09		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	1,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	2,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	3,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	1,000	ug/L	25 - 120	28		Aprovado
	2,000	ug/L		30		Aprovado
	3	ug/L		30		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	170,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		25 - 120		31		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,21		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 4	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Tricloro-Eteno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Tricloro-Eteno	RP-078/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-001; REL-004
Balão	BV206
Soluções	
Estoque	OR011/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de tricloro-eteno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 5 níveis de concentração 7,500; 15,000; 22,200; 30,000; e 37,200 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 7,500 a 37,200 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

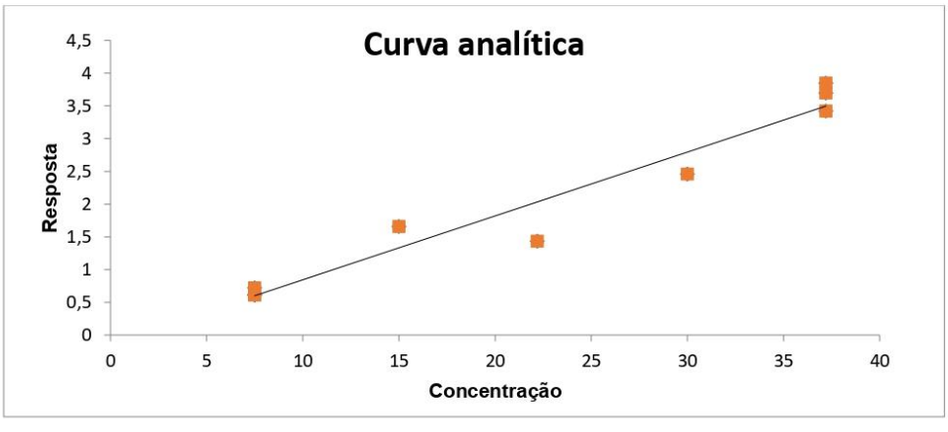


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,0975x – 0,1304*, R^2=0,9473.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (15,000 µg/L), P3 (22,200), e P4 (30,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

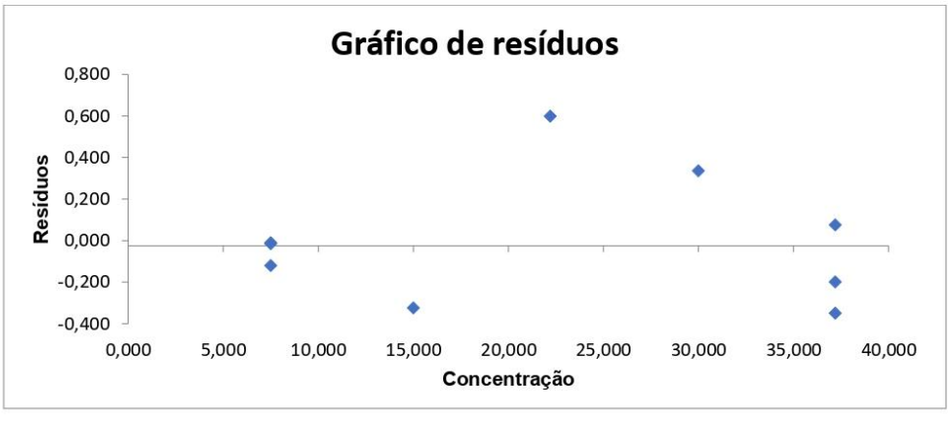


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 15,000; 30,000 e 45,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 4,63% e 9,50% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 4,365 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 5,642 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Expandida - U (%)
7,500	7,659	3,18	3,1E+00	102,1141773
15,000	15,317	3,18	3,1E+00	102,1141773
22,200	22,669	3,18	3,1E+00	102,1141773
30,000	30,634	3,18	3,1E+00	102,1141773
37,200	37,986	3,18	3,1E+00	102,1141773

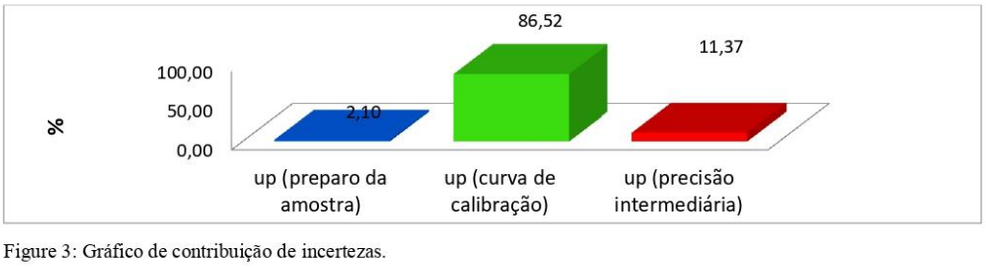


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Tricloro-Eteno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Tricloro-Eteno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	70,000	5,640		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9473		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,396	Aprovado
					1,078	Aprovado
					2,616	Aprovado
					1,133	Aprovado
					1,291	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	15,000	ug/L	≤2	0,33		Aprovado
	30,000	ug/L		0,31		Aprovado
	45,000	ug/L		0,20		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	15,000	ug/L	≤2	0,32		Aprovado
	30,000	ug/L		0,29		Aprovado
	45,000	ug/L		0,18		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	15,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	30,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	45,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	15,000	0	40 - 120	41		Aprovado
	30,000	0		42		Aprovado
	45	0		42		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	70,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		58		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,27		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida — Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio — Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 4	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Cloreto de Vinila

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Cloreto de Vinila	RP129/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	BV206
Soluções	
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de cloreto de vinila em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 1,250; 2,500; 3,700; 5,000; 6,200; e 10,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 1,250 a 10,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

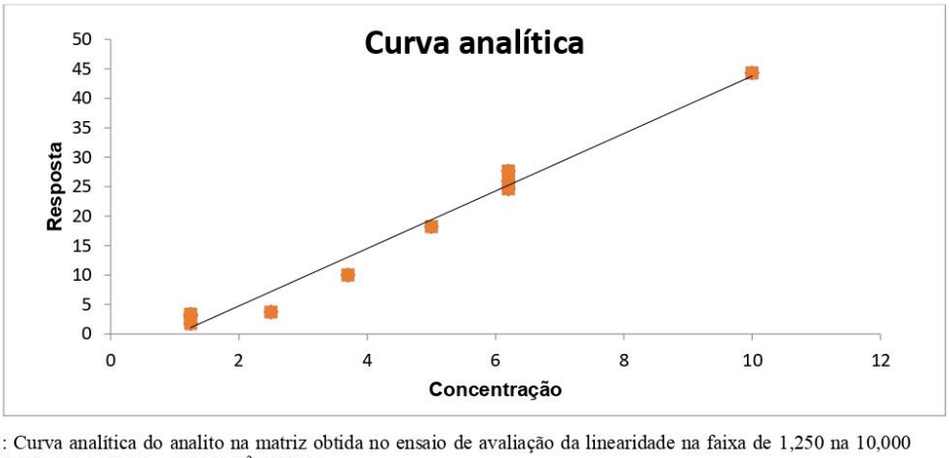


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 1,250 na 10,000 µg/L. Equação $y = 4,8751x - 4,9982$, R^2=0,9788

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (2,500 µg/L), P3 (3,700), P4 (5,000), P7 (10,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

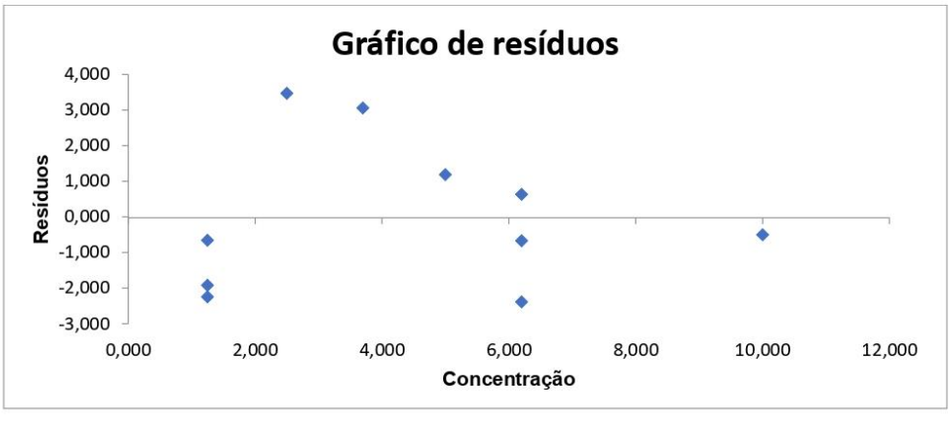


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 2,500; 5,000 e 7,500 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 35-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 5,48% e 26,12% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 1,266 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,511 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Expandida - U (%)
1,250	0,473	2,31	8,3E+00	37,8629859
2,500	0,947	2,31	8,3E+00	37,8629859
3,700	1,401	2,31	8,3E+00	37,8629859
5,000	1,893	2,31	8,3E+00	37,8629859
6,200	2,348	2,31	8,3E+00	37,8629859
7,500	2,840	2,31	8,3E+00	37,8629859
10,000	3,786	2,31	8,3E+00	37,8629859

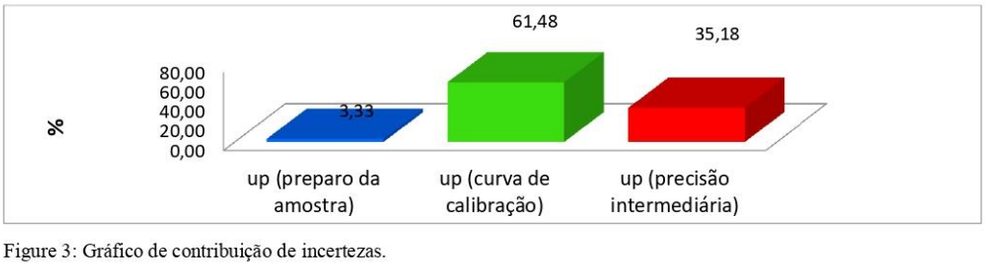


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de cloreto de vinila em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083205700009553475901
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083205700009553475901
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Cloreto de Vinila
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	5,000	1,510		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9788		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,187	Aprovado
					2,002	Aprovado
					1,611	Aprovado
					0,547	Aprovado
					1,205	Aprovado
					0,308	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidada da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	2,500	ug/L	≤2	0,14		Aprovado
	5,000	ug/L		0,08		Aprovado
	7,500	ug/L		0,84		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	2,500	ug/L	≤2	0,20		Aprovado
	5,000	ug/L		0,15		Aprovado
	7,500	ug/L		0,78		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	2,500	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	5,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	7,500	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	2,500	ug/L	35 - 120	56		Aprovado
	5,000	ug/L		37		Aprovado
	7,5	ug/L		36		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	5,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		35 - 120		101		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,11		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

ANEXO IX – FP-050 RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS NVOCS – MÉTODO 2

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 1 de 8	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Aldicarb sulfóxido, Clorpirifós e Pendimetalina

1.2. TÉCNICA

UHPLC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

2.1. Padrões MRC

Composto	Lote interno
Aldicarb sulfóxido	RP-160/21
Clorpirifós	RP-274/21
Pendimetalina	RP-120/21

2.2. Reagentes

Composto	Lote interno
Acetona HPLC	RP-122/21
Acetonitrila PA	RP-023/21
Acetonitrila HPLC	RP-192/21
Ácido cítrico PA	externo
Ácido fórmico PA	RP-124/21
Cloridrato de hidroxilamina PA	externo
Isopropanol HPLC	externo
Metanol HPLC	RP-191/21

2.3. Soluções

2.3.1. Solução estoque

Compostos	Lote	Concentração (µg/L)	Solvente	Balão volumétrico	Balança
Aldicarb sulfóxido	OR030/21	967000	RP-023	D6474	BAL-001
Clorpirifós	OR211/21	1027000	RP-023	D2409	

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

Pendimetalina	OR029/21	1058000	RP-023; RP-124/21	D6451	

2.3.2. Solução intermediária

Solução intermediária 1 (OR282/21)				
Solução estoque	**Lote**	**Micropipeta**	**Balão volumétrico**	**Solvente**
Aldicarb sulfóxido	OR030/21	MIP-014	D6544 (5 mL)	RP-192/21
Clorpirifós	OR211/21	MIP-016		
Solução intermediária 2 (OR213/21)				
Pendimetalina	OR029/21	MIP-014	BV127 (10 mL)	RP-192/21
Solução intermediária 3 (OR214/21)				
Intermediária 2	OR213/21	MIP-014	BV206 (10 mL)	RP-192/21

2.3.3. Solução trabalho

Solução trabalho OR283/21				
Solução	**Lote**	**Micropipeta**	**Balão volumétrico**	**Solvente**
Intermediária 1	OR282/21	MIP-009	BV206 (10 mL)	RP-192/21
Intermediária 3	OR214/21	MIP-009		

2.3.4. Outras soluções

Solução de ácido cítrico 5% m/v (OR072/21)			
Solução	**Lote**	**Balança**	**Balão volumétrico**
Ácido cítrico PA	externo	BAL-001	D4551 (100 mL)
Água tipo I	-	-	
Solução de cloridrato de hidroxilamina 10% m/v (OR071/21)			
Solução	**Lote**	**Balança**	**Balão volumétrico**
Cloridrato de hidroxilamina PA	externo	BAL-001	D4556 (100 mL)
Água tipo I	-	-	
Solução de aditivo – ácido cítrico:cloridrato de hidroxilamina 1:1 (OR085/21)			
Solução	**Lote**	**Micropipeta**	**Volume final**
Ácido cítrico 5% m/v	OR07221	REL-001, cbt 25 mL	40 mL
Clor. Hidroxilamina 10 %m/v	RP-071/21	REL-001, cbt 25 mL	

cbt: *combitip*

2.4. Condições de análise

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

2.4.1. Condições cromatográficas

- Coluna cromatográfica de SPE (Coluna 1): XBridge Direct Connect HP C8 2,1 x 30 mm, 10 µm;
- Temperatura da coluna 1: 25°C;
- Coluna cromatográfica analítica (Coluna 2): Acquity UPLC BEH C18 2,1 x 50 mm, 1,7 µm;
- Temperatura da coluna 2: 30°C;
- Temperatura do amostrador: 25 °C;
- Volume de injeção: 25 µL, em modo *backflush* conforme tabela 3;
- Tempo de corrida analítica: 7,0 minutos;
- Fluxo: 0,5 mL/min;
- Modo de eluição: gradiente, conforme Tabelas 1 e 2.

Tabela 1. Gradiente para bomba Alfa

Tempo (min)	Fluxo (mL/min)	Fase móvel A (%)	Fase móvel B (%)	Curva
Inicial	0,5	99,5	0,5	Inicial
1,60	0,5	99,5	0,5	6
3,00	0,5	5,0	95,0	6
3,70	0,5	5,0	95,0	6
3,71	0,5	99,5	0,5	6
7,00	0,5	99,5	0,5	6

Tabela 2. Gradiente para bomba Beta

Tempo (min)	Fluxo (mL/min)	Fase móvel A (%)	Fase móvel B (%)	Curva
Inicial	0,5	90,0	10,0	Inicial
1,00	0,5	90,0	10,0	6
5,50	0,5	5,0	95,0	6
6,00	0,5	5,0	95,0	6
6,01	0,5	90,0	10,0	6
7,00	0,5	90,0	10,0	6

Tabela 3. Posicionamento das válvulas do *Column Manager* do UPLC (*Event* para SPE *online*) e da entrada do espectrômetro de massas (*Method Events*).

Column Manager para SPE on line		
Tempo (min)	Válvula da esquerda	Válvula da direita
Inicial	Posição 1	Posição 1
1,00	Posição 1	Posição 2
6,80	Posição 1	Posição 1
Entrada no espectrômetro de massas		
Tempo (min)	Posição	

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

Inicial	waste
1,00	LC
6,80	waste

2.4.2. Condições do espectrômetro de massas

- Modo de ionização: ESI+.
- Voltagem do capilar (kV): 2,0;
- Temperatura de dessolvatação (°C): 600;
- Vazão de dessolvatação (L/h): 800;
- Vazão do cone (L/h): 25;
- Modo de detecção: Monitoramento Múltiplo de Reações (MRM)

3. RESULTADOS

Os resultados estão apresentados individualmente para cada analito, no anexo do presente documento. O resumo apresentado compõe a aba “Resultados” dos registros FP-049 – Planilha de Verificação e Validação de Métodos rev. 01.

4. CONCLUSÃO

O método desenvolvido e validado empregando a SPE online-UHPLC-MS/MS é adequado para a determinação de aldicarb sulfóxido, clorpirifós e pendimetalina em água subterrânea.

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 5 de 8	

ESCOPO							
Analito/parâmetro:	Aldicarb sulfóxido						
Técnica:	UHPLC-MS/MS						
Matriz:	Água subterrânea						
RESULTADOS							
Parâmetro avaliado			**Critério**		**Valor encontrato**		**Conclusão**
Linearidade							
Faixa de Trabalho	Limite Inferior		<	3,000	1,399		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2		≥	0,9	0,9832		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)		≤		Maior Valor por ponto	1,009	Aprovado
						1,406	Aprovado
						1,049	Aprovado
						1,304	Aprovado
						1,365	Aprovado
						1,801	Aprovado
						1,849	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran		C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
					0,2973	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível							
	Concentração	Unidade			F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)	3	ug/L	F calc < F tab		14,47	6,388	As variâncias são estatisticamente diferentes
	4,2	ug/L	F calc < F tab		4,08	6,388	As variâncias são estatisticamente iguais
	5,4	ug/L	F calc < F tab		3,58	6,388	As variâncias são estatisticamente iguais
	Concentração	Unidade			t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações	3	ug/L	t calc < t tab			2,306	
Teste t - Comparação das médias das concentrações	4,2	ug/L	t calc < t tab		2,194	2,306	Não há efeito matriz
Teste t - Comparação das médias das concentrações	5,4	ug/L	t calc < t tab		1,501	2,306	Não há efeito matriz
Repetibilidade							
	Concentração	Unidade					
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2		0,34		Aprovado
	4,200	ug/L			0,08		Aprovado
	5,400	ug/L			0,13		Aprovado
Precisão Intermediária							
	Concentração	Unidade					
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2		0,26		Aprovado
	4,200	ug/L			0,14		Aprovado
	5,400	ug/L			0,28		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	3,000	ug/L	F calc < F tab		4,12	5,050	Aprovado
	4,200	ug/L			3,26	5,050	Aprovado
	5,400	ug/L			1,87	5,050	Aprovado
Tendência/Recuperação							
	Concentração	Unidade					
Recuperação (%)	3,000	ug/L	40	120	118		Aprovado
	4,200	ug/L			103		Aprovado
	5,4	ug/L			96		Aprovado
LD e LQ							
LD			Não se aplica		0,316		Aprovado
LQ			≤ VMP	3,000	1,399		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)			40	120	104		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT			≤ 2,0		0,14		Aprovado

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 6 de 8	

ESCOPO							
Analito/parâmetro:	Clorpirifós						
Técnica:	UHPLC-MS/MS						
Matriz:	Água subterrânea						
RESULTADOS							
Parâmetro avaliado			**Critério**		**Valor encontrato**		**Conclusão**
Linearidade							
Faixa de Trabalho	Limite Inferior		<	2,000	0,352		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2		≥	0,9	0,9967		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)		≤		Maior Valor por ponto	1,911	Aprovado
						1,918	Aprovado
						1,185	Aprovado
						0,735	Aprovado
						2,042	Aprovado
						1,150	Aprovado
						1,234	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran		C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
					0,2588	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível							
	Concentração	Unidade			F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)	2	ug/L	F calc < F tab		2,66	6,388	As variâncias são estatisticamente iguais
	2,8	ug/L	F calc < F tab		1,21	6,388	As variâncias são estatisticamente iguais
	3,6	ug/L	F calc < F tab		1,26	6,388	As variâncias são estatisticamente iguais
	Concentração	Unidade			t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações	2	ug/L	t calc < t tab		2,759	2,306	Há efeito matriz
Teste t - Comparação das médias das concentrações	2,8	ug/L	t calc < t tab		6,065	2,306	Há efeito matriz
Teste t - Comparação das médias das concentrações	3,6	ug/L	t calc < t tab		0,093	2,306	Não há efeito matriz
Repetibilidade							
	Concentração	Unidade					
Horrat (HORwitz RATio)	2,000	ug/L	≤2		0,07		Aprovado
	2,800	ug/L			0,08		Aprovado
	3,600	ug/L			0,11		Aprovado
Precisão Intermediária							
	Concentração	Unidade					
Horrat (HORwitz RATio)	2,000	ug/L	≤2		0,11		Aprovado
	2,800	ug/L			0,08		Aprovado
	3,600	ug/L			0,14		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	2,000	ug/L	F calc < F tab		2,80	5,050	Aprovado
	2,800	ug/L			1,26	5,050	Aprovado
	3,600	ug/L			4,73	5,050	Aprovado
Tendência/Recuperação							
	Concentração	Unidade					
Recuperação (%)	2,000	ug/L	40	120	99		Aprovado
	2,800	ug/L			103		Aprovado
	3,6	ug/L			99		Aprovado
LD e LQ							
LD			Não se aplica		0,080		Aprovado
LQ			≤ VMP	2,000	0,352		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)			40	120	90		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT			≤ 2,0		0,06		Aprovado

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 7 de 8	

ESCOPO							
Analito/parâmetro:	Pendimetalina						
Técnica:	UHPLC-MS/MS						
Matriz:	Água subterrânea						
RESULTADOS							
Parâmetro avaliado			**Critério**		**Valor encontrato**		**Conclusão**
Linearidade							
Faixa de Trabalho	Limite Inferior		<	0,100	0,035		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2		≥	0,9	0,9918		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)		≤		Maior Valor por ponto	1,463	Aprovado
						1,142	Aprovado
						1,880	Aprovado
						1,276	Aprovado
						1,269	Aprovado
						0,849	Aprovado
						1,887	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran		C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
					0,2166	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível							
	Concentração	Unidade			F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)	0,1	ug/L	F calc < F tab		66,72	6,388	As variâncias são estatisticamente diferentes
	0,14	ug/L	F calc < F tab		1,60	6,388	As variâncias são estatisticamente iguais
	0,18	ug/L	F calc < F tab		1,37	6,388	As variâncias são estatisticamente iguais
	Concentração	Unidade			t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações	0,1	ug/L	t calc < t tab			2,306	
Teste t - Comparação das médias das concentrações	0,14	ug/L	t calc < t tab		0,920	2,306	Não há efeito matriz
Teste t - Comparação das médias das concentrações	0,18	ug/L	t calc < t tab		0,897	2,306	Não há efeito matriz
Repetibilidade							
	Concentração	Unidade					
Horrat (HORwitz RATio)	0,100	ug/L	≤2		0,18		Aprovado
	0,140	ug/L			0,06		Aprovado
	0,180	ug/L			0,08		Aprovado
Precisão Intermediária							
	Concentração	Unidade					
Horrat (HORwitz RATio)	0,100	ug/L	≤2		0,15		Aprovado
	0,140	ug/L			0,05		Aprovado
	0,180	ug/L			0,07		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,100	ug/L	F calc < F tab		4,66	5,050	Aprovado
	0,140	ug/L			2,56	5,050	Aprovado
	0,180	ug/L			4,27	5,050	Aprovado
Tendência/Recuperação							
	Concentração	Unidade					
Recuperação (%)	0,100	ug/L	40	120	118		Aprovado
	0,140	ug/L			107		Aprovado
	0,18	ug/L			101		Aprovado
LD e LQ							
LD			Não se aplica		0,008		Aprovado
LQ			≤ VMP	0,100	0,035		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)			40	120	94		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT			≤ 2,0		0,07		Aprovado

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

Elaboração: Millena C F Avelar	**Data:** 26/04/2022
Aprovação: Ricardo Mathias Orlando	**Data:** 26/04/2022

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

ANEXO X – FP-050 RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS SVOCS

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 2	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Aldrin

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Aldrin	RP – 104/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-008
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5576, D6581
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR0365/21
Solução estoque	OR-158

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de aldrin em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Os critérios de validação para os parâmetros linearidade, precisão intermediária e recuperação não foram atingidos para todos os níveis estudados. O limite de quantificação do método ficou acima do VMP da resolução CONAMA 396.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

Não se aplica.

5. CONCLUSÃO

O método não é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de aldrin em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial não foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Aldrin
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,030	0,088		Reprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,8924		Reprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,722	Aprovado
					0,710	Aprovado
					1,858	Aprovado
					1,919	Aprovado
					1,572	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,5036	0,6838	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,016	ug/L	≤2	-1,09		Aprovado
	0,022	ug/L		0,52		Aprovado
	0,028	ug/L		0,63		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,016	ug/L	≤2	17,92		Reprovado
	0,022	ug/L		1,95		Aprovado
	0,028	ug/L		0,87		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,016	ug/L	F calc < F tab	3,65	5,050	Aprovado
	0,022	ug/L		126,30	5,050	Reprovado
	0,028	ug/L		5,91	5,409	Reprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,016	ug/L	40 - 140	-24		Reprovado
	0,022	ug/L		25		Reprovado
	0,028116	ug/L		43		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,023		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,030	0,088		Reprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 140		43		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		1,87		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Não

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10//2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Dieldrin

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Dieldrin	RP – 135/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-008
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5576, D6451
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR0365/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de dieldrin em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 0,013; 0,016; 0,019; 0,022; 0,025; 0,028; e 0,032 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,013 a 0,032 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

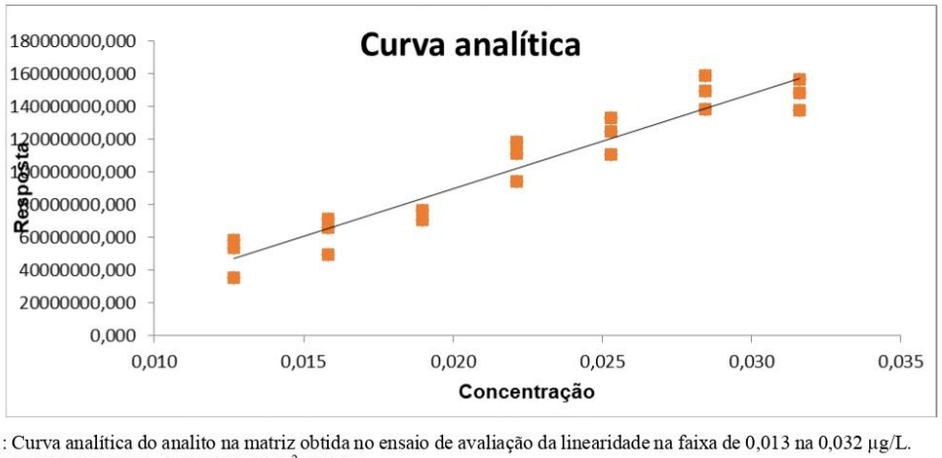


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,013 na 0,032 µg/L. Equação *y= 5808253064x - 26505452,89*, R^2=0,9196

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados um valor outlier foi encontrado e removido no nível P3 (0,019 µg/L). A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

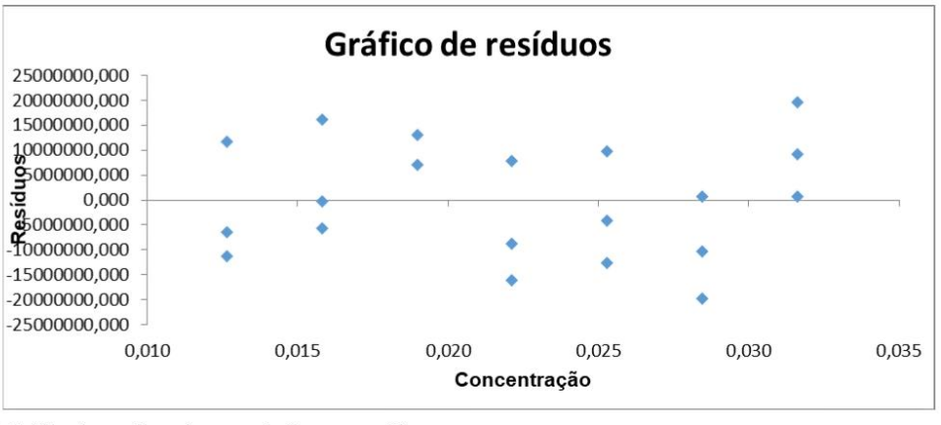


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 0,016; 0,022 e 0,028 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-140% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 5,39% e 14,86% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 0,002 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,009 µg/L; no nível P1 da curva 0,013 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,013	0,004	2,31	8,0E+00	0,0015	27,7
0,016	0,004	2,31	8,0E+00	0,0019	27,7
0,019	0,005	2,31	8,0E+00	0,0023	27,7
0,022	0,006	2,31	8,0E+00	0,0027	27,7
0,025	0,007	2,31	8,0E+00	0,0030	27,7
0,028	0,008	2,31	8,0E+00	0,0034	27,7
0,032	0,009	2,31	8,0E+00	0,0038	27,7

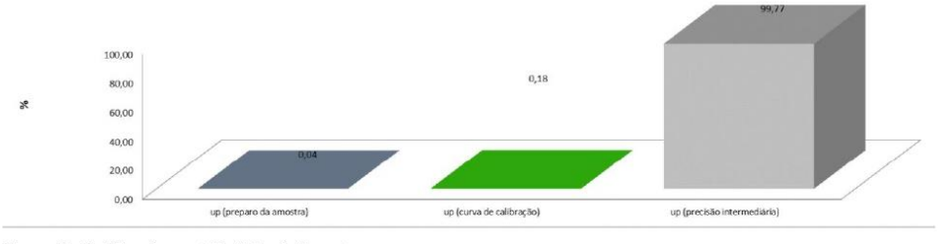


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de dieldrin em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Dieldrin
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,030	0,009		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9196		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,101	Aprovado
					1,508	Aprovado
					1,166	Aprovado
					1,468	Aprovado
					1,121	Aprovado
					1,908	Aprovado
					1,961	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,1974	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						

Repetibilidade

	Concentração	Unidade			Conclusão
Horrat (HORwitz RATio)	0,016	ug/L	≤2	0,06	Aprovado
	0,022	ug/L		0,14	Aprovado
	0,028	ug/L		0,16	Aprovado

Precisão Intermediária

	Concentração	Unidade				Conclusão
Horrat (HORwitz RATio)	0,016	ug/L	≤2	0,11		Aprovado
	0,022	ug/L		0,19		Aprovado
	0,028	ug/L		0,14		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,016	ug/L	F calc < F tab	1,22	5,409	Aprovado
	0,022	ug/L		2,57	5,409	Aprovado
	0,028	ug/L		1,53	9,013	Aprovado

Tendência/Recuperação

	Concentração	Unidade				Conclusão
Recuperação (%)	0,016	0	40	- 140	103	Aprovado
	0,022	0			104	Aprovado
	0,028458	0			99	Aprovado

LD e LQ

				Conclusão
LD	Não se aplica		0,002	Aprovado
LQ	≤ VMP	0,030	0,009	Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	40	- 140	129	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0		0,06	Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim.

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio Aprovação: Wellington F. Avarenga

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Endrin

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Endrin	RP – 142/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-015
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5576, 10567
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR0365/21
Estoque	OR149/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de endrin em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083313800009553475842
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083313800009553475842
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:33

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 0,479; 0,599; 0,719; 0,838; 0,958; 1,078; e 1,198 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,479 a 1,198 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

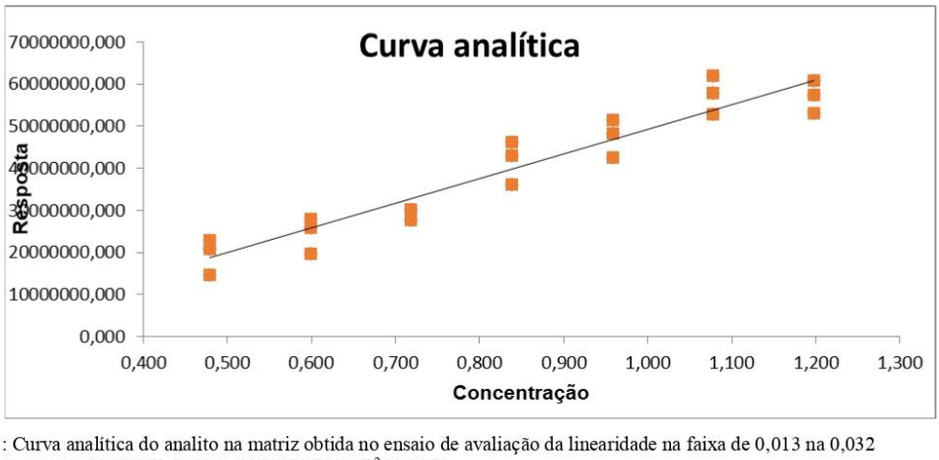


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,013 na 0,032 µg/L. Equação *y= 58477171,0253x - 9300473,1284*, R^2=0,9155.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados um valor outlier foi encontrado e removido no nível P3 (0,719 µg/L). A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

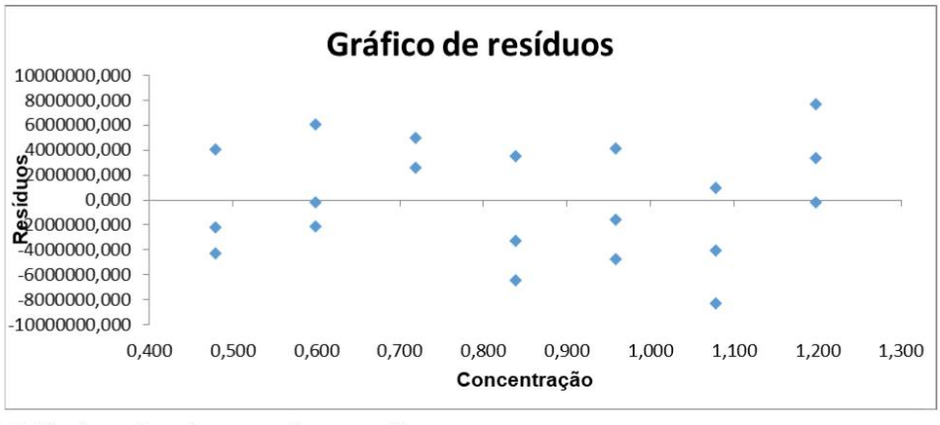


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 0,599; 0,838 e 1,078 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-140% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 5,22% e 14,96% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 0,085 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,329 µg/L; no nível P1 da curva 0,479 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,479	0,136	2,31	8,1E+00	0,0589	28,3
0,599	0,170	2,31	8,1E+00	0,0736	28,3
0,719	0,204	2,31	8,1E+00	0,0883	28,3
0,838	0,238	2,31	8,1E+00	0,1030	28,3
0,958	0,271	2,31	8,1E+00	0,1177	28,3
1,078	0,305	2,31	8,1E+00	0,1324	28,3
1,198	0,339	2,31	8,1E+00	0,1472	28,3

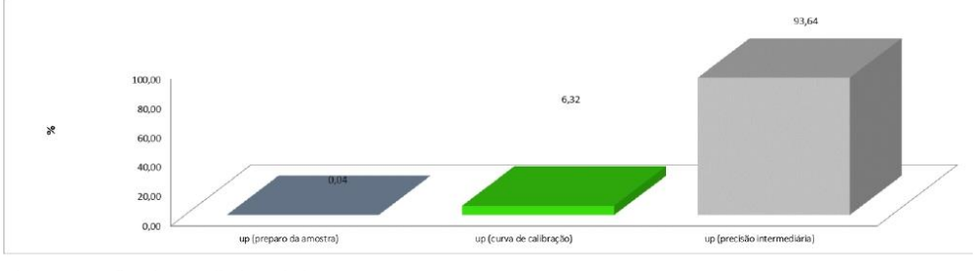


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de endrin em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Endrin
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,600	0,329		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9155		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,024	Aprovado
					1,449	Aprovado
					1,142	Aprovado
					1,499	Aprovado
					1,078	Aprovado
					2,068	Aprovado
					1,972	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,2112	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						

Repetibilidade

	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,599	ug/L	≤2		0,11	Aprovado
	0,838	ug/L			0,24	Aprovado
	1,078	ug/L			0,28	Aprovado

Precisão Intermediária

	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,599	ug/L	≤2		0,19	Aprovado
	0,838	ug/L			0,32	Aprovado
	1,078	ug/L			0,25	Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,599	ug/L	F calc < F tab		1,14	5,409 Aprovado
	0,838	ug/L			2,54	5,409 Aprovado
	1,078	ug/L			1,57	9,013 Aprovado

Tendência/Recuperação

	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,599	0	40	- 140	103	Aprovado
	0,838	0			105	Aprovado
	1,07784	0			100	Aprovado

LD e LQ

LD	Não se aplica		0,085	Aprovado
LQ	≤ VMP	0,600	0,329	Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	40	- 140	130	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0		0,10	Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim.

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 2	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Heptacloro

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Heptacloro	RP – 088/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-008
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5576, BV127
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR0365/21
Solução estoque	OR-306/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de heptacloro em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Os critérios de validação para o parâmetro recuperação não foram atingidos para os três níveis de concentração, P2, P4 e P6, estudados.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

Não se aplica.

5. CONCLUSÃO

O método não é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de heptacloro em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial não foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Heptacloro
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,030	0,014		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9485		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,554	Aprovado
					1,335	Aprovado
					1,300	Aprovado
					0,974	Aprovado
					0,801	Aprovado
					1,277	Aprovado
					2,033	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3718	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,016	ug/L	≤2	0,11		Aprovado
	0,022	ug/L		0,10		Aprovado
	0,029	ug/L		0,09		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,016	ug/L	≤2	0,12		Aprovado
	0,022	ug/L		0,29		Aprovado
	0,029	ug/L		0,13		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,016	ug/L	F calc < F tab	2,42	9,013	Aprovado
	0,022	ug/L		3,98	5,409	Aprovado
	0,029	ug/L		3,53	5,409	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,016	ug/L	40 - 120	128		Reprovado
	0,022	ug/L		134		Reprovado
	0,028764	ug/L		133		Reprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,004		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,030	0,014		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		133		Reprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,10		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Não

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 2	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Heptacloro Epóxido

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Heptacloro Epóxido	RP – 089/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-008
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5576, RBC10567
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR0365/21
Solução estoque	OR-307/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de heptacloro epóxido em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Os critérios de validação para os parâmetros linearidade, precisão intermediária e recuperação não foram atingidos para todos os níveis estudados.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

Não se aplica.

5. CONCLUSÃO

O método não é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de heptacloro epóxido em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial não foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Heptacloro Epóxido
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,030	0,024		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,8028		Reprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,430	Aprovado
					1,130	Aprovado
					1,482	Aprovado
					1,887	Aprovado
					1,812	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,2840	0,6838	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,016	ug/L	≤2	0,15		Aprovado
	0,022	ug/L		0,94		Aprovado
	0,028	ug/L		0,18		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,016	ug/L	≤2	0,47		Aprovado
	0,022	ug/L		0,68		Aprovado
	0,028	ug/L		0,20		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,016	ug/L	F calc < F tab	6,69	5,409	Reprovado
	0,022	ug/L		5,94	9,013	Aprovado
	0,028	ug/L		1,95	5,409	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,016	ug/L	40 - 160	95		Aprovado
	0,022	ug/L		65		Aprovado
	0,028476	ug/L		149		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,006		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,030	0,024		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 160		209		Reprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,10		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Não

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Hexaclorobenzeno

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Hexaclorobenzeno	RP – 096/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-013
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5576, C9849
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR0365/21
Estoque	OR310/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de hexaclorobenzeno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 0,804; 1,004; 1,205; 1,406; 1,607 e 1,808 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,804 a 1,808 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

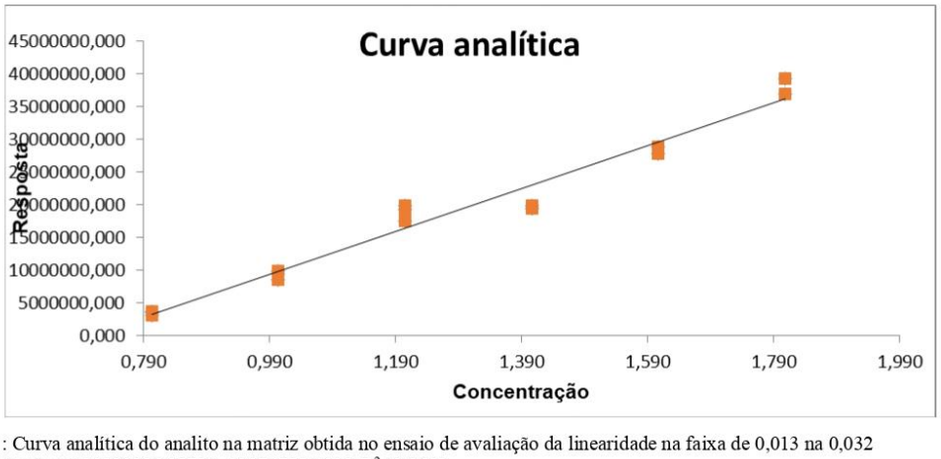


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,013 na 0,032 µg/L. Equação *y=32802986,2571x -23074751,4800*, R^2=0,9683.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados 3 valores outliers foram encontrados e removidos nos níveis P4 (1,406 µg/L), P5 (1,607 µg/L) e P6 (1,808 µg/L). A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

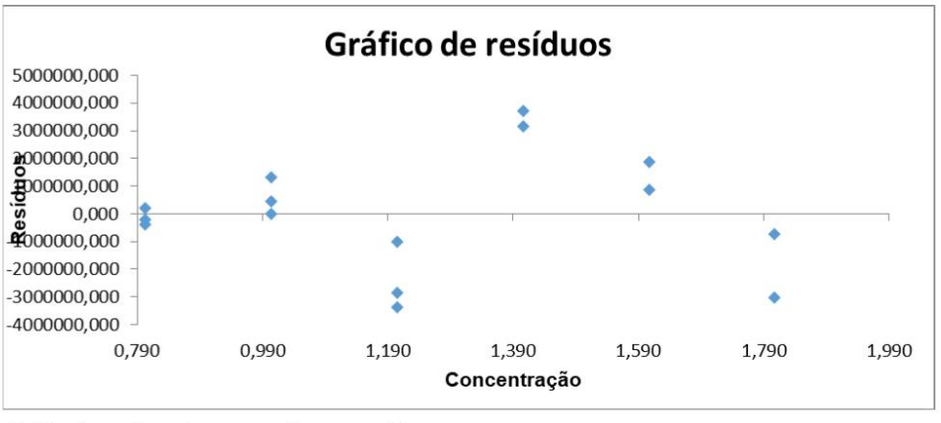


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 1,004; 1,406 e 1,808 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 60-140% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 9,07% e 20,79% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 0,243 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,943 µg/L; no nível P1 da curva 0,804 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,804	0,312	2,31	8,1E+00	0,1354	38,9
1,004	0,390	2,31	8,1E+00	0,1692	38,9
1,205	0,468	2,31	8,1E+00	0,2031	38,9
1,406	0,546	2,31	8,1E+00	0,2369	38,9
1,607	0,624	2,31	8,1E+00	0,2708	38,9
1,808	0,702	2,31	8,1E+00	0,3046	38,9

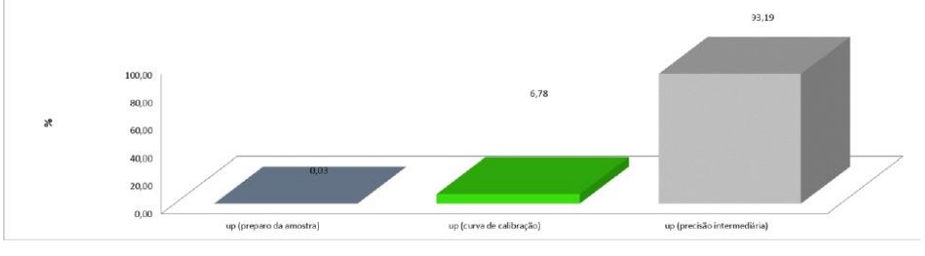


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de hexaclorobenzeno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Hexaclorobenzeno
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	1,000	0,943		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9683		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,183	Aprovado
					0,633	Aprovado
					1,735	Aprovado
					1,990	Aprovado
					0,928	Aprovado
					1,750	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,4929	0,6161	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	1,004	ug/L	≤2	0,20		Aprovado
	1,406	ug/L		0,35		Aprovado
	1,808	ug/L		0,23		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	1,004	ug/L	≤2	0,29		Aprovado
	1,406	ug/L		0,48		Aprovado
	1,808	ug/L		0,44		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	1,004	ug/L	F calc < F tab	3,20	5,409	Aprovado
	1,406	ug/L		1,28	9,013	Aprovado
	1,808	ug/L		6,52	12,060	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	1,004	ug/L	60 - 140	111		Aprovado
	1,406	ug/L		101		Aprovado
	1,807974	ug/L		104		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,243		Aprovado
LQ		≤ VMP	1,000	0,943		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		60 - 140		131		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,19		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim.

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Lindano (gama-BHC)

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Lindano	RP – 098/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-013
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5576, C81432
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR0365/21
Solução estoque	OR-232/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de lindano em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Os critérios de validação para os parâmetros linearidade e limite de quantificação não foram atingidos. O limite de quantificação calculado ficou acima do VMP da resolução CONAMA 396.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

Não se aplica.

5. CONCLUSÃO

O método não é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de lindano (gama-BHC) em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial não foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Lindano
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	2,000	5,108		Reprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,8524		Reprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,564	Aprovado
					1,209	Aprovado
					1,980	Aprovado
					1,858	Aprovado
					1,134	Aprovado
					1,374	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3447	0,6161	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	1,988	ug/L	≤2	0,48		Aprovado
	2,783	ug/L		1,18		Aprovado
	3,578	ug/L		0,43		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	1,988	ug/L	≤2	1,15		Aprovado
	2,783	ug/L		1,14		Aprovado
	3,578	ug/L		0,61		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	1,988	ug/L	F calc < F tab	1,08	9,013	Aprovado
	2,783	ug/L		1,44	5,409	Aprovado
	3,578	ug/L		4,31	5,409	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	1,988	0	60 - 140	64		Aprovado
	2,783	0		68		Aprovado
	3,5784	0		114		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		1,313		Aprovado
LQ		≤ VMP	2,000	5,108		Reprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		60 - 140		161		Reprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,47		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Não

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

p,p'-DDD

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
p,p'-DDD	RP – 064/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-013
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5576, D6598
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR0365/21
Solução estoque	OR163/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de p,p'-DDD em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083389300009553477387
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083389300009553477387
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:34

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 0,554; 0,693; 0,831; 1,108; 1,247 e 1,385 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,554 a 1,385 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

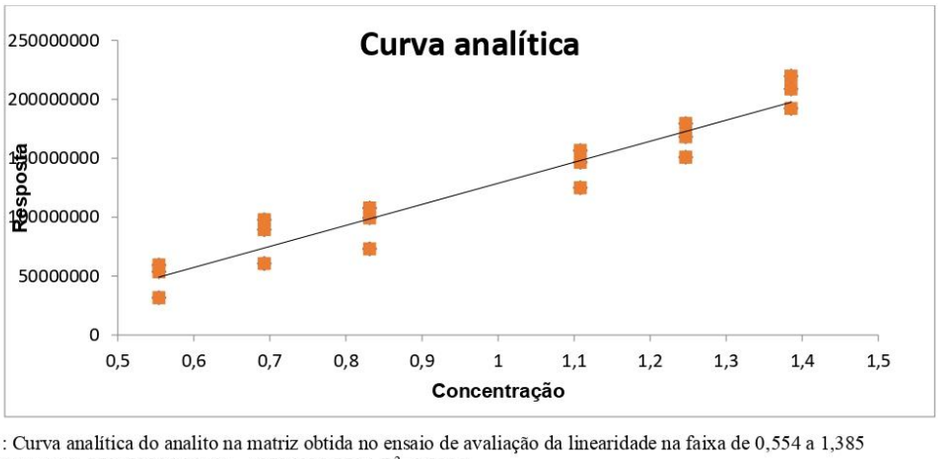


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,554 a 1,385 µg/L. Equação *y= 178479105,3040x - 49736885,7786*, R^2=0,9282.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados não foram encontrados valores anômalos. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

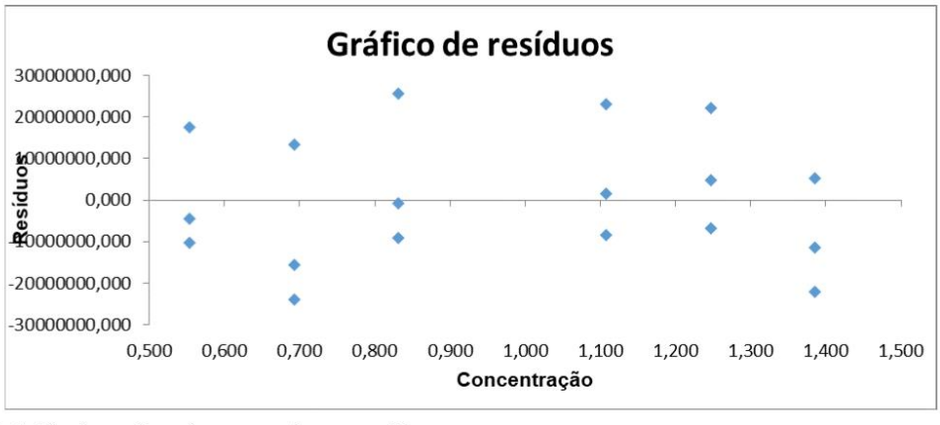


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 0,693; 0,970 e 1,247 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-160% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 8,10% e 22,71% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 0,101 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,394 µg/L; no nível P1 da curva 0,554 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,554	0,211	2,31	8,0E+00	0,0915	38,1
0,693	0,264	2,31	8,0E+00	0,1144	38,1
0,831	0,317	2,31	8,0E+00	0,1373	38,1
1,108	0,422	2,31	8,0E+00	0,1831	38,1
1,247	0,475	2,31	8,0E+00	0,2060	38,1
1,385	0,528	2,31	8,0E+00	0,2289	38,1

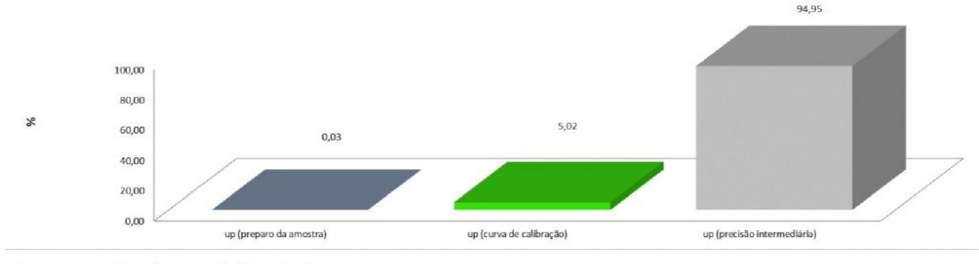


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de p,p'-DDD em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	DDD
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	2,000	0,394		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9282		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,241	Aprovado
					1,694	Aprovado
					1,797	Aprovado
					1,584	Aprovado
					1,537	Aprovado
					1,609	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,2405	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						

Repetibilidade

	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,693	ug/L	≤2		0,27	Aprovado
	0,970	ug/L			0,50	Aprovado
	1,247	ug/L			0,18	Aprovado

Precisão Intermediária

	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,693	ug/L	≤2		0,26	Aprovado
	0,970	ug/L			0,47	Aprovado
	1,247	ug/L			0,21	Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,693	ug/L	F calc < F tab		4,00 < 9,013	Aprovado
	0,970	ug/L			1,10 < 5,409	Aprovado
	1,247	ug/L			4,37 < 9,013	Aprovado

Tendência/Recuperação

	Concentração	Unidade					
Recuperação (%)	0,693	ug/L	40	-	160	108	Aprovado
	0,970	ug/L				93	Aprovado
	1,246662	ug/L				102	Aprovado

LD e LQ

LD	Não se aplica			0,101	Aprovado
LQ	≤ VMP	2,000		0,394	Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	40	-	160	158	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0			0,09	Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim.

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

p,p'-DDT

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
p,p'-DDT	RP – 066/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-013
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5576, D6426
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR0365/21
Solução estoque	OR161/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de p,p'-DDT em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 0,552; 0,691; 0,829; 1,105; 1,243 e 1,381 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,552 a 1,381 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

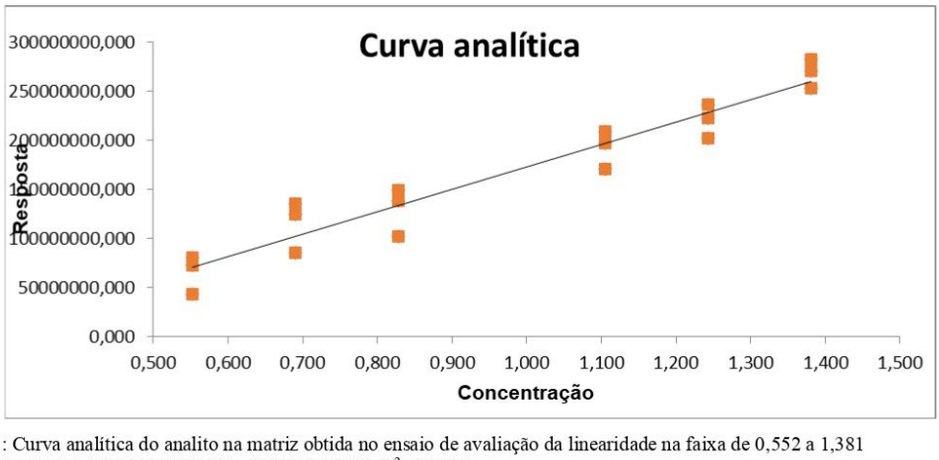


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,552 a 1,381 µg/L. Equação *y= 228390825,7666x - 55600336,5629*, R^2=0,9293.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados não foram encontrados valores anômalos. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

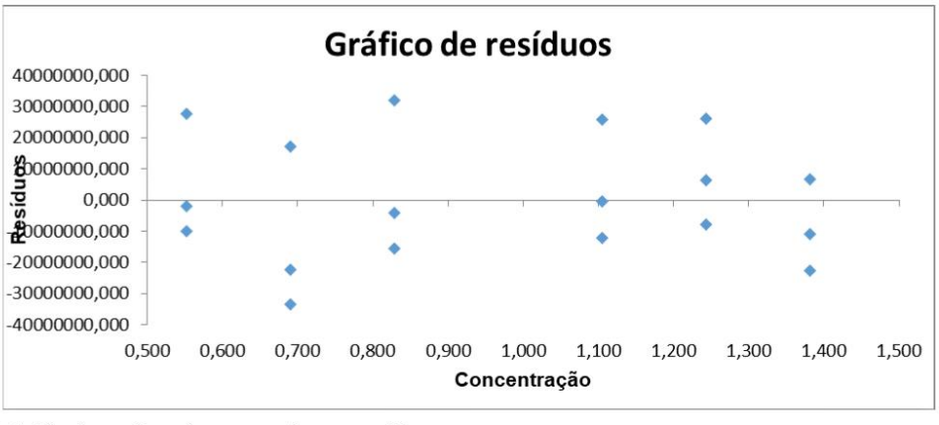


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 0,691; 0,967 e 1,243 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-160% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 7,30% e 26,54% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 0,093 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,363 µg/L; no nível P1 da curva 0,552 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,552	0,226	2,31	8,0E+00	0,0979	40,9
0,691	0,282	2,31	8,0E+00	0,1223	40,9
0,829	0,339	2,31	8,0E+00	0,1468	40,9
1,105	0,451	2,31	8,0E+00	0,1957	40,9
1,243	0,508	2,31	8,0E+00	0,2202	40,9
1,381	0,564	2,31	8,0E+00	0,2447	40,9

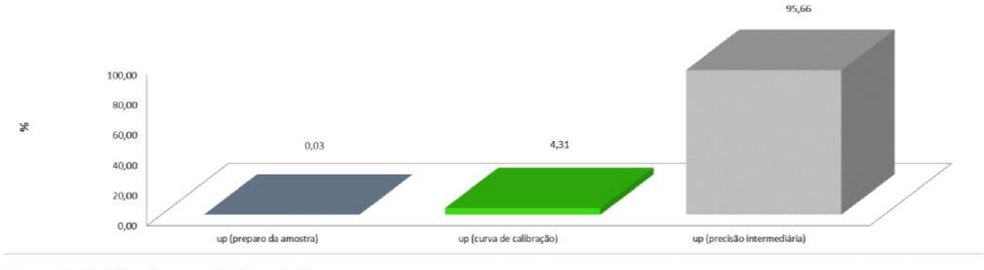


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de p,p'-DDT em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	DDT
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	2,000	0,363		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9293		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,594	Aprovado
					1,907	Aprovado
					1,771	Aprovado
					1,385	Aprovado
					1,433	Aprovado
					1,262	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,2697	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						

Repetibilidade

	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,691	ug/L	≤2		0,29	Aprovado
	0,967	ug/L			0,58	Aprovado
	1,243	ug/L			0,17	Aprovado

Precisão Intermediária

	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,691	ug/L	≤2		0,28	Aprovado
	0,967	ug/L			0,52	Aprovado
	1,243	ug/L			0,20	Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,691	ug/L	F calc < F tab		3,52 / 9,013	Aprovado
	0,967	ug/L			1,31 / 9,013	Aprovado
	1,243	ug/L			4,27 / 9,013	Aprovado

Tendência/Recuperação

	Concentração	Unidade					
Recuperação (%)	0,691	ug/L	40	-	160	109	Aprovado
	0,967	ug/L				92	Aprovado
	1,243098	ug/L				103	Aprovado

LD e LQ

LD	Não se aplica			0,093	Aprovado
LQ	≤ VMP	2,000		0,363	Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	40	-	160	159	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0			0,08	Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim.

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

p,p'-DDE

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
p,p'-DDE	RP – 065/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-013
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5576, D6451
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR0365/21
Solução estoque	OR162/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de p,p'-DDE em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 5 níveis de concentração 0,552; 0,690; 0,828; 1,104; e 1,380 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,690 a 1,381 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

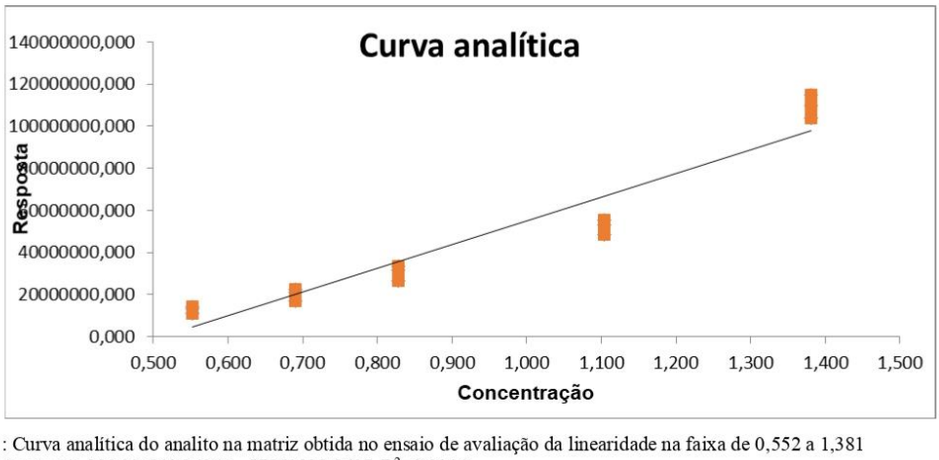


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,552 a 1,381 µg/L. Equação *y= 112664660,2484x - 57562831,9607*, R^2=0,9214.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados não foram encontrados valores anômalos. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica após o tratamento dos valores extremos.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 0,690; 0,966 e 1,242 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-160% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 2,09% e 15,42% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 0,134 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,520 µg/L; no nível 0,690 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,552	0,161	2,31	8,5E+00	0,0697	29,1
0,690	0,201	2,31	8,5E+00	0,0871	29,1
0,828	0,241	2,31	8,5E+00	0,1045	29,1
1,104	0,321	2,31	8,5E+00	0,1394	29,1
1,380	0,402	2,31	8,5E+00	0,1742	29,1

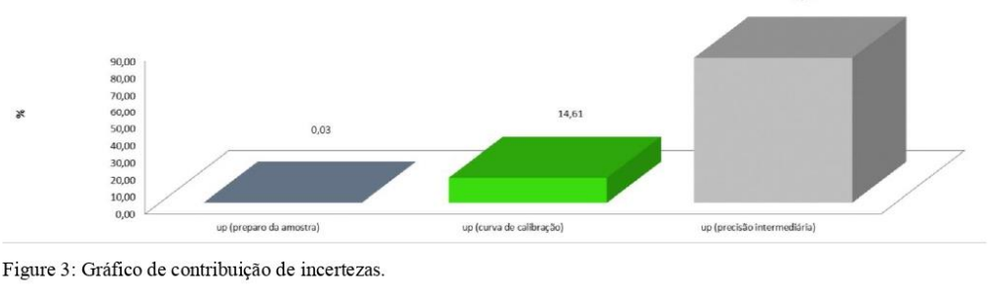


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de p,p'-DDE em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	DDE
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	2,000	0,520		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9214		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,004	Aprovado
					0,299	Aprovado
					0,884	Aprovado
					2,032	Aprovado
					2,011	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,4594	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						

Repetibilidade

	Concentração	Unidade			
Horrat (HORwitz RATio)	0,690	ug/L	≤2	0,26	Aprovado
	0,966	ug/L		0,05	Aprovado
	1,242	ug/L		0,11	Aprovado

Precisão Intermediária

	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,690	ug/L	≤2	0,32		Aprovado
	0,966	ug/L		0,05		Aprovado
	1,242	ug/L		0,13		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,690	ug/L	F calc < F tab	1,82	5,409	Aprovado
	0,966	ug/L		1,03	9,013	Aprovado
	1,242	ug/L		2,05	5,409	Aprovado

Tendência/Recuperação

	Concentração	Unidade					
Recuperação (%)	0,690	ug/L	40	-	160	118	Aprovado
	0,966	ug/L				101	Aprovado
	1,242342	ug/L				95	Aprovado

LD e LQ

LD	Não se aplica			0,134	Aprovado
LQ	≤ VMP	2,000		0,520	Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	40	-	160	118	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0			0,26	Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim. Faixa de trabalho 0,690-1,380 ug/L

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 4	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Trans-Clordano

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Trans-Clordano	RP – 077/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-015
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5576, RBC10567
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR0365/21
Solução estoque	OR309/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de trans-clordano em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 0,080; 0,100; 0120; 0,160; 0,179 e 0,199 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,080 a 0,199 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

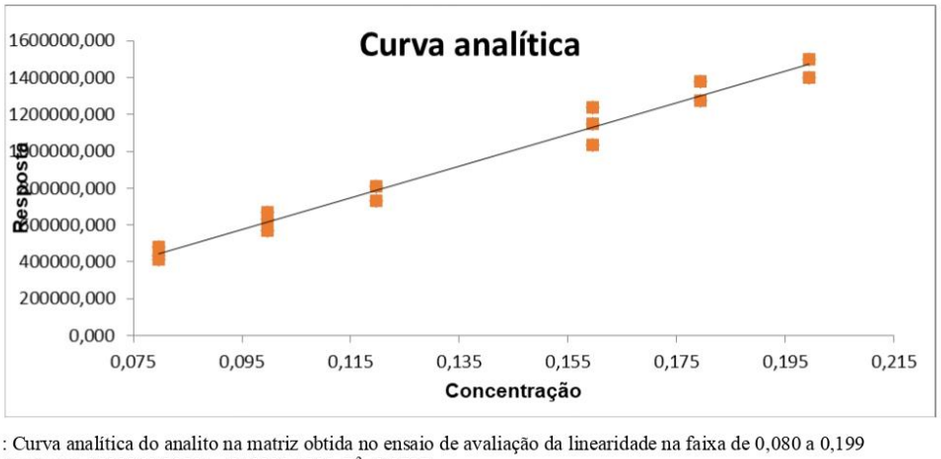


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,080 a 0,199 µg/L. Equação *y= 8599160,5958x- -240108,4103*, R^2=0,9787.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados foram encontrados 3 valores anômalos, um no nível P3 (0,120 µg/L), outro no nível P5 (0,179 µg/L) e em nível P6 (0,199 µg/L). A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

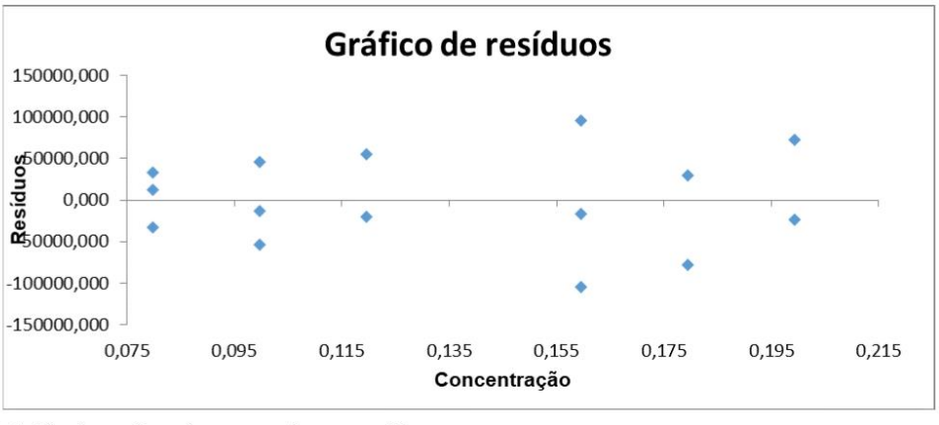


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 0,100; 0,140 e 0,179 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-160% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 12,69% e 25,20% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 0,025 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,097 µg/L; no nível da curva 0,100 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,080	0,047	2,31	8,0E+00	0,0206	59,3
0,100	0,059	2,31	8,0E+00	0,0257	59,3
0,120	0,071	2,31	8,0E+00	0,0309	59,3
0,160	0,095	2,31	8,0E+00	0,0412	59,3
0,179	0,106	2,31	8,0E+00	0,0461	59,3
0,199	0,118	2,31	8,0E+00	0,0512	59,3

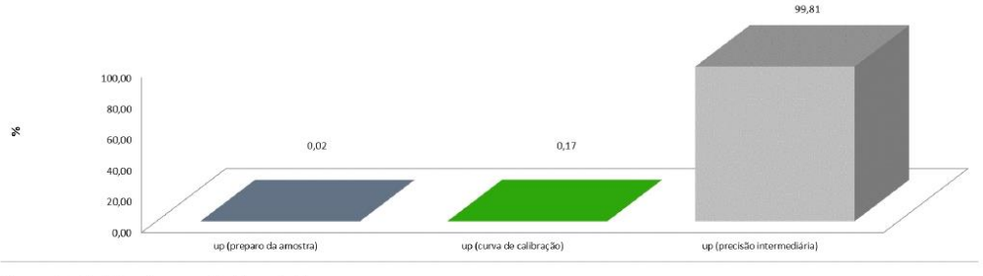


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de trans-clordano em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Trans-Clordano
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,200	0,097		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9787		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,612	Aprovado
					0,986	Aprovado
					0,973	Aprovado
					2,116	Aprovado
					1,514	Aprovado
					1,477	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3735	0,6161	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						

Repetibilidade

	Concentração	Unidade			Conclusão
Horrat (HORwitz RATio)	0,100	ug/L	≤2	0,20	Aprovado
	0,140	ug/L		0,23	Aprovado
	0,179	ug/L		0,43	Aprovado

Precisão Intermediária

	Concentração	Unidade				Conclusão
Horrat (HORwitz RATio)	0,100	ug/L	≤2	0,38		Aprovado
	0,140	ug/L		0,21		Aprovado
	0,179	ug/L		0,33		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,100	ug/L	F calc < F tab	3,42	6,591	Aprovado
	0,140	ug/L		17,39	19,247	Aprovado
	0,179	ug/L		7,35	9,013	Aprovado

Tendência/Recuperação

	Concentração	Unidade				Conclusão
Recuperação (%)	0,100	ug/L	40	- 160	119	Aprovado
	0,140	ug/L			101	Aprovado
	0,17946	ug/L			118	Aprovado

LD e LQ

				Conclusão
LD	Não se aplica		0,025	Aprovado
LQ	≤ VMP	0,200	0,097	Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	40	- 160	118	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0		0,20	Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim. Faixa de trabalho 0,1 a 0,199 ug/L

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083460200009553476591
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083460200009553476591
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 4	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Cis-Clordano

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Cis-Clordano	RP – 163/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-015
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5576, BV206
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR0365/21
Solução estoque	OR305/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de cis-clordano em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 0,080; 0,100; 0120; 0,140; 0,160 e 0,179 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,080 a 0,179 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

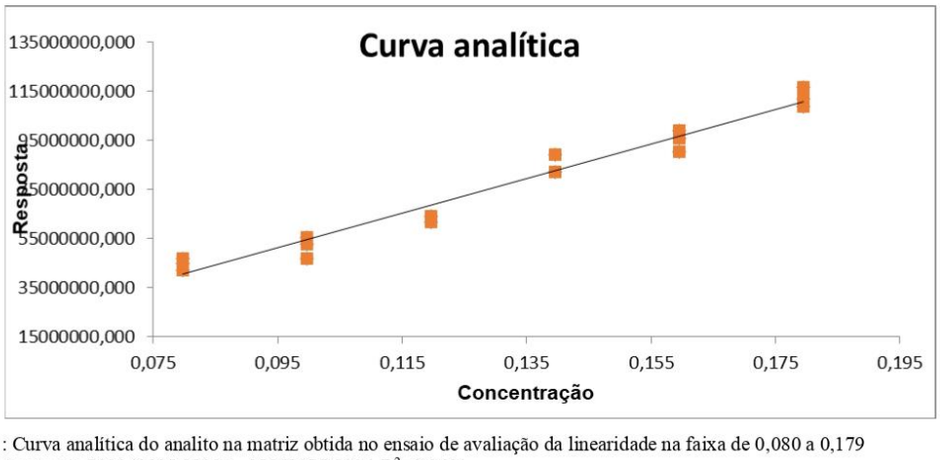


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,080 a 0,179 µg/L. Equação *y= 702240095,1922x - 15560277,0006*, R^2=0,9691.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados foram encontrados 2 valores anômalos, um no nível P3 (0,120 µg/L) e outro no P4 (0,14 µg/L). A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

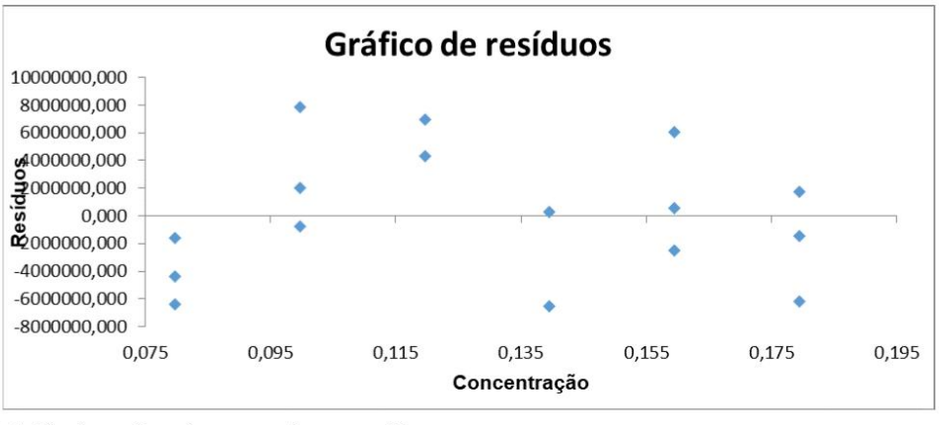


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 0,100; 0,140 e 0,179 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-160% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 8,67% e 25,06% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 0,006 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,024 µg/L; no nível P1 da curva 0,080 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,080	0,038	2,31	8,0E+00	0,0166	47,7
0,100	0,048	2,31	8,0E+00	0,0207	47,7
0,120	0,057	2,31	8,0E+00	0,0248	47,7
0,140	0,067	2,31	8,0E+00	0,0290	47,7
0,160	0,076	2,31	8,0E+00	0,0331	47,7
0,179	0,085	2,31	8,0E+00	0,0370	47,7
0,199	0,095	2,31	8,0E+00	0,0412	47,7

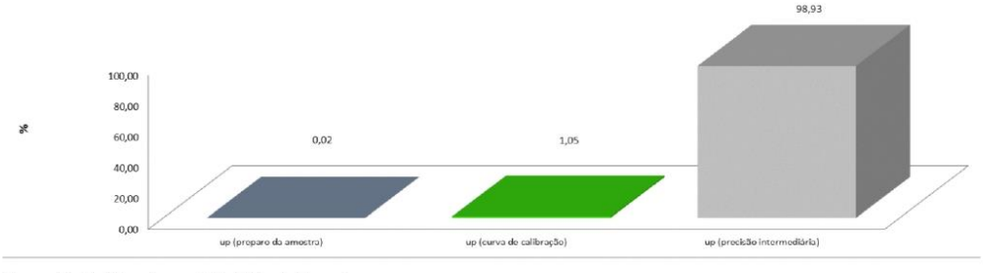


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de cis-clordano em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Cis-Clordano
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,200	0,024		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9691		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,547	Aprovado
					1,876	Aprovado
					1,566	Aprovado
					1,462	Aprovado
					1,364	Aprovado
					1,477	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,2699	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,100	ug/L	≤2	0,14		Aprovado
	0,140	ug/L		0,37		Aprovado
	0,179	ug/L		0,32		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,100	ug/L	≤2	0,39		Aprovado
	0,140	ug/L		0,31		Aprovado
	0,179	ug/L		0,26		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,100	ug/L	F calc < F tab	5,40	5,409	Aprovado
	0,140	ug/L		2,72	9,013	Aprovado
	0,179	ug/L		2,80	9,013	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,100	ug/L	40 - 160	91		Aprovado
	0,140	ug/L		99		Aprovado
	0,17946	ug/L		100		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,006		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,200	0,024		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 160		145		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,03		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim.

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 4	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Benzo[a]antraceno

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Benzo[a]antraceno	RP – 110/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-011
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D1676, BV206
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR366/21
Solução estoque	OR142/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de benzo[a]antraceno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a razão da área do analito pela área do padrão interno.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 5 níveis de concentração 0,041; 0,052; 0,072; 0,093; e 0,103 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,041 a 0,103 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

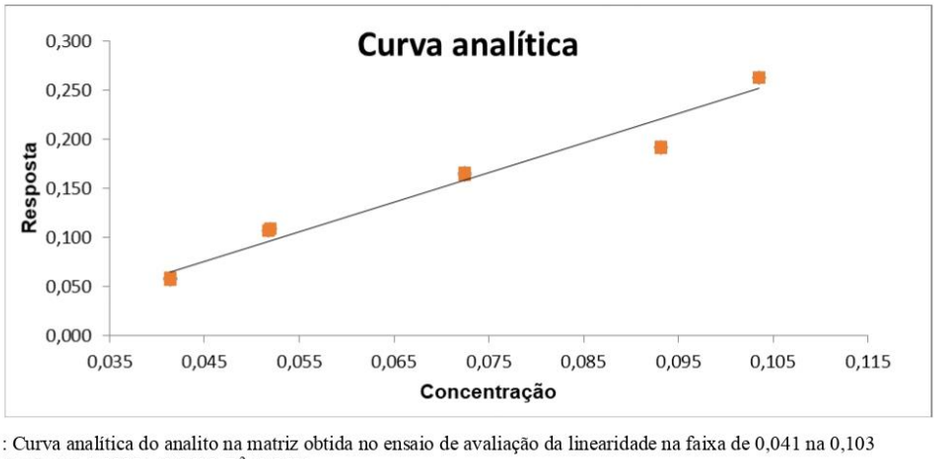


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,041 na 0,103 µg/L. Equação *y= 3,0095x -0,0600*, R^2=0,9631.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados dois valores anômalos foram removidos, no nível P2 (0,052 µg/L) e no P4 (0,093 µg/L). A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

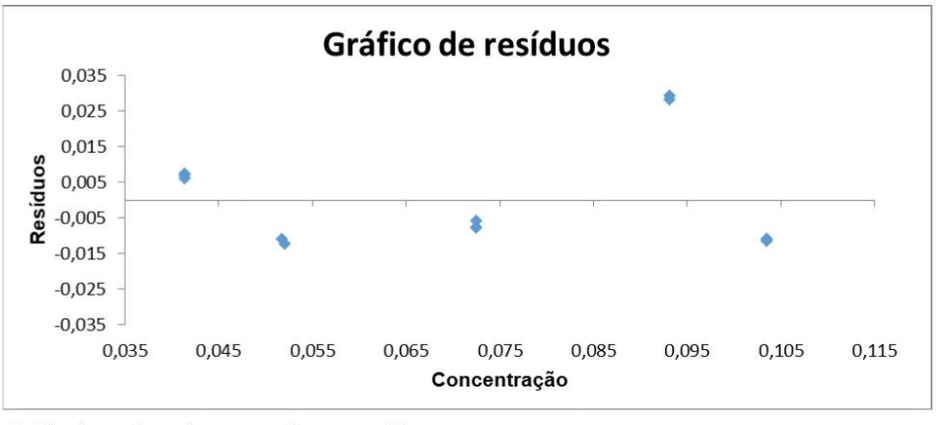


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 0,052; 0,072 e 0,093 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-160% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 5,28% e 28,98% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 0,007 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,030 µg/L; no nível P1 da curva 0,041 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,041	0,013	2,31	8,0E+00	0,0057	32,0
0,052	0,017	2,31	8,0E+00	0,0072	32,0
0,062	0,020	2,31	8,0E+00	0,0086	32,0
0,072	0,023	2,31	8,0E+00	0,0101	32,0
0,083	0,027	2,31	8,0E+00	0,0115	32,0
0,093	0,030	2,31	8,0E+00	0,0129	32,0
0,103	0,033	2,31	8,0E+00	0,0144	32,0

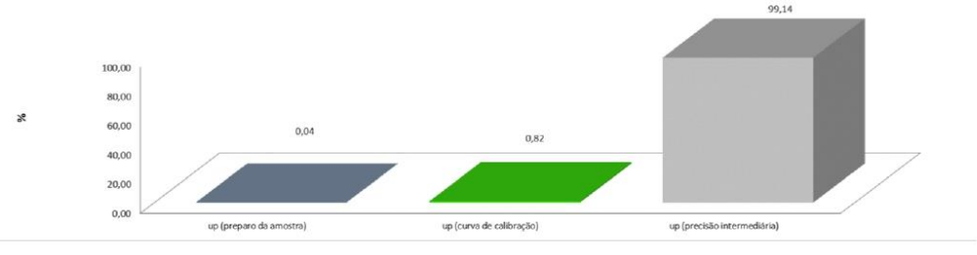


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de benzo[a]antraceno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Benz[a]antraceno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,050	0,030		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9631		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,532	Aprovado
					0,851	Aprovado
					0,497	Aprovado
					2,492	Aprovado
					0,834	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3128	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,052	ug/L	≤2	0,41		Aprovado
	0,072	ug/L		0,14		Aprovado
	0,093	ug/L		0,08		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,052	ug/L	≤2	0,36		Aprovado
	0,072	ug/L		0,24		Aprovado
	0,093	ug/L		0,15		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,052	ug/L	F calc < F tab	4,24	19,296	Aprovado
	0,072	ug/L		2,12	5,409	Aprovado
	0,093	ug/L		1,37	9,013	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,052	ug/L	40 - 160	108		Aprovado
	0,072	ug/L		106		Aprovado
	0,093132	ug/L		96		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,007		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,050	0,030		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 160		158		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,07		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim.

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/11/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 2	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Benzo[a]pireno

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Benzo[a]pireno	RP – 107/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-011
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D1676, D2490
Soluções	
SVOC2 ASB 10000x	OR366/21
Solução estoque	OR294/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de benzo[a]pireno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a razão da área do analito pela área do padrão interno.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Os critérios de validação para os parâmetros precisão intermediária e recuperação não foram atingidos para todos os níveis estudados. O limite de quantificação do método ficou acima do VMP da resolução CONAMA 396.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

Não se aplica.

5. CONCLUSÃO

O método não é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de benzo[a]pireno águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial não foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

	FORMULÁRIO PADRÃO		
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		FP-049
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Benzo(a)pireno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,050	0,069		Reprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9052		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,727	Aprovado
					0,092	Aprovado
					0,544	Aprovado
					1,105	Aprovado
					1,704	Aprovado
					1,604	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,4286	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,052	ug/L	≤2	0,06		Aprovado
	0,073	ug/L		0,20		Aprovado
	0,094	ug/L		0,17		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,052	ug/L	≤2	0,15		Aprovado
	0,073	ug/L		0,26		Aprovado
	0,094	ug/L		0,18		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,052	ug/L	F calc < F tab	8,35	5,409	Reprovado
	0,073	ug/L		6,04	9,013	Aprovado
	0,094	ug/L		3,53	9,013	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,052	ug/L	40 - 160	143		Aprovado
	0,073	ug/L		134		Aprovado
	0,0936	ug/L		113		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,016		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,050	0,069		Reprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 160		113		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,20		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Não

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 2	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Indeno(1,2,3)pireno

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Indeno(1,2,3)pireno	RP–097/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-011
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D1676, BV127
Soluções	
SVOC2 ASB 10000x	OR366/21
Solução estoque	OR143/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de indeno(1,2,3)pireno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a razão da área do analito pela área do padrão interno.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Os critérios de validação para o parâmetro linearidade não foram atingidos. O limite de quantificação do método ficou acima do VMP da resolução CONAMA 396.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

Não se aplica.

5. CONCLUSÃO

O método não é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de indeno(1,2,3)pireno águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial não foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Indeno(1,2,3)pireno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,050	0,056		Reprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,8316		Reprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,172	Aprovado
					1,191	Aprovado
					1,716	Aprovado
					0,779	Aprovado
					1,357	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,4227	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,052	ug/L	≤2	0,29		Aprovado
	0,073	ug/L		0,18		Aprovado
	0,094	ug/L		0,46		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,052	ug/L	≤2	0,33		Aprovado
	0,073	ug/L		0,23		Aprovado
	0,094	ug/L		0,38		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,052	ug/L	F calc < F tab	1,92	5,050	Aprovado
	0,073	ug/L		1,73	5,050	Aprovado
	0,094	ug/L		7,54	9,013	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,052	ug/L	40 - 140	86		Aprovado
	0,073	ug/L		117		Aprovado
	0,0936	ug/L		113		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,013		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,050	0,056		Reprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 140		43		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,31		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Não					

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida — Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio — Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 4	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Criseno

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Criseno	RP – 131/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-011
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D1676, D6544
Soluções	
MIX SVOC1 ASB 10000x	OR366/21
Solução estoque	OR173/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de criseno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a razão da área do analito pela área do padrão interno.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 5 níveis de concentração 0,041; 0,052; 0,062; 0,073; e 0,104 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,041 a 0,104 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

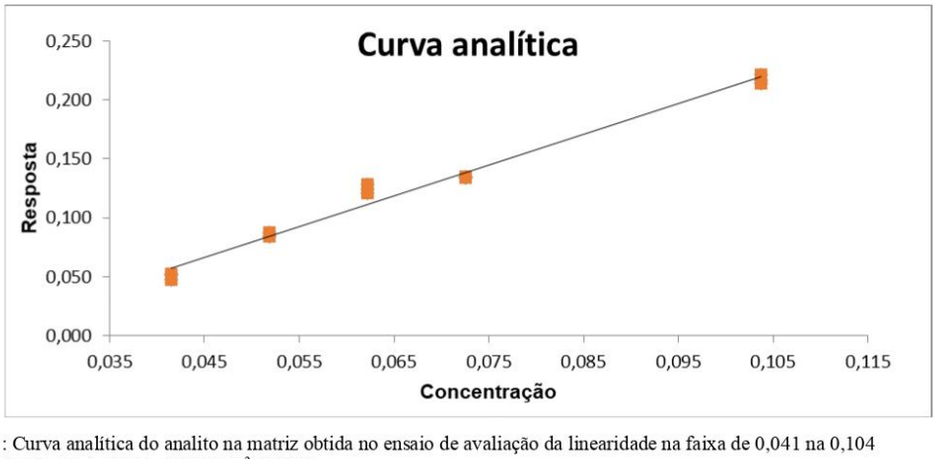


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,041 na 0,104 µg/L. Equação *y= 2,6019x - 0,0504*, R^2=0,9833.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados não foram identificados valores anômalos. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

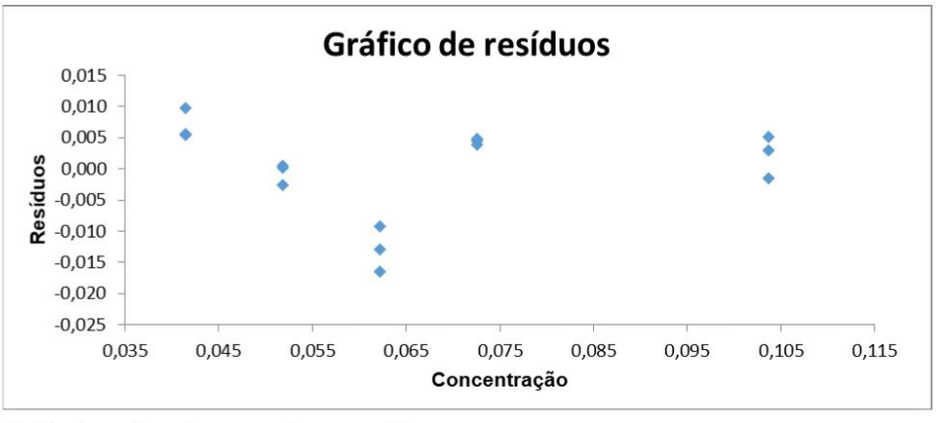


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 0,052; 0,072 e 0,093 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-160% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 4,83% e 12,64% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 0,009 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,038 µg/L; no nível P1 da curva 0,041 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083534000009553476594
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083534000009553476594
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:35

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,041	0,010	2,31	8,0E+00	0,0042	23,3
0,052	0,012	2,31	8,0E+00	0,0052	23,3
0,062	0,015	2,31	8,0E+00	0,0063	23,3
0,073	0,017	2,31	8,0E+00	0,0073	23,3
0,083	0,019	2,31	8,0E+00	0,0084	23,3
0,093	0,022	2,31	8,0E+00	0,0094	23,3
0,104	0,024	2,31	8,0E+00	0,0105	23,3

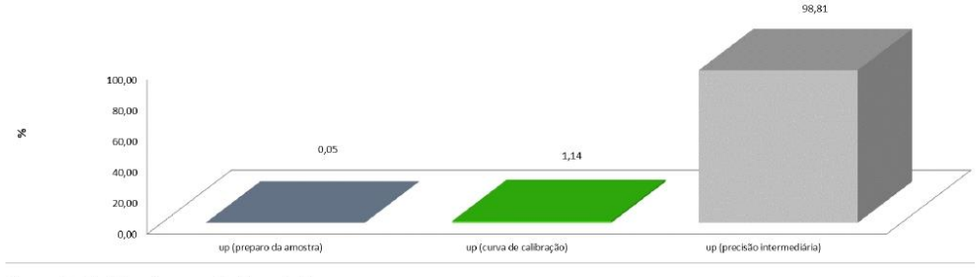


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de criseno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

	FORMULÁRIO PADRÃO		
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		FP-049
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Criseno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrado		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,050	0,038		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9833		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,426	Aprovado
					0,339	Aprovado
					2,676	Aprovado
					0,622	Aprovado
					0,763	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3986	0,6838	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,052	ug/L	≤2	0,09		Aprovado
	0,073	ug/L		0,14		Aprovado
	0,093	ug/L		0,07		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,052	ug/L	≤2	0,16		Aprovado
	0,073	ug/L		0,15		Aprovado
	0,093	ug/L		0,20		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,052	ug/L	F calc < F tab	5,45	9,013	Aprovado
	0,073	ug/L		1,83	9,013	Aprovado
	0,093	ug/L		3,26	9,013	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,052	ug/L	40 - 160	110		Aprovado
	0,073	ug/L		96		Aprovado
	0,093348	ug/L		88		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,009		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,050	0,038		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 160		133		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,09		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim.

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 2	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Dibenzo(a,h)antraceno

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Dibenzo(a,h)antraceno	RP – 133/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-011
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D1676, D6556
Soluções	
SVOC2 ASB 10000x	OR366/21
Solução estoque	OR148/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de dibenzo(a,h)antraceno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a razão da área do analito pela área do padrão interno.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Os critérios de validação para o parâmetro recuperação não foram atingidos para todos os níveis estudados. O limite de quantificação do método ficou acima do VMP da resolução CONAMA 396.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

Não se aplica.

5. CONCLUSÃO

O método não é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de dibenzo(a,h)antraceno águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial não foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

	FORMULÁRIO PADRÃO		
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		FP-049
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Dibenzo(a,h)antraceno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,050	0,076		Reprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9051		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,898	Aprovado
					0,088	Aprovado
					0,524	Aprovado
					0,968	Aprovado
					1,896	Aprovado
					1,820	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3882	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,050	ug/L	≤2	0,07		Aprovado
	0,070	ug/L		0,22		Aprovado
	0,089	ug/L		0,17		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,050	ug/L	≤2	0,18		Aprovado
	0,070	ug/L		0,26		Aprovado
	0,089	ug/L		0,19		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,050	ug/L	F calc < F tab	4,10	5,409	Aprovado
	0,070	ug/L		7,63	9,013	Aprovado
	0,089	ug/L		4,80	9,013	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,050	0	40 - 160	143		Aprovado
	0,070	0		135		Aprovado
	0,089424	0		114		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,017		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,050	0,076		Reprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 160		216		Reprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,12		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Não

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 2	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Benzo[b]fluoranteno

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Benzo[b]fluoranteno	RP – 108/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-011
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D1676, D5575, RBC10567
Soluções	
SVOC2 ASB 10000x	OR366/21
Solução intermediária	OR315/21
Solução estoque	OR293/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de benzo[b]fluoranteno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a razão da área do analito pela área do padrão interno.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Os parâmetros de linearidade, precisão intermediária e recuperação não atingiram os critérios adotados para a validação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

Não se aplica.

5. CONCLUSÃO

O método não é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de benzo[b]fluoranteno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial não foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

	FORMULÁRIO PADRÃO		
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		FP-049
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Benzo(b)fluoranteno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,050	0,239		Reprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,7718		Reprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,976	Aprovado
					0,916	Aprovado
					1,634	Aprovado
					1,324	Aprovado
					1,884	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3627	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,050	ug/L	≤2	0,13		Aprovado
	0,069	ug/L		0,47		Aprovado
	0,089	ug/L		0,26		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,050	ug/L	≤2	0,30		Aprovado
	0,069	ug/L		0,50		Aprovado
	0,089	ug/L		0,21		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,050	ug/L	F calc < F tab	5,32	5,050	Reprovado
	0,069	ug/L		28,76	5,050	Reprovado
	0,089	ug/L		13,32	9,013	Reprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,050	ug/L	40 - 160	199		Reprovado
	0,069	ug/L		214		Reprovado
	0,08928	ug/L		169		Reprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,054		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,050	0,239		Reprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 160		317		Reprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,26		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Não

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

PCB28; PCB52; PCB101; PCB118; PCB138; PCB153; PCB180

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
PCB138	RP–059/21
PCB101	RP–060/21
PCB52	RP–061/21
PCB153	RP–144/21
PCB180	RP–062/21
PCB118	RP–145/21
PCB28	RP–080/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Micropipeta	MIP-012
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	RBC10567, D6426
Soluções	
SVOC3 ASB 5000x	OR367/21
Solução estoque	OR312/21

3. RESULTADOS

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação das PCBs em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área dos analitos.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca na faixa de concentração 0,007 a 0,017 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,007 a 0,017 µg/L, a Figura 1 ilustra as curvas analíticas obtidas, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

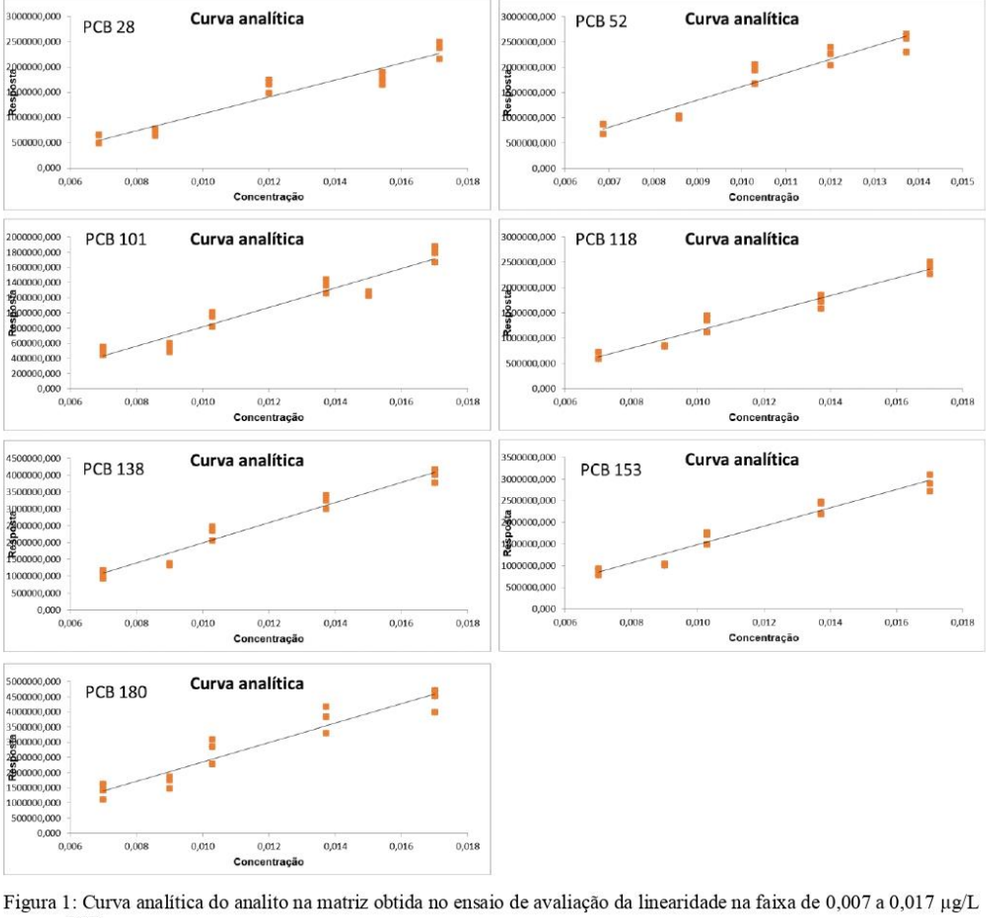


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,007 a 0,017 µg/L para as PCBs.

A Tabela 1 mostra os valores dos coeficientes de determinação e os coeficientes angular (inclinação) e linear (intercepto) da curva analítica.

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

Tabela 1: Parâmetros da linearidades paras as PCBs.

Analito	Inclinação	Intercepto	Coeficiente de determinação
PCB 28	167305610,4021	-601859,3349	0,9208
PCB 52	268801818,7227	-1061312,6264	0,9112
PCB 101	127746749,0236	-460067,6435	0,9287
PCB 118	173820219,9834	-587515,3241	0,9578
PCB 138	300735740,5406	-1017274,6174	0,9588
PCB 153	212904750,6751	-643574,5990	0,9573
PCB 180	319403856,6159	-835796,9176	0,9023

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

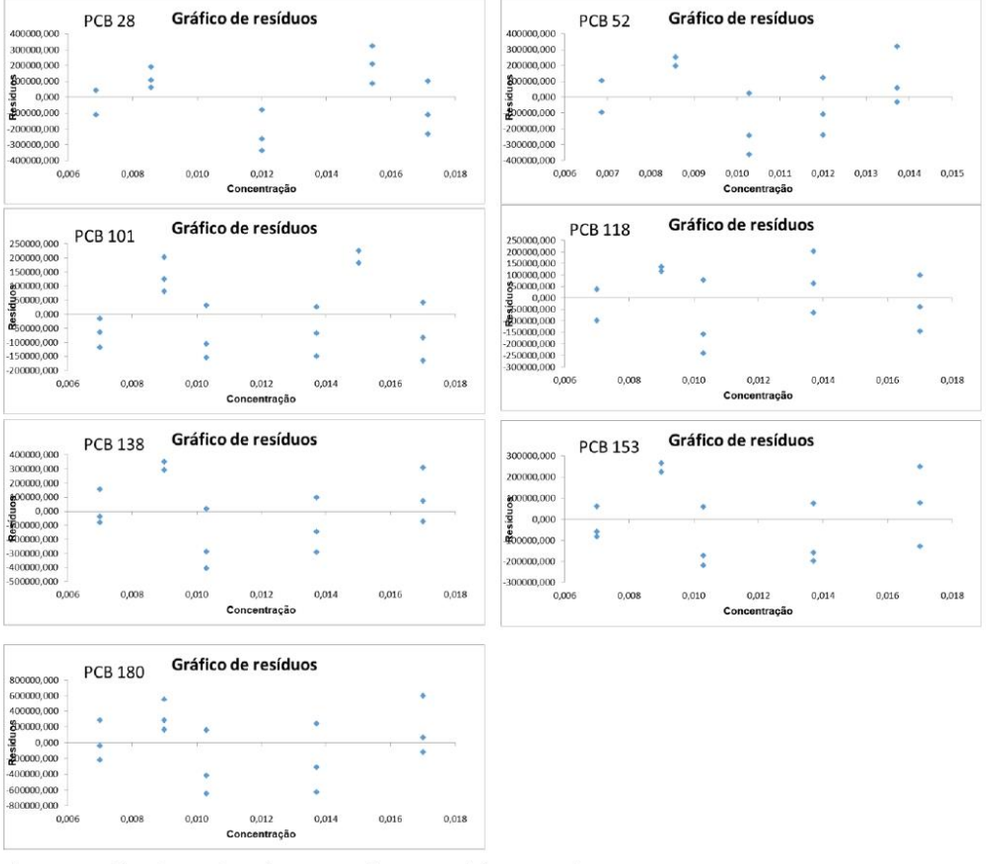


Figura 2: Gráficos dos resíduos da regressão da curva analítica para cada PCB.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 0,009; 0,012 e 0,015 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-160% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 5,83% e 53,22% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção e quantificação foram calculados pela adição da menor concentração do analito na amostra. Os valores de LD e LQ calculados são apresentados na Tabela 2.

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

Tabela 2: Limite de detecção e quantificação para as PCBs.

Analito	Limite de detecção µg/L	Limite de Quantificação µg/L
PCB 28	0,003	0,014
PCB 52	0,002	0,009
PCB 101	0,002	0,007
PCB 118	0,002	0,007
PCB 138	0,0004	0,002
PCB 153	0,0003	0,001
PCB 180	0,001	0,005

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Tabela 3: Resultados agrupados de incerteza

PCB 28

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,007	0,005	2,31	8,0E+00	0,0023	77,3
0,009	0,007	2,31	8,0E+00	0,0029	77,3
0,012	0,009	2,31	8,0E+00	0,0040	77,3
0,015	0,012	2,31	8,0E+00	0,0052	77,3
0,017	0,013	2,31	8,0E+00	0,0057	77,3

PCB 52

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,007	0,006	2,31	8,0E+00	0,0026	86,9
0,009	0,007	2,31	8,0E+00	0,0032	86,9
0,010	0,009	2,31	8,0E+00	0,0039	86,9
0,012	0,010	2,31	8,0E+00	0,0045	86,9
0,014	0,012	2,31	8,0E+00	0,0052	86,9

PCB 101

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,007	0,004	2,31	8,0E+00	0,0018	58,2
0,009	0,005	2,31	8,0E+00	0,0023	58,2
0,010	0,006	2,31	8,0E+00	0,0026	58,2
0,014	0,008	2,31	8,0E+00	0,0035	58,2
0,015	0,009	2,31	8,0E+00	0,0038	58,2
0,017	0,010	2,31	8,0E+00	0,0043	58,2

PCB 118

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,007	0,003	2,31	8,0E+00	0,0012	40,9
0,009	0,004	2,31	8,0E+00	0,0016	40,9
0,010	0,004	2,31	8,0E+00	0,0018	40,9
0,014	0,006	2,31	8,0E+00	0,0024	40,9
0,017	0,007	2,31	8,0E+00	0,0030	40,9

PCB 138

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,007	0,003	2,31	8,0E+00	0,0013	43,9
0,009	0,004	2,31	8,0E+00	0,0017	43,9
0,010	0,005	2,31	8,0E+00	0,0020	43,9
0,014	0,006	2,31	8,0E+00	0,0026	43,9
0,017	0,007	2,31	8,0E+00	0,0032	43,9

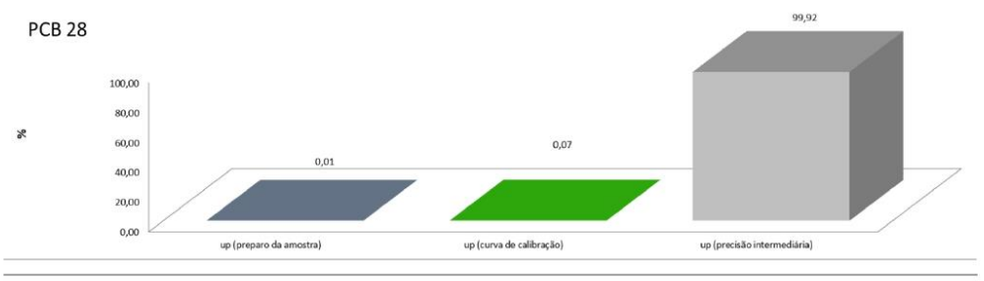
PCB 153

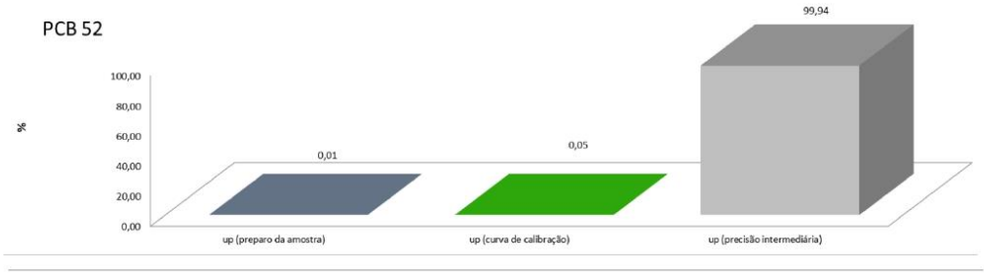
Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,007	0,003	2,31	8,0E+00	0,0013	41,9
0,009	0,004	2,31	8,0E+00	0,0016	41,9
0,010	0,004	2,31	8,0E+00	0,0019	41,9
0,014	0,006	2,31	8,0E+00	0,0025	41,9
0,017	0,007	2,31	8,0E+00	0,0031	41,9

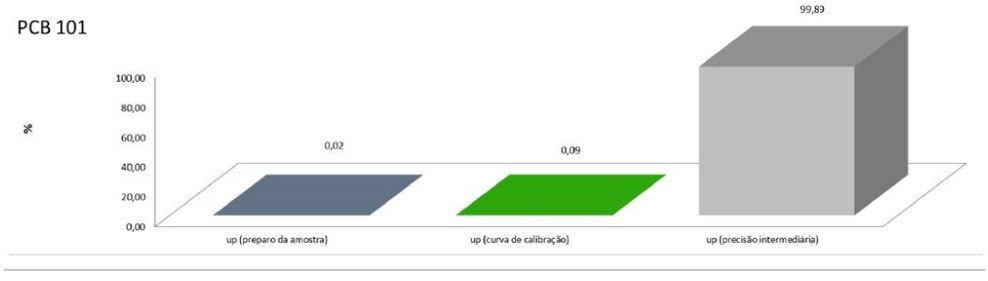
PCB 180

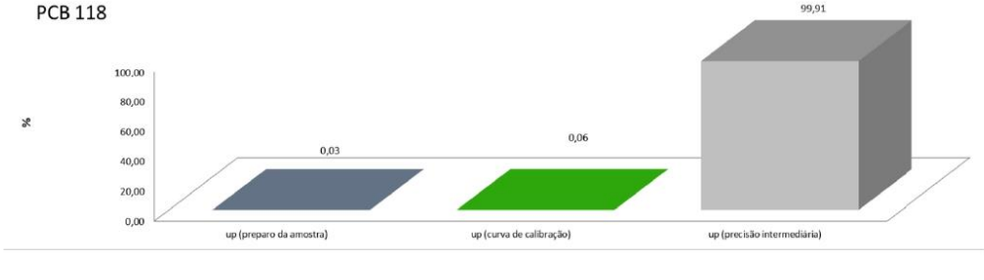
Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,007	0,004	2,31	8,0E+00	0,0015	50,2
0,009	0,005	2,31	8,0E+00	0,0020	50,2
0,010	0,005	2,31	8,0E+00	0,0022	50,2
0,014	0,007	2,31	8,0E+00	0,0030	50,2
0,017	0,009	2,31	8,0E+00	0,0037	50,2

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36









ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

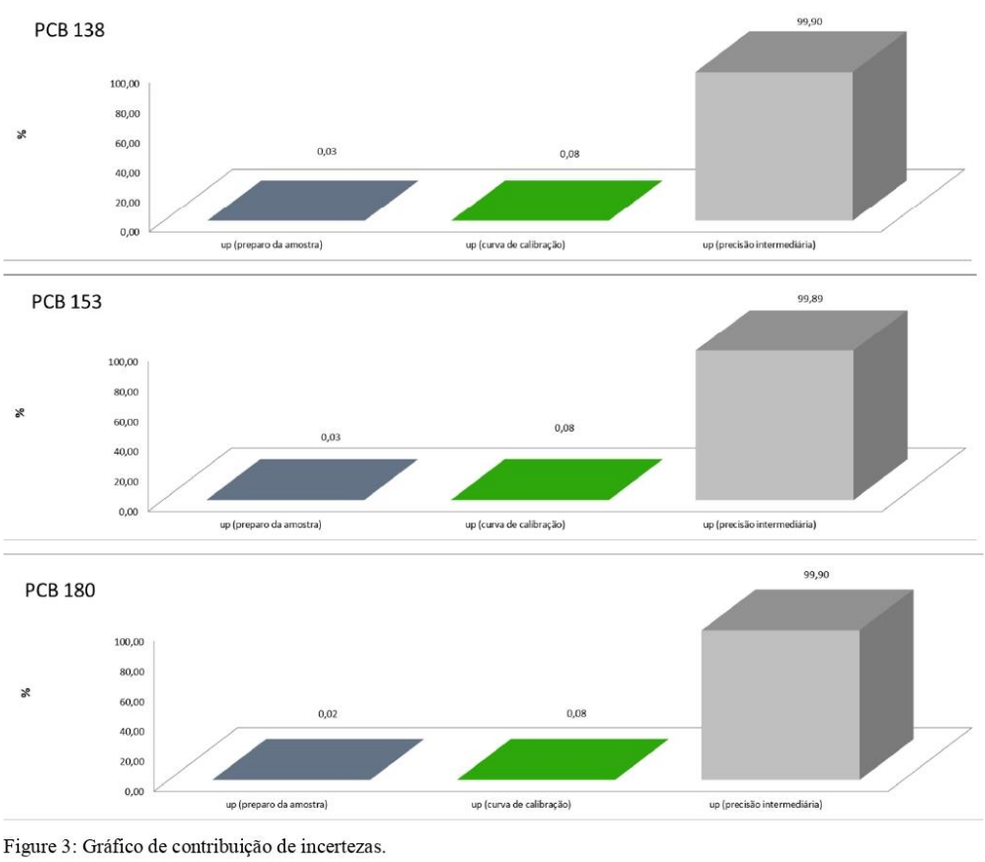


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação das PCBs em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083606500009553475404
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083606500009553475404
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:36

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	PCB 52
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,500	0,009		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9112		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,561	Aprovado
					1,316	Aprovado
					1,984	Aprovado
					1,199	Aprovado
					1,855	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3063	0,6838	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2	0,10		Aprovado
	0,012	ug/L		0,41		Aprovado
	0,015	ug/L		0,12		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2	0,33		Aprovado
	0,012	ug/L		0,37		Aprovado
	0,015	ug/L		0,12		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,009	ug/L	F calc < F tab	2,01	5,409	Aprovado
	0,012	ug/L		6,84	9,013	Aprovado
	0,015	ug/L		1,30	5,409	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,009	ug/L	40 - 160	71		Aprovado
	0,012	ug/L		88		Aprovado
	0,015428571	ug/L		81		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,002		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,500	0,009		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 160		101		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,14		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	PCB 101
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,050	0,007		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9287		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,964	Aprovado
					1,705	Aprovado
					1,220	Aprovado
					1,182	Aprovado
					1,956	Aprovado
					1,422	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3116	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						

Repetibilidade

	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2		0,13	Aprovado
	0,012	ug/L			0,45	Aprovado
	0,015	ug/L			0,25	Aprovado

Precisão Intermediária

	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2		0,11	Aprovado
	0,012	ug/L			0,46	Aprovado
	0,015	ug/L			0,21	Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,009	ug/L	F calc < F tab		2,24	9,013	Aprovado
	0,012	ug/L			1,85	5,409	Aprovado
	0,015	ug/L			2,06	9,013	Aprovado

Tendência/Recuperação

	Concentração	Unidade					
Recuperação (%)	0,009	ug/L	40	-	160	101	Aprovado
	0,012	ug/L				102	Aprovado
	0,015428571	ug/L				94	Aprovado

LD e LQ

LD	Não se aplica			0,002	Aprovado
LQ	≤ VMP	0,050		0,007	Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	40	-	160	101	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0			0,17	Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim. Faixa de trabalho 0,009 a 0,017.

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	PCB 118
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,500	0,007		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9578		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,777	Aprovado
					1,060	Aprovado
					2,060	Aprovado
					1,650	Aprovado
					1,217	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3945	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2	0,14		Aprovado
	0,012	ug/L		0,42		Aprovado
	0,015	ug/L		0,17		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2	0,14		Aprovado
	0,012	ug/L		0,34		Aprovado
	0,015	ug/L		0,14		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,009	ug/L	F calc < F tab	1,12	9,013	Aprovado
	0,012	ug/L		2,06	9,013	Aprovado
	0,015	ug/L		2,57	9,013	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,009	ug/L	40 - 160	89		Aprovado
	0,012	ug/L		96		Aprovado
	0,015428571	ug/L		83		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,002		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,500	0,007		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 160		119		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,17		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	PCB 138
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,050	0,002		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9588		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,700	Aprovado
					1,645	Aprovado
					1,907	Aprovado
					1,290	Aprovado
					1,538	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3386	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2	0,15		Aprovado
	0,012	ug/L		0,43		Aprovado
	0,015	ug/L		0,07		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2	0,22		Aprovado
	0,012	ug/L		0,34		Aprovado
	0,015	ug/L		0,08		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,009	ug/L	F calc < F tab	4,56	5,409	Aprovado
	0,012	ug/L		5,18	9,013	Aprovado
	0,015	ug/L		2,24	5,409	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,009	ug/L	40 - 160	85		Aprovado
	0,012	ug/L		102		Aprovado
	0,015428571	ug/L		75		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,000		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,050	0,002		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 160		100		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,03		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	PCB 153
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,050	0,001		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9573		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,500	Aprovado
					1,729	Aprovado
					1,343	Aprovado
					1,196	Aprovado
					1,752	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,4125	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						

Repetibilidade

	Concentração	Unidade				Conclusão
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2		0,15	Aprovado
	0,012	ug/L			0,50	Aprovado
	0,015	ug/L			0,07	Aprovado

Precisão Intermediária

	Concentração	Unidade					Conclusão
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2		0,16		Aprovado
	0,012	ug/L			0,37		Aprovado
	0,015	ug/L			0,11		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,009	ug/L	F calc < F tab		2,19	5,409	Aprovado
	0,012	ug/L			4,40	5,050	Aprovado
	0,015	ug/L			5,09	5,409	Aprovado

Tendência/Recuperação

	Concentração	Unidade					Conclusão
Recuperação (%)	0,009	ug/L	40	-	160	75	Aprovado
	0,012	ug/L				99	Aprovado
	0,015428571	ug/L				70	Aprovado

LD e LQ

LD	Não se aplica		0,000	Aprovado
LQ	≤ VMP	0,050	0,001	Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	40	- 160	92	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0		0,02	Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	PCB 180
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,050	0,005		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9023		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,763	Aprovado
					1,530	Aprovado
					1,813	Aprovado
					1,763	Aprovado
					1,894	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3140	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2	0,16		Aprovado
	0,012	ug/L		0,08		Aprovado
	0,015	ug/L		0,62		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2	0,22		Aprovado
	0,012	ug/L		0,12		Aprovado
	0,015	ug/L		0,57		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,009	ug/L	F calc < F tab	3,44	5,050	Aprovado
	0,012	ug/L		5,15	5,409	Aprovado
	0,015	ug/L		10,69	28,237	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,009	ug/L	40 - 160	80		Aprovado
	0,012	ug/L		85		Aprovado
	0,015428571	ug/L		97		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,001		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,050	0,005		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 160		88		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,08		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	PCB 28
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	0,050	0,014		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9208		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,611	Aprovado
					1,031	Aprovado
					1,911	Aprovado
					1,892	Aprovado
					1,306	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3703	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2	0,30		Aprovado
	0,012	ug/L		0,49		Aprovado
	0,015	ug/L		0,23		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,009	ug/L	≤2	0,57		Aprovado
	0,012	ug/L		0,53		Aprovado
	0,015	ug/L		0,27		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,009	ug/L	F calc < F tab	1,08	5,409	Aprovado
	0,012	ug/L		2,18	9,013	Aprovado
	0,015	ug/L		2,50	5,409	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,009	ug/L	40 - 160	56		Aprovado
	0,012	ug/L		110		Aprovado
	0,015428571	ug/L		107		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,003		Aprovado
LQ		≤ VMP	0,050	0,014		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 160		54		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,31		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim.

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 4	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Clorotalonil

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Clorotalonil	RP–318/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	RBC10567, BV127
Soluções	
SVOC3 ASB 5000x	OR367/21
Solução estoque	OR338/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de clorotalonil em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 23,984; 29,980; 35,976; 47,968; 53,964 e 59,960 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 23,984 a 59,960 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

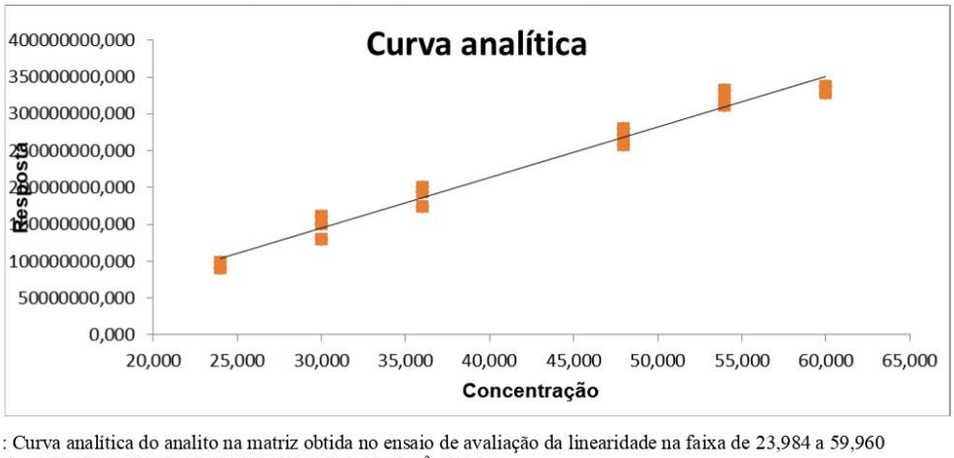


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 23,984 a 59,960 0,041 µg/L. Equação *y= 6874416,0010x - 60947479,6042*, R^2=0,9762.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados dois valores anômalos foram removidos, no nível P1 (23,984 µg/L) e no P6 (59,960 µg/L). A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

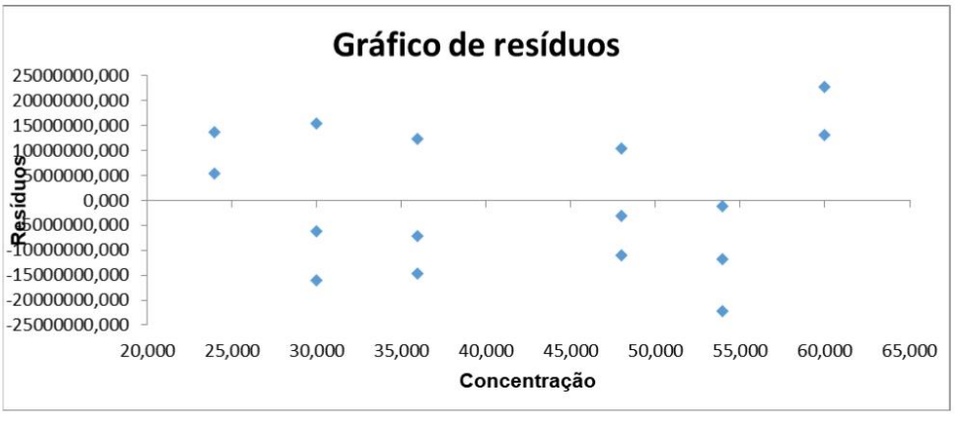


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 29,980; 41,972 e 53,964 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 80-110% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 7,60% e 24,46% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 4,539 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 17,657 µg/L; no nível P1 da curva 23,984 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
23,984	9,411	2,26	9,4E+00	4,1603	39,2
29,980	11,764	2,26	9,4E+00	5,2003	39,2
35,976	14,117	2,26	9,4E+00	6,2404	39,2
47,968	18,822	2,26	9,4E+00	8,3205	39,2
53,964	21,175	2,26	9,4E+00	9,3606	39,2
59,960	23,528	2,26	9,4E+00	10,4007	39,2

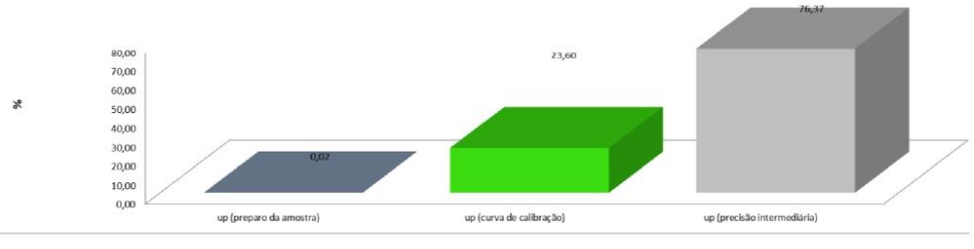


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de clorotalonil em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Clorotalonil
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	30,000	17,657		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9762		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,101	Aprovado
					1,245	Aprovado
					1,109	Aprovado
					0,807	Aprovado
					1,830	Aprovado
					1,998	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3407	0,6161	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						

	Concentração	Unidade			
Horrat (HORwitz RATio)	29,980	ug/L	≤2	0,90	Aprovado
	41,972	ug/L		0,53	Aprovado
	53,964	ug/L		0,36	Aprovado
Precisão Intermediária					
	Concentração	Unidade			
Horrat (HORwitz RATio)	29,980	ug/L	≤2	0,74	Aprovado
	41,972	ug/L		0,44	Aprovado
	53,964	ug/L		0,31	Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	29,980	ug/L	F calc < F tab	4,86 / 5,050	Aprovado
	41,972	ug/L		4,62 / 5,050	Aprovado
	53,964	ug/L		9,66 / 28,237	Aprovado
Tendência/Recuperação					
	Concentração	Unidade			
Recuperação (%)	29,980	ug/L	80 - 120	101	Aprovado
	41,972	ug/L		106	Aprovado
	53,964	ug/L		97	Aprovado

LD e LQ				
LD	Não se aplica		4,539	Aprovado
LQ	≤ VMP	30,000	17,657	Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	80 - 120		118	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0		0,22	Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim.

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 4	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Endosulfan I

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Endosulfan	RP–139/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	RBC10567, BV206
Soluções	
SVOC3 ASB 5000x	OR367/21
Solução estoque	OR279/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de endosulfan I em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 5,44; 6,80; 8,16; 9,52; 10,88 e 12,24 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 5,44 a 12,24 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

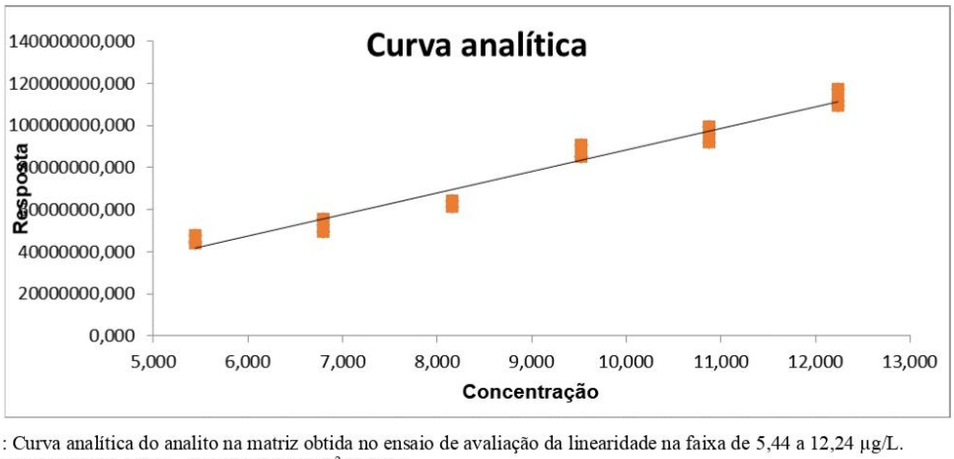


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 5,44 a 12,24 µg/L. Equação *y= 10252212,1138x - 14067640,5467*, R^2=0,9694.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados um valor outlier foi removido no nível P3 (8,16 µg/L). A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

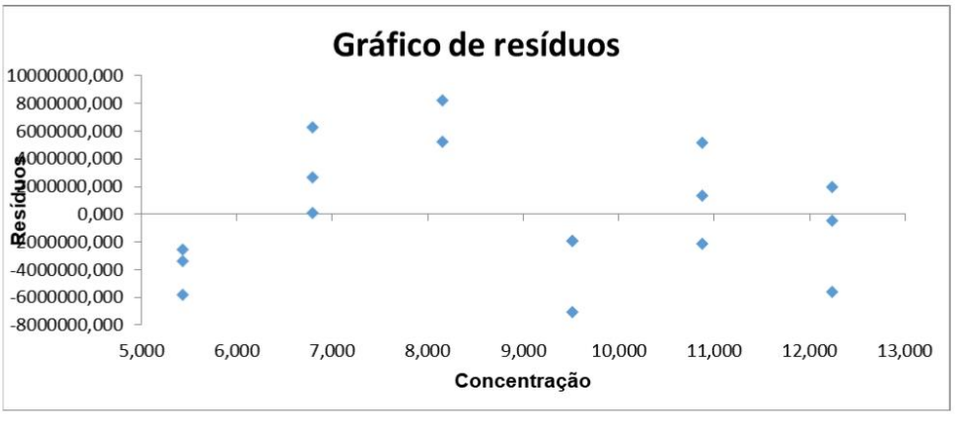


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 6,80; 9,52 e 12,24 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 60-140% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 6,54% e 19,58% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 0,505 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,963 µg/L; a partir do nível P2 da curva 6,80 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
5,440	2,151	2,23	1,0E+01	0,9655	39,5
6,800	2,689	2,23	1,0E+01	1,2068	39,5
8,160	3,227	2,23	1,0E+01	1,4482	39,5
9,520	3,765	2,23	1,0E+01	1,6896	39,5
10,880	4,302	2,23	1,0E+01	1,9309	39,5
12,240	4,840	2,23	1,0E+01	2,1723	39,5

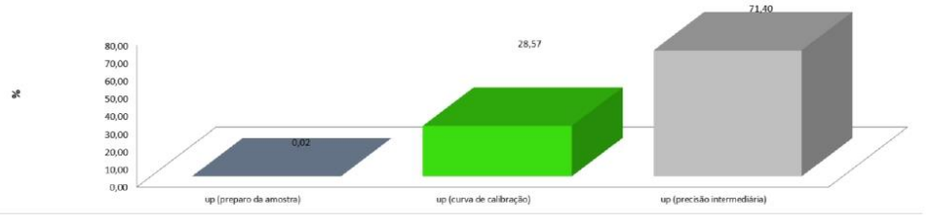


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de endosulfan I em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Endosulfan I
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	20,000	1,963		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9694		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,446	Aprovado
					1,492	Aprovado
					2,018	Aprovado
					1,680	Aprovado
					1,190	Aprovado
					1,379	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,2770	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						

Repetibilidade

	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	6,800	ug/L	≤2		0,19	Aprovado
	9,520	ug/L			0,73	Aprovado
	12,240	ug/L			0,59	Aprovado

Precisão Intermediária

	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	6,800	ug/L	≤2		0,45	Aprovado
	9,520	ug/L			0,61	Aprovado
	12,240	ug/L			0,49	Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	6,800	ug/L	F calc < F tab		7,98	12,060	Aprovado
	9,520	ug/L			2,85	9,013	Aprovado
	12,240	ug/L			2,69	9,013	Aprovado

Tendência/Recuperação

	Concentração	Unidade					
Recuperação (%)	6,800	0	60	-	140	87	Aprovado
	9,520	0				99	Aprovado
	12,24	0				99	Aprovado

LD e LQ

LD	Não se aplica		0,505	Aprovado
LQ	≤ VMP	20,000	1,963	Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	60	- 140	87	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0		0,19	Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim. Faixa de trabalho 6,8 a 12,2 ug/L

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Endosulfan II

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Endosulfan II	RP–140/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	RBC10567
Soluções	
SVOC3 ASB 5000x	OR367/21
Solução estoque	OR280/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de endosulfan II em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 5,44; 6,80; 8,16; 9,52; 10,88 ,12,24 e 13,60 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 5,44 a 13,60 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

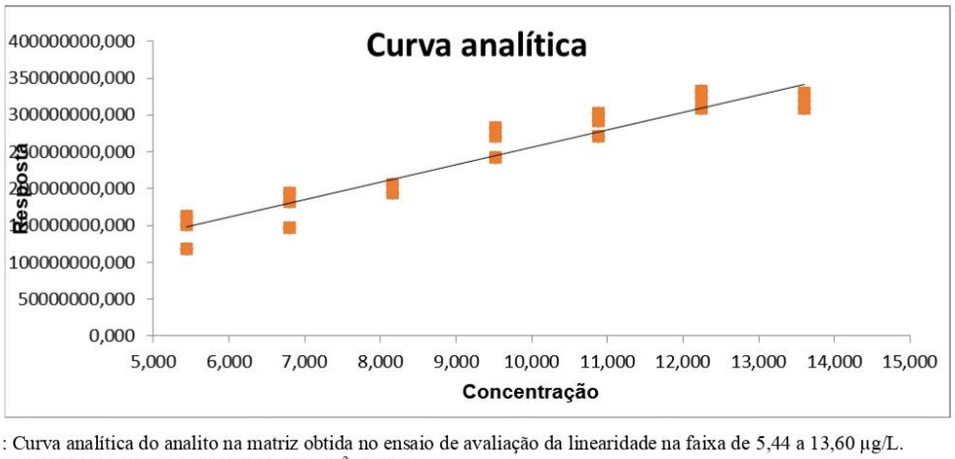


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 5,44 a 13,60 µg/L. Equação *y= 23720288,6163x + 19496891,6714*, R^2=0,9140.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados um valor outlier foi removido no nível P3 (8,16 µg/L). A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

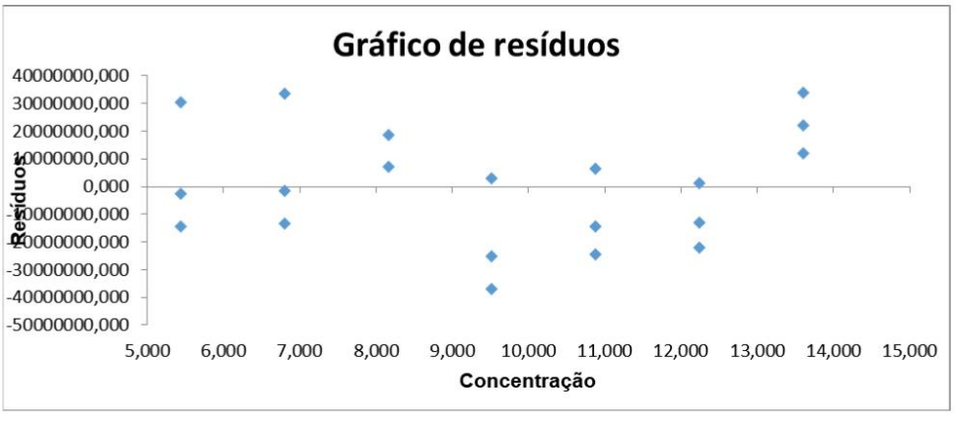


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 6,80; 9,52 e 12,24 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 60-140% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 6,73% e 14,95% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 1,206 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 4,692 µg/L; a partir do nível P1 da curva 5,44 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
5,440	1,516	2,18	1,3E+01	0,6957	27,9
6,800	1,895	2,18	1,3E+01	0,8696	27,9
8,160	2,274	2,18	1,3E+01	1,0436	27,9
9,520	2,653	2,18	1,3E+01	1,2175	27,9
10,880	3,032	2,18	1,3E+01	1,3914	27,9
12,240	3,411	2,18	1,3E+01	1,5654	27,9
13,600	3,790	2,18	1,3E+01	1,7393	27,9

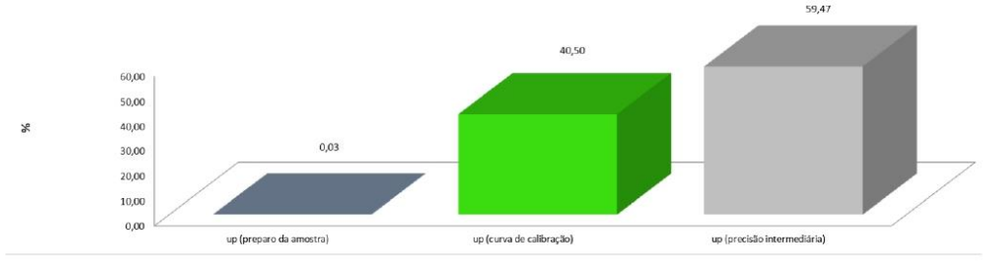


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de endosulfan II em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083699200009553475704
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083699200009553475704
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:37

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Endosulfan II
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	20,000	4,692		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9140		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,623	Aprovado
					1,759	Aprovado
					0,903	Aprovado
					1,923	Aprovado
					1,202	Aprovado
					1,094	Aprovado
					1,844	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,2790	5612,0000	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	6,800	ug/L	≤2	0,20		Aprovado
	9,520	ug/L		0,31		Aprovado
	12,240	ug/L		0,25		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	6,800	ug/L	≤2	0,33		Aprovado
	9,520	ug/L		0,46		Aprovado
	12,240	ug/L		0,25		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	6,800	ug/L	F calc < F tab	1,06	5,409	Aprovado
	9,520	ug/L		3,46	5,409	Aprovado
	12,240	ug/L		1,06	5,409	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	6,800	0	60 - 140	103		Aprovado
	9,520	0		109		Aprovado
	12,24	0		99		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		1,206		Aprovado
LQ		≤ VMP	20,000	4,692		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		60 - 140		130		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,19		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim.

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Endosulfan Sulfato

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Endosulfan Sulfato	RP–141/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	RBC10567, C2290
Soluções	
SVOC3 ASB 5000x	OR367/21
Solução estoque	OR281/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de endosulfan sulfato em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 5,33; 6,66; 7,99; 9,32; 10,66 ,11,99 e 13,32 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 5,33 a 13,32 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

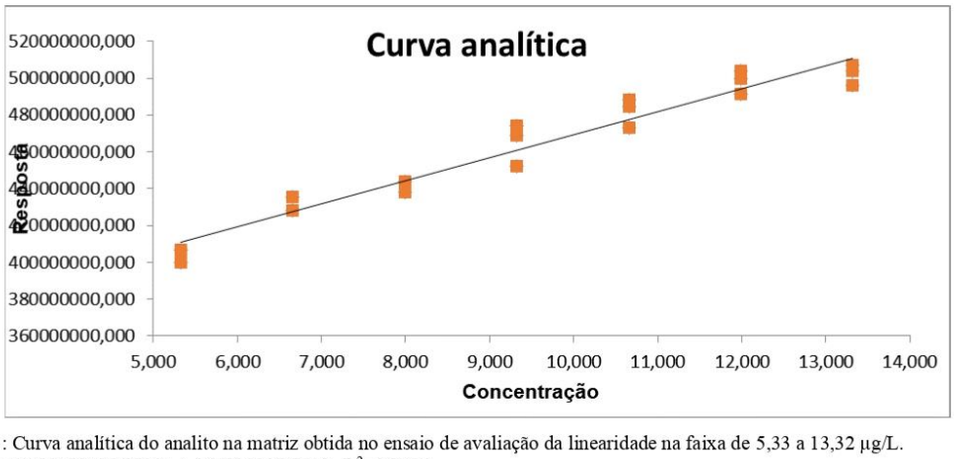


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 5,33 a 13,32 µg/L. Equação *y= 12451435,8790x + 344835987,7428* , R^2=0,9416.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados três valores anômalos foram removidos, no nível P1 (5,328 µg/L), P2 (6,66 (µg/L) e P3 (7,99 µg/L). A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochram. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

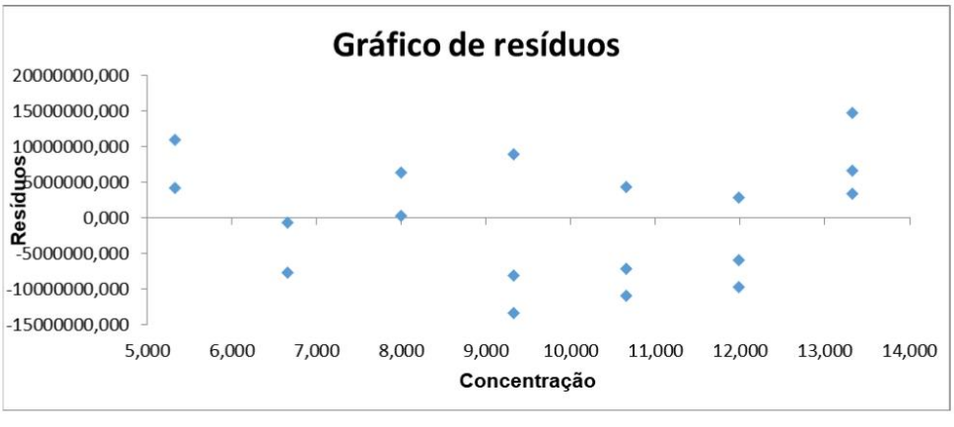


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 6,66; 9,32 e 11,99 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 60-140% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 4,96% e 9,78% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela adição da menor concentração do analito na amostra obtendo valor de 0,439 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,707 µg/L; a partir do nível P1 da curva 5,33 µg/L obteve-se resultados de exatidão e precisão dentro dos critérios de aceitação.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (µg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
5,328	1,189	2,18	1,3E+01	0,5459	22,3
6,660	1,487	2,18	1,3E+01	0,6824	22,3
7,992	1,784	2,18	1,3E+01	0,8189	22,3
9,324	2,081	2,18	1,3E+01	0,9553	22,3
10,656	2,379	2,18	1,3E+01	1,0918	22,3
11,988	2,676	2,18	1,3E+01	1,2283	22,3
13,320	2,974	2,18	1,3E+01	1,3648	22,3

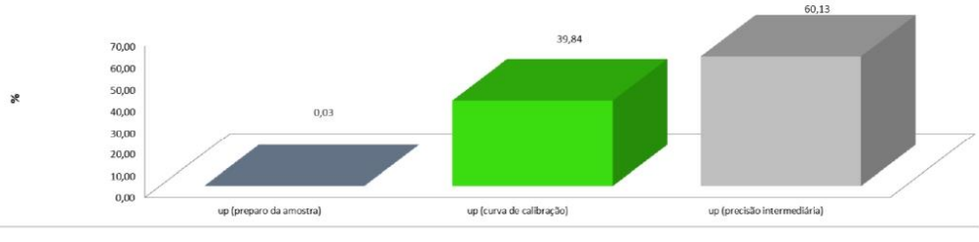


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de endosulfan sulfato em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Endosulfan Sulfato
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	20,000	1,707		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9418		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,519	Aprovado
					0,958	Aprovado
					0,773	Aprovado
					1,702	Aprovado
					1,359	Aprovado
					1,221	Aprovado
					2,084	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3970	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	-5829574,43	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	6,660	ug/L	≤2	0,15		Aprovado
	9,324	ug/L		0,21		Aprovado
	11,988	ug/L		0,16		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	6,660	ug/L	≤2	0,23		Aprovado
	9,324	ug/L		0,21		Aprovado
	11,988	ug/L		0,31		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	6,660	ug/L	F calc < F tab	1,17	9,013	Aprovado
	9,324	ug/L		1,02	9,013	Aprovado
	11,988	ug/L		7,83	12,060	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	6,660	ug/L	60 - 140	103		Aprovado
	9,324	ug/L		108		Aprovado
	11,988	ug/L		99		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,439		Aprovado
LQ		≤ VMP	20,000	1,707		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		60 - 140		112		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,08		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Metoxicloro

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Metoxicloro	RP – 099/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	RBC10567, D2408
Soluções	
SVOC3 ASB 5000x	OR0367/21
Solução estoque	OR-308/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de metoxicloro em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Os critérios de validação para os parâmetros linearidade, recuperação e limite de quantificação não foram atingidos. O limite de quantificação calculado ficou acima do VMP da resolução CONAMA 396.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

Não se aplica.

5. CONCLUSÃO

O método não é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de metoxicloro em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial não foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Metoxicloro
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	20,000	28,811		Reprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,6762		Reprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,660	Aprovado
					1,288	Aprovado
					2,084	Aprovado
					0,934	Aprovado
					1,609	Aprovado
					1,035	Aprovado
					1,448	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,2374	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	19,980	ug/L	≤2	0,90		Aprovado
	27,972	ug/L		0,48		Aprovado
	35,964	ug/L		0,56		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	19,980	ug/L	≤2	1,04		Aprovado
	27,972	ug/L		0,60		Aprovado
	35,964	ug/L		0,68		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	19,980	ug/L	F calc < F tab	5,83	9,013	Aprovado
	27,972	ug/L		1,24	9,013	Aprovado
	35,964	ug/L		1,11	9,013	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	19,980	ug/L	80 - 120	78		Reprovado
	27,972	ug/L		94		Aprovado
	35,964	ug/L		74		Reprovado
LD e LQ						
LD			Não se aplica	7,406		Aprovado
LQ			≤ VMP 20,000	28,811		Reprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)			80 - 120	72		Reprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT			≤ 2,0	0,84		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Não

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 2	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Permetrina

1.2. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Permetrina	RP – 069/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CG-001
MIcropipeta	MIP-014
Balão	D6544
Soluções	
Solução trabalho	OR339/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de permetrina em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

Os critérios de validação para o parâmetro recuperação não foi atingido no nível do VMP.

No anexo deste documento encontra-se o resumo dos resultados obtidos na verificação do método. No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

Não se aplica.

5. CONCLUSÃO

O método não é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de permetrina em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial não foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos de Almeida	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Permetrina
Técnica:	GC/MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	20,000	11,487		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9528		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,344	Aprovado
					1,541	Aprovado
					2,138	Aprovado
					1,285	Aprovado
					1,400	Aprovado
					1,266	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,3111	0,6161	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
Curva Matrizada						
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	20,000	ug/L	≤2	0,31		Aprovado
	28,000	ug/L		0,26		Aprovado
	36,000	ug/L		0,42		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	20,000	ug/L	≤2	0,36		Aprovado
	28,000	ug/L		0,25		Aprovado
	36,000	ug/L		0,33		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	20,000	ug/L	F calc < F tab	8,65	9,013	Aprovado
	28,000	ug/L		1,22	9,013	Aprovado
	36,000	ug/L		7,92	9,013	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	20,000	ug/L	80 - 120	130		Reprovado
	28,000	ug/L		120		Aprovado
	36	ug/L		102		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		2,953		Aprovado
LQ		≤ VMP	20,000	11,487		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		80 - 120		190		Reprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,13		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Não

Elaboração:	Mariana Ramos de Almeida
Aprovação:	Rodinei Augusti
Data:	24/10/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

ANEXO XI – FP-050 RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODO VOCS

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 4	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. 1,2,3-Triclorobenzeno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
1,2,3-triclorobenzeno	RP-053/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5575, BV206
Soluções	
Solução estoque	OR041/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de 1,2,3-triclorobenzeno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 1,500; 3,000; 4,440; 6,000; 7,440; 9,000 e 12,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 1,500 a 12,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

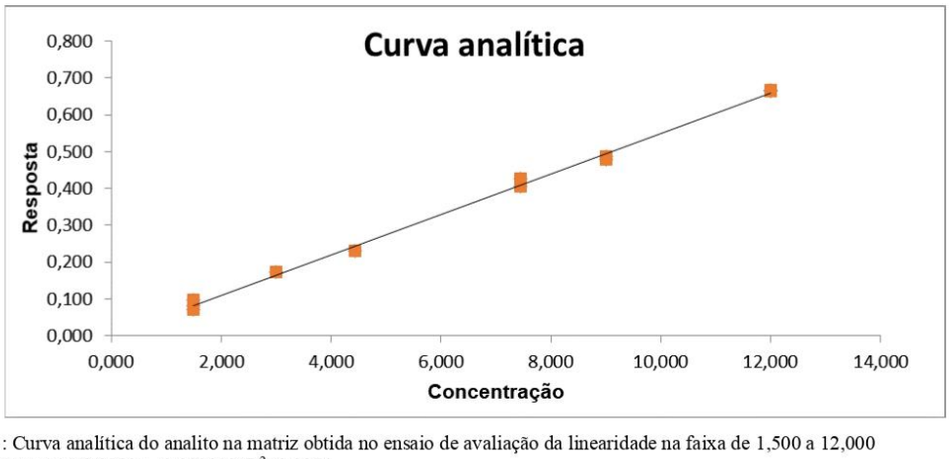


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 1,500 a 12,000 µg/L. Equação *y=0,0550x - 0,000003*, R^2=0,9974.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (3,000), P3 (4,400), P4 (6,000), P5 (7,44) e P7 (12,000) µg/L. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

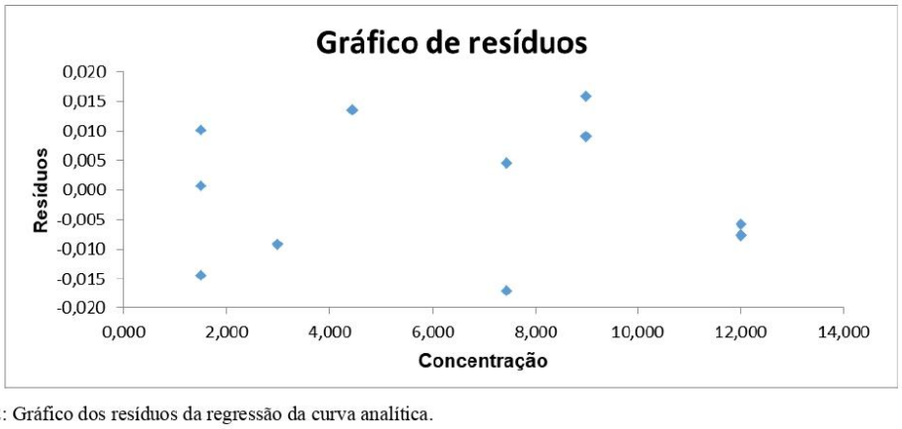


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 3,000; 6,000 e 9,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 3,57% e 9,59% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 1,280 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 2,000 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
1,500	0,197	2,16	1,3E+01	0,0910	13,1
3,000	0,393	2,16	1,3E+01	0,1819	13,1
4,440	0,582	2,16	1,3E+01	0,2692	13,1
7,440	0,975	2,16	1,3E+01	0,4512	13,1
9,000	1,179	2,16	1,3E+01	0,5457	13,1
12,000	1,572	2,16	1,3E+01	0,7277	13,1

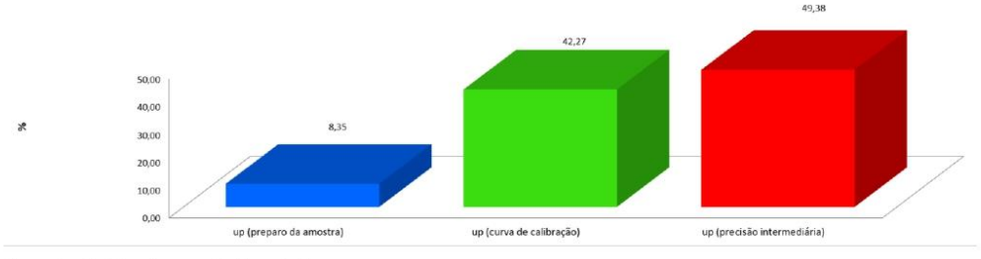


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de 1,2,3-triclorobenzeno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	1,2,3-Tricloro-Benzeno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	20,000	2,000		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9974		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,435	Aprovado
					0,808	Aprovado
					1,228	Aprovado
					1,617	Aprovado
					1,502	Aprovado
					0,721	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	0,015786675	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2	0,25		Aprovado
	6,000	ug/L		0,20		Aprovado
	9,000	ug/L		0,12		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2	0,24		Aprovado
	6,000	ug/L		0,19		Aprovado
	9,000	ug/L		0,11		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	3,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	6,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	9,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	3,000	0	40 - 120	59		Aprovado
	6,000	0		63		Aprovado
	9	0		64		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	20,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		47		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,52		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. 1,2,4-Triclorobenzeno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
1,2,4-triclorobenzeno	RP-055/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-001; REL-004
Balão	BV206
Soluções	
Estoque	OR012/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de 1,2,4-triclorobenzeno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 1,500; 3,000; 4,440; 6,000; 7,440; 9,000 e 12,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 1,500 a 12,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

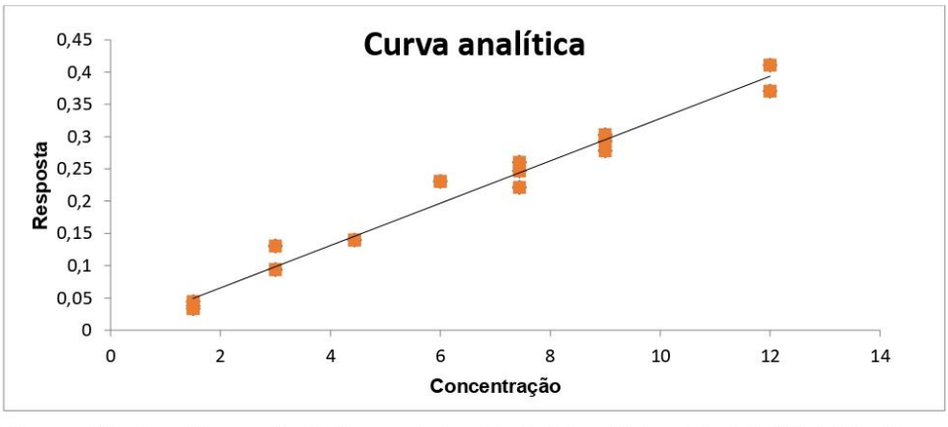


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,0328x - 0,000024*, R^2=0,9773.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (3,000), P3 (4,400), P4 (6,000), e P7 (12,000) µg/L. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083766100009553475705
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083766100009553475705
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:38

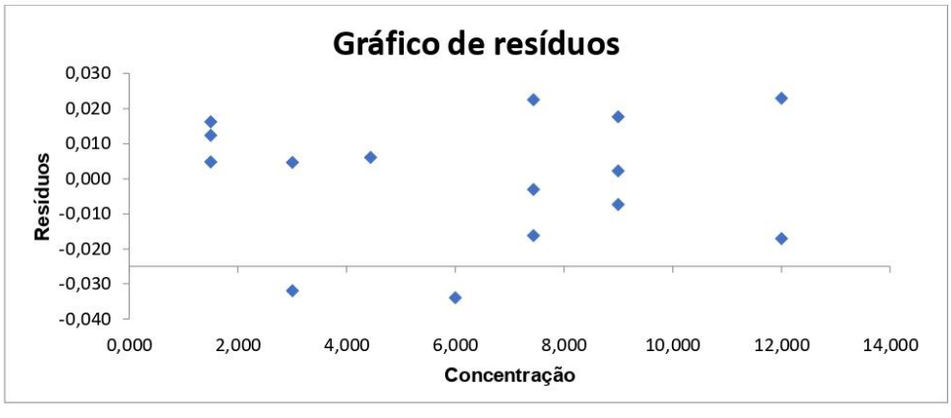


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 3,000; 6,000 e 9,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 4,04% e 9,09% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,752 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,382 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
1,500	0,321	2,36	7,1E+00	0,1356	21,4
3,000	0,641	2,36	7,1E+00	0,2712	21,4
4,440	0,949	2,36	7,1E+00	0,4014	21,4
6,000	1,283	2,36	7,1E+00	0,5424	21,4
7,440	1,590	2,36	7,1E+00	0,6726	21,4
9,000	1,924	2,36	7,1E+00	0,8136	21,4
12,000	2,565	2,36	7,1E+00	1,0848	21,4

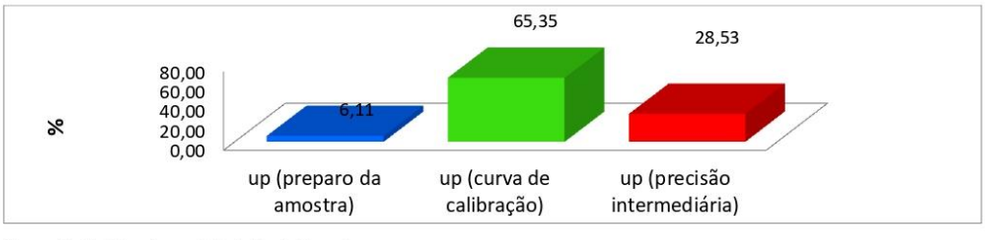


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de 1,2,4-triclorobenzeno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	1,2,4-Tricloro-Benzeno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	20,000	1,380		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9773		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,950	Aprovado
					2,012	Aprovado
					0,327	Aprovado
					2,085	Aprovado
					1,265	Aprovado
					0,985	Aprovado
					1,460	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	

Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			

Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	0,002278446	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	

Seletividade - Matriz Branca Não Disponível					
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				

Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2	0,25		Aprovado
	6,000	ug/L		0,19		Aprovado
	9,000	ug/L		0,13		Aprovado

Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2	0,24		Aprovado
	6,000	ug/L		0,18		Aprovado
	9,000	ug/L		0,12		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	3,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	6,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	9,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado

Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	3,000	0	40 - 120	73		Aprovado
	6,000	0		72		Aprovado
	9	0		72		Aprovado

LD e LQ				
LD	Não se aplica			
LQ	≤ VMP	20,000		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	40 - 120		54	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0		0,55	Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim
Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. 1,3,5-Triclorobenzeno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
1,3,5-triclorobenzeno	RP-057/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-001; REL-004
Balão	C9849; BV206
Soluções	
Estoque	OR009/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de 1,3,5-triclorobenzeno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 1,500; 3,000; 4,440; 6,000; 7,440; 9,000 e 12,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 1,500 a 12,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

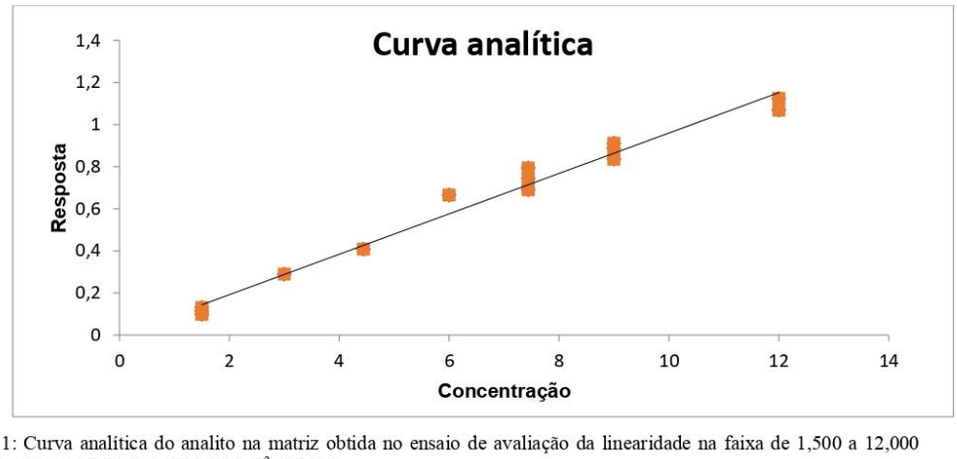


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 1,500 a 12,000 µg/L. Equação *y=0,096x + 0,000039*, R^2=0,9814.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (3,000), P3 (4,400), P4 (6,000) e P7 (12,000) µg/L. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

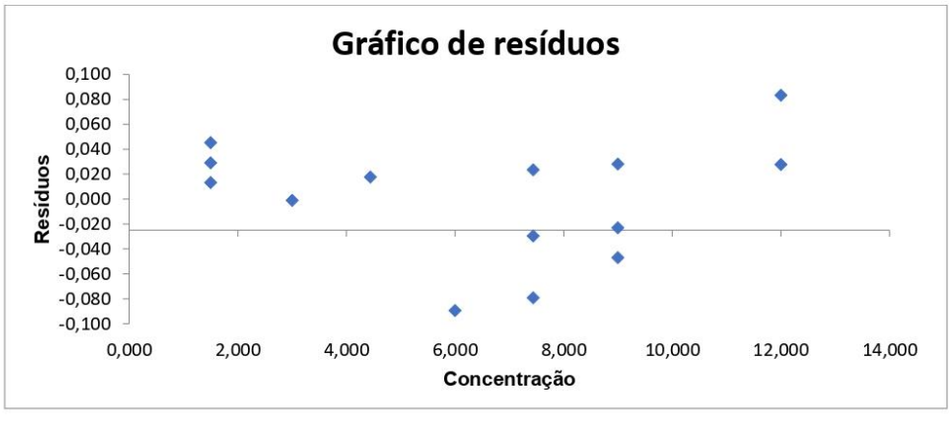


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 3,000; 6,000 e 9,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 4,23% e 8,08% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,616 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,285 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
1,500	0,235	2,36	7,8E+00	0,0992	15,6
3,000	0,469	2,36	7,8E+00	0,1985	15,6
4,440	0,695	2,36	7,8E+00	0,2938	15,6
6,000	0,939	2,36	7,8E+00	0,3970	15,6
7,440	1,164	2,36	7,8E+00	0,4922	15,6
9,000	1,408	2,36	7,8E+00	0,5955	15,6
12,000	1,877	2,36	7,8E+00	0,7939	15,6

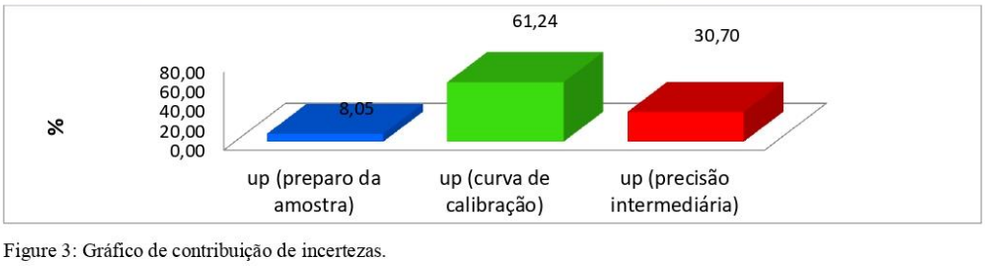


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de 1,3,5-triclorobenzeno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	1,3,5-Tricloro-Benzeno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	20,000	1,280		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9814		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,021	Aprovado
					0,021	Aprovado
					0,360	Aprovado
					2,088	Aprovado
					1,779	Aprovado
					0,984	Aprovado
					2,192	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	-0,046708325	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2	0,22		Aprovado
	6,000	ug/L		0,20		Aprovado
	9,000	ug/L		0,14		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	3,000	ug/L	≤2	0,21		Aprovado
	6,000	ug/L		0,19		Aprovado
	9,000	ug/L		0,13		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	3,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	6,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	9,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	3,000	0	40 - 120	65		Aprovado
	6,000	0		68		Aprovado
	9	0		70		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	20,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		30 - 120		33		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,56		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim
Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. 1,2-dicloro-Etano

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
1,2-dicloro-etano	RP-056/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	C9849; BV206
Soluções	
Estoque	OR044/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de 1,2-dicloro-etano em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 2,500; 5,000; 7,400; 12,400; 15,000 e 20,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 2,500 a 20,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

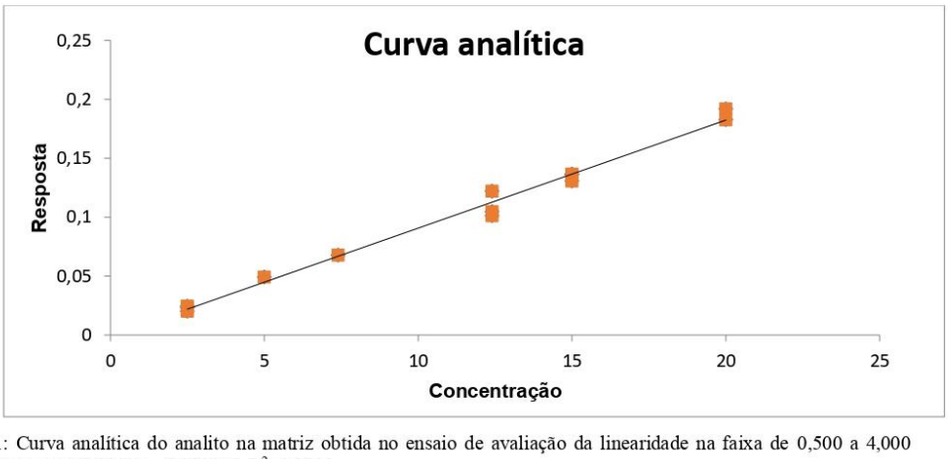


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação $y=0,0092x - 0,000945$, R^2=0,9893.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (5,000 µg/L), P3 (7,400), e P7 (20,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

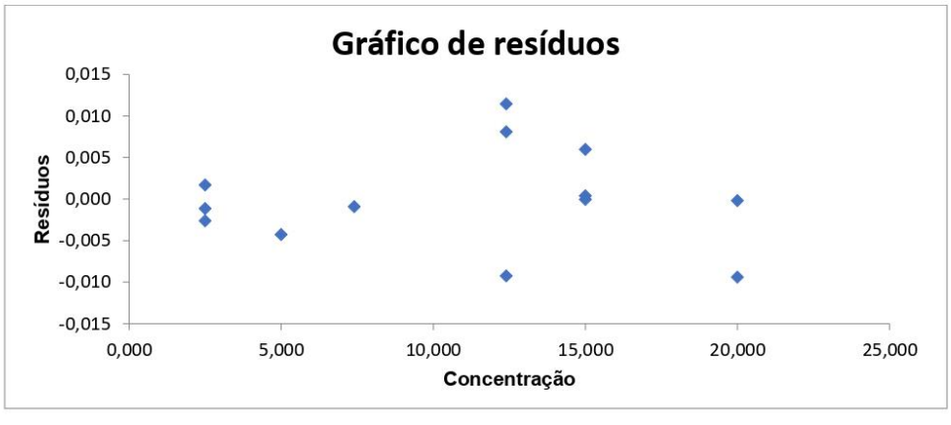


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 5,000; 10,000 e 15,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 3,18% e 12,18% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 1,253 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,827 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Expandida - U (%)
2,500	0,493	2,57	5,9E+00	19,7329571
5,000	0,987	2,57	5,9E+00	19,7329571
7,400	1,460	2,57	5,9E+00	19,7329571
12,400	2,447	2,57	5,9E+00	19,7329571
15,000	2,960	2,57	5,9E+00	19,7329571
20,000	3,947	2,57	5,9E+00	19,7329571

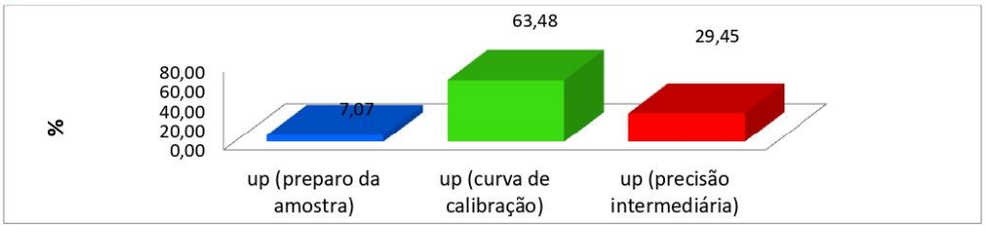


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de 1,2-dicloro-Etano em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	1,2-Dicloro-Etano
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	10,000	1,830		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9893		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,453	Aprovado
					0,717	Aprovado
					0,142	Aprovado
					2,214	Aprovado
					1,011	Aprovado
					1,911	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	-3,81881E-05	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	5,000	ug/L	≤2	0,36		Aprovado
	10,000	ug/L		0,19		Aprovado
	15,000	ug/L		0,11		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	5,000	ug/L	≤2	0,34		Aprovado
	10,000	ug/L		0,18		Aprovado
	15,000	ug/L		0,11		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	5,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	10,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	15,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	5,000	ug/L	40 - 120	78		Aprovado
	10,000	ug/L		73		Aprovado
	15	ug/L		70		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	10,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		42		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,47		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 01	03/01/2022
		Página 1 de 4	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Benzeno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Benzeno	RP-127/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5565; BV206
Soluções	
Estoque	OR094/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de Benzeno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 1,250; 2,500; 3,700; 4,000; 6,200 e 10,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 1,2500 a 10,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

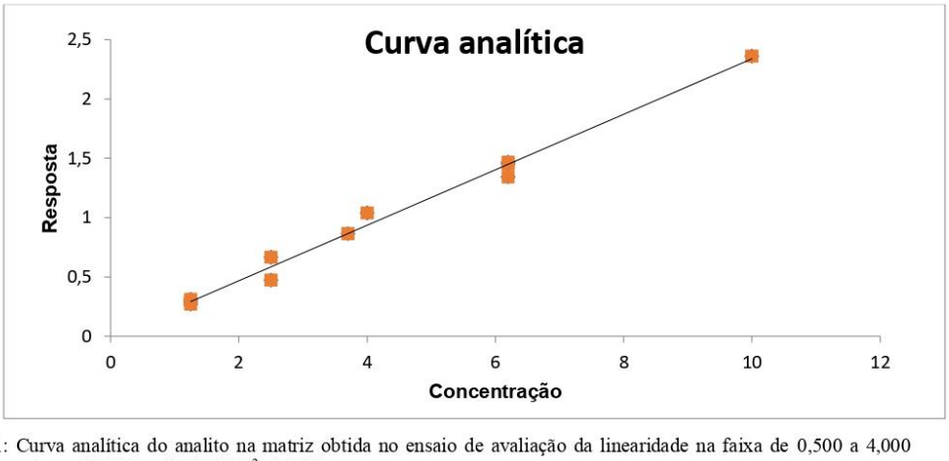


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,2339x – 0,00001*, R^2=0,9900.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (2,500 µg/L), P3 (3,700), P4 (4,000), e P7 (10,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

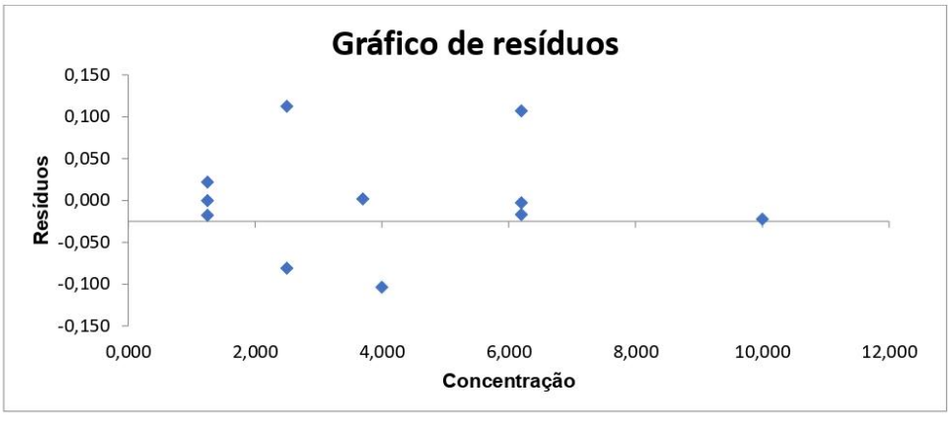


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 1,000; 2,000 e 4,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 35-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 1,11% e 8,49% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,189 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,216 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
1,250	0,134	2,57	5,8E+00	0,0519	10,7
2,500	0,267	2,57	5,8E+00	0,1039	10,7
3,700	0,395	2,57	5,8E+00	0,1538	10,7
4,000	0,427	2,57	5,8E+00	0,1662	10,7
6,200	0,662	2,57	5,8E+00	0,2577	10,7
10,000	1,068	2,57	5,8E+00	0,4158	10,7

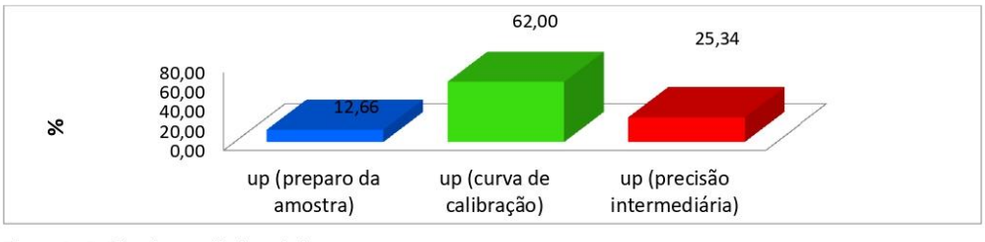


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Benzeno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Benzeno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	5,000	0,210		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9900		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,339	Aprovado
					2,013	Aprovado
					0,026	Aprovado
					1,738	Aprovado
					1,911	Aprovado
					0,450	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidada da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	2,500	ug/L	≤2	0,23		Aprovado
	4,000	ug/L		0,15		Aprovado
	7,500	ug/L		0,04		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	2,500	ug/L	≤2	0,22		Aprovado
	4,000	ug/L		0,14		Aprovado
	7,500	ug/L		0,03		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	2,500	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	4,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	7,500	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	2,500	ug/L	35 - 120	36		Aprovado
	4,000	ug/L		46		Aprovado
	7,5	ug/L		35		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	5,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		35 - 120		44		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,40		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Cis-1,2-dicloro-Etileno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Cis-1,2-dicloro-Etileno	RP-128/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	C9837; BV206
Soluções	
Estoque	OR046/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de Cis-1,2-dicloro-Etileno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083846300009553469571
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083846300009553469571
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 5 níveis de concentração 6,250; 12,500; 18,500; 25,000; e 31,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 6,250 a 31,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

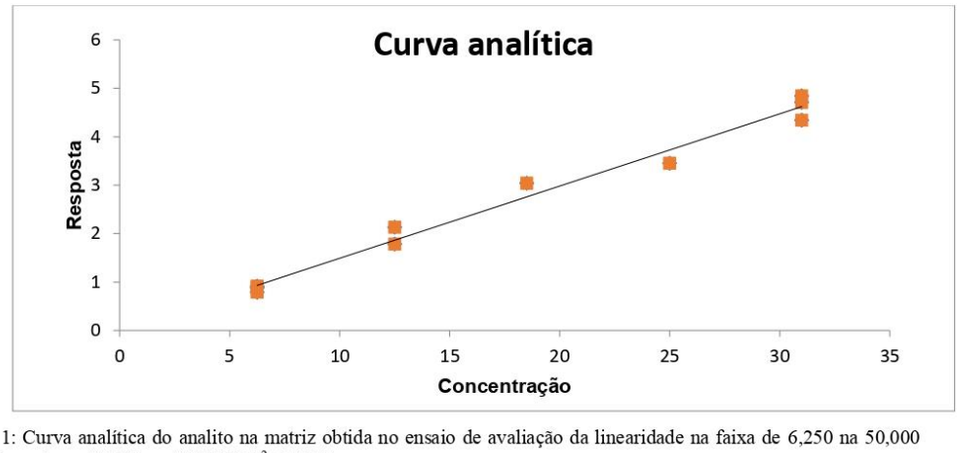


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 6,250 na 50,000 µg/L. Equação $y=0,1491x - 0,00003$, R^2=0,9832.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (12,500 µg/L), P3 (18,500) e P4 (25,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

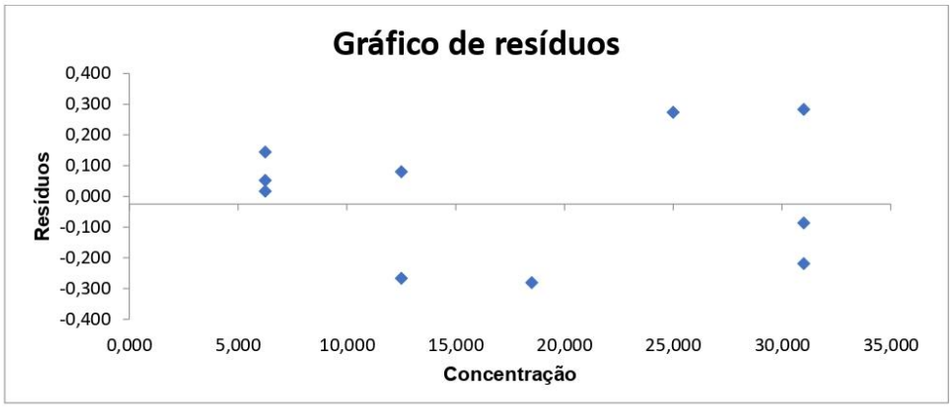


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 12,500; 25,000 e 37,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 2,20% e 9,10% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,014 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,036 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Expandida - U (%)
6,250	1,557	2,78	4,7E+00	24,9140419
12,500	3,114	2,78	4,7E+00	24,9140419
18,500	4,609	2,78	4,7E+00	24,9140419
25,000	6,229	2,78	4,7E+00	24,9140419
31,000	7,723	2,78	4,7E+00	24,9140419

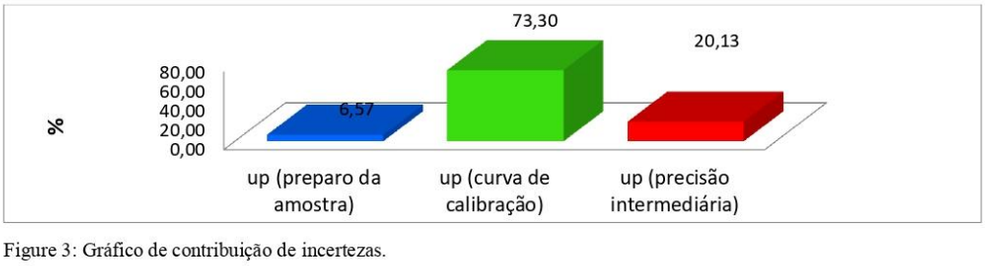


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Cis-1,2-dicloro-Etileno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Cis-1,2-Dicloro-Etileno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	50,000	0,036		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9832		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,726	Aprovado
					1,361	Aprovado
					1,422	Aprovado
					1,425	Aprovado
					1,644	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	12,500	ug/L	≤2	0,31		Aprovado
	25,000	ug/L		0,20		Aprovado
	37,500	ug/L		0,09		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	12,500	ug/L	≤2	0,29		Aprovado
	25,000	ug/L		0,19		Aprovado
	37,500	ug/L		0,08		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	12,500	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	25,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	37,500	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	12,500	ug/L	40 - 120	42		Aprovado
	25,000	ug/L		44		Aprovado
	37,5	ug/L		42		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	50,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		65		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,87		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Trans-1,2-dicloro-Eteno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Trans-1,2-dicloro-Eteno	RP-076/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	MIP-002
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D1635; BV206
Soluções	
Estoque	OR058/21; OR196/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de Trans-1,2-dicloro-Eteno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 6,250; 12,500; 18,500; 25,000; 31,000; e 50,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 6,250 a 50,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

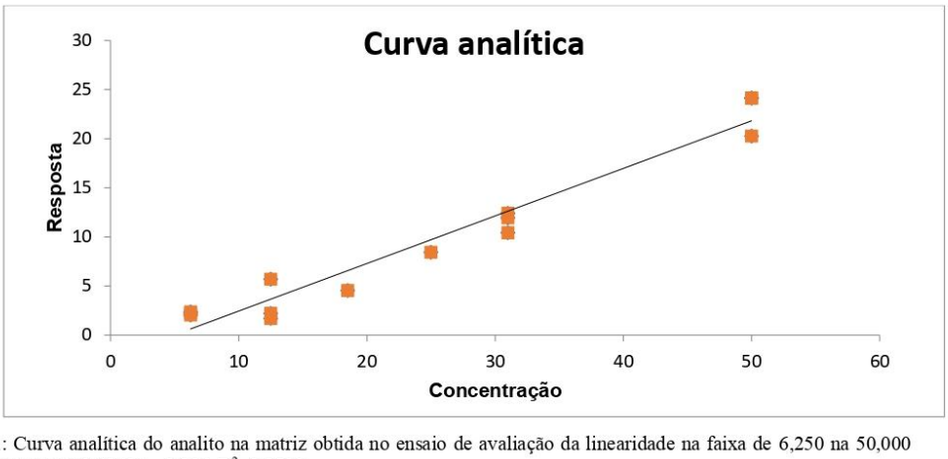


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 6,250 na 50,000 µg/L. Equação $y=0,4842x - 2,396$, R^2=0,9520.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P3 (18,500 µg/L), e P4 (25,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

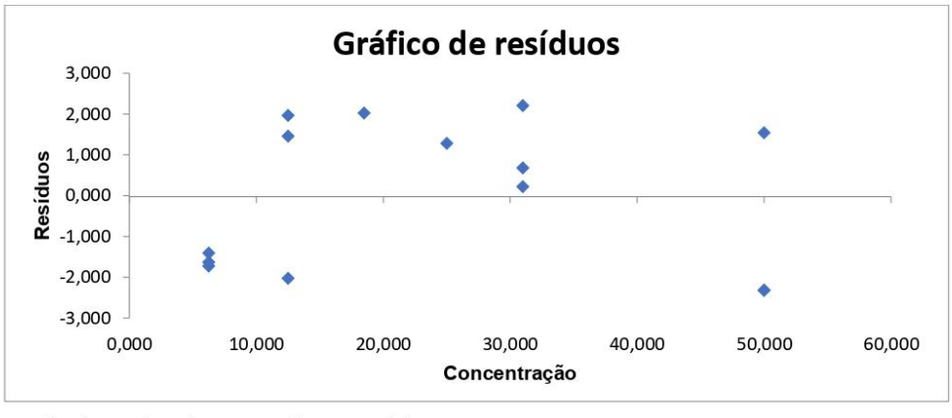


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 12,500; 25,000 e 37,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 4,40% e 17,79% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 5,090 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 5,513 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u.
2,216	6,250	2,78	4,1E+00	2,2511
3,186	12,500	2,78	4,1E+00	4,5022
4,535	18,500	2,78	4,1E+00	6,6632
8,426	25,000	2,78	4,1E+00	9,0043
11,576	31,000	2,78	4,1E+00	11,1654
22,841	50,000	2,78	4,1E+00	18,0086

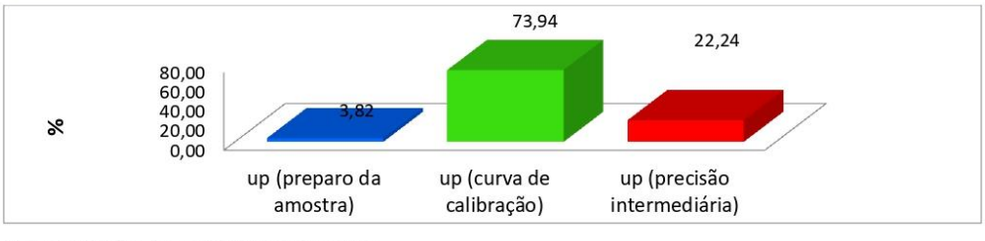


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Trans-1,2-dicloro-Eteno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Trans-1,2-Dicloro-Eteno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	50,000	5,130		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9520		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,010	Aprovado
					1,163	Aprovado
					1,146	Aprovado
					0,697	Aprovado
					1,266	Aprovado
					1,510	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidada da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	12,500	ug/L	≤2	0,15		Aprovado
	25,000	ug/L		0,19		Aprovado
	37,500	ug/L		0,71		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	12,500	ug/L	≤2	0,14		Aprovado
	25,000	ug/L		0,18		Aprovado
	37,500	ug/L		0,68		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	12,500	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	25,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	37,500	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	12,500	ug/L	40 - 120	52		Aprovado
	25,000	ug/L		43		Aprovado
	37,5	ug/L		43		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	50,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		99		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,00		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Diclorometano

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Diclorometano	RP-134/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5531; BV206
Soluções	
Estoque	OR068/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de diclorometano em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Os critérios de validação não foram atingidos para o parâmetro linearidade.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

Não se aplica.

5. CONCLUSÃO

O método não é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de diclorometano em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial não foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Diclorometano
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<		0,016		Reprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,0498		Reprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,943	Aprovado
					4,309	Aprovado
					2,366	Aprovado
					0,401	Aprovado
					0,409	Aprovado
					0,470	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homocedásticos
				0,5148	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	269,2804016	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,052	ug/L	≤2	0,00		Aprovado
	0,073	ug/L		0,00		Aprovado
	0,094	ug/L		0,00		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	0,052	ug/L	≤2	0,00		Aprovado
	0,073	ug/L		0,00		Aprovado
	0,094	ug/L		0,00		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	0,052	ug/L	F calc < F tab	1,92	5,050	Aprovado
	0,073	ug/L		1,73	5,050	Aprovado
	0,094	ug/L		7,54	9,013	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	0,052	0	40 - 120	160232		Reprovado
	0,073	0		114436		Reprovado
	0,0936	0		88999		Reprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica		0,004		Aprovado
LQ		≤ VMP		0,016		
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		133		Reprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,10		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Não					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Estireno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Estireno	RP-113/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5575; BV206
Soluções	
Estoque	OR056/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de Estireno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 5,000; 10,000; 14,800; 24,800; 30,000; e 40,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 5,000 a 40,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

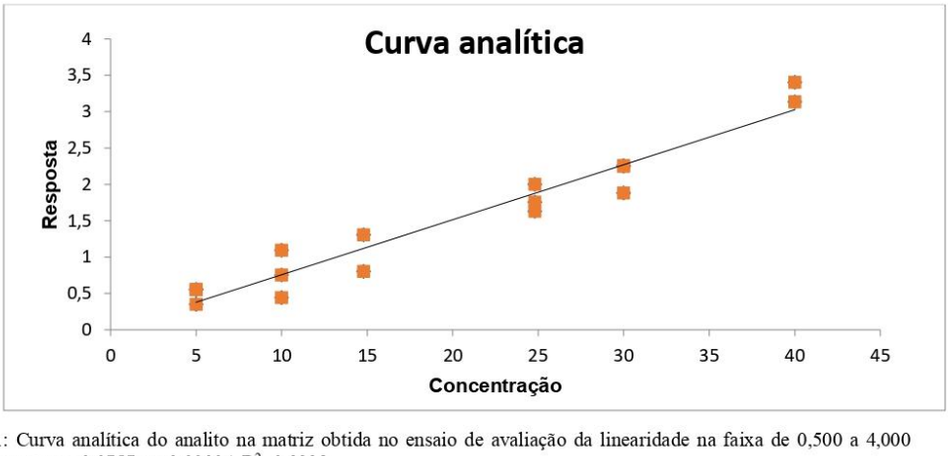


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,0757x + 0,00004*, R^2=0,9398.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P3 (14,800 µg/L), e P7 (40,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

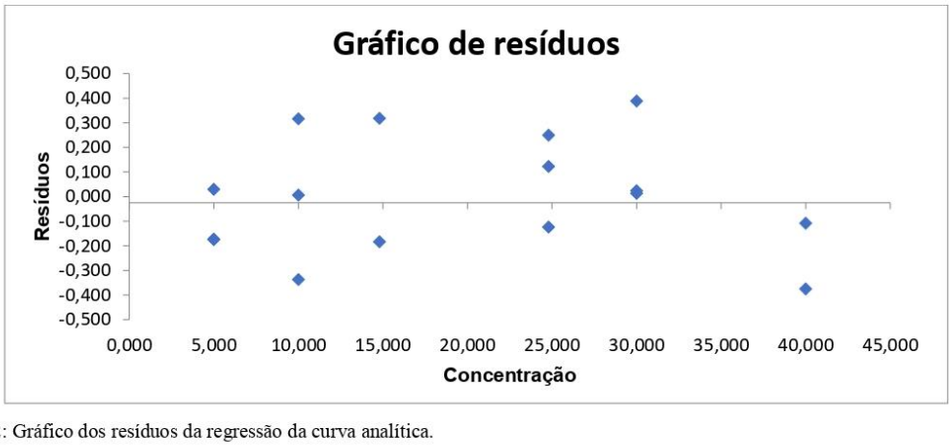


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 10,000; 20,000 e 30,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 5,84% e 19,33% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 1,282 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,345 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
5,000	2,167	2,45	6,0E+00	0,8856	43,3
10,000	4,334	2,45	6,0E+00	1,7712	43,3
14,800	6,414	2,45	6,0E+00	2,6214	43,3
24,800	10,748	2,45	6,0E+00	4,3925	43,3
30,000	13,002	2,45	6,0E+00	5,3136	43,3
40,000	17,336	2,45	6,0E+00	7,0847	43,3

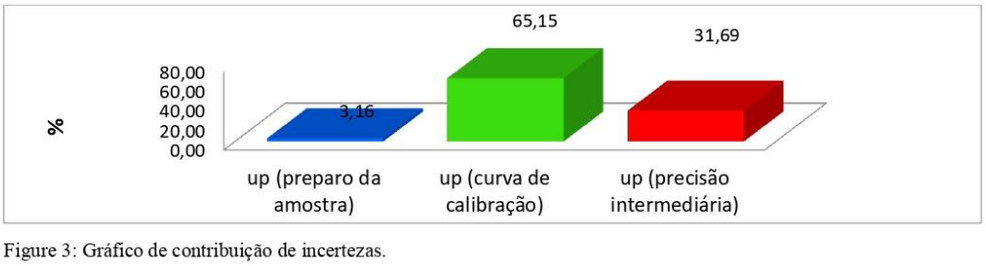


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Estireno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Estireno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	20,000	1,340		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9398		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,782	Aprovado
					1,560	Aprovado
					1,431	Aprovado
					1,088	Aprovado
					1,863	Aprovado
					1,972	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	Dados homoedásticos
				0,3460	0,5612	

Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			

Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	0,013552048	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	

Seletividade - Matriz Branca Não Disponível					
				F calc	F tab
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab			
				t calc	t tab
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab			

Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	10,000	ug/L	≤2	0,30		Aprovado
	20,000	ug/L		0,70		Aprovado
	30,000	ug/L		0,23		Aprovado

Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	10,000	ug/L	≤2	0,28		Aprovado
	20,000	ug/L		0,67		Aprovado
	30,000	ug/L		0,22		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	10,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	20,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	30,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado

Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	10,000	0	40 - 120	59		Aprovado
	20,000	0		55		Aprovado
	30	0		51		Aprovado

LD e LQ				
LD	Não se aplica			
LQ	≤ VMP	20,000		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	40 - 120		93	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0		0,00	Aprovado

Conclusão	
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Etilbenzeno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Etilbenzeno	RP-113/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Micropipetas	REL-004
Pipeta eletrônica	
Balão	D5535, BV206
Soluções	
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21
Solução estoque	OR048/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de Etilbenzeno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 22,500; 45,000; 66,600; 90,000; 116,600; 135,00 e 180,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 22,500 a 180,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

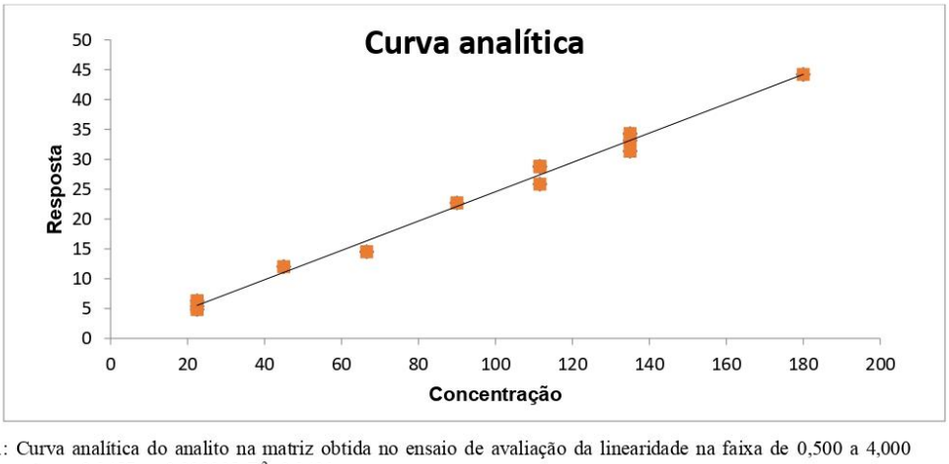


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,2457x – 0,000005*, R^2=0,9431.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (45,000 µg/L), P3 (66,600), P4 (90,000), e P7 (180,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121083928000009553475907
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121083928000009553475907
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:39

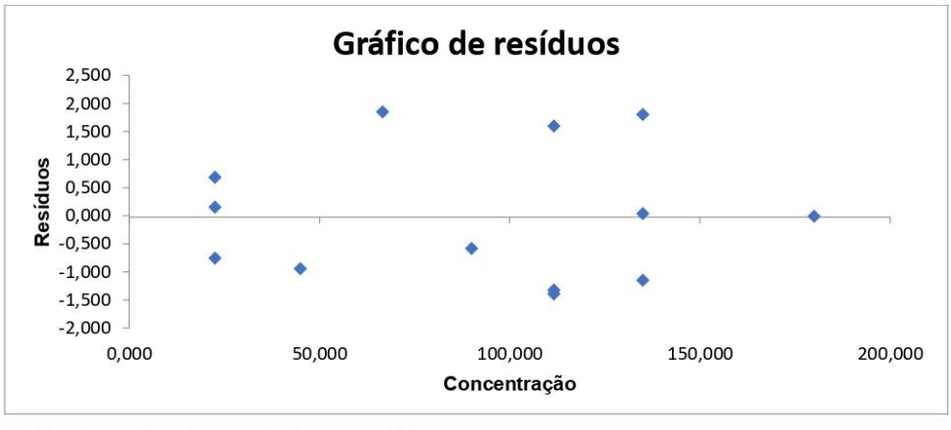


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 45,000; 90,000 e 135,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 6,74% e 8,03% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,158 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,217 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
22,500	1,483	2,36	7,3E+00	0,6271	6,6
45,000	2,966	2,36	7,3E+00	1,2542	6,6
66,800	4,389	2,36	7,3E+00	1,8583	6,6
90,000	5,932	2,36	7,3E+00	2,5085	6,6
111,600	7,355	2,36	7,3E+00	3,1105	6,6
135,000	8,897	2,36	7,3E+00	3,7627	6,6
180,000	11,863	2,36	7,3E+00	5,0169	6,6

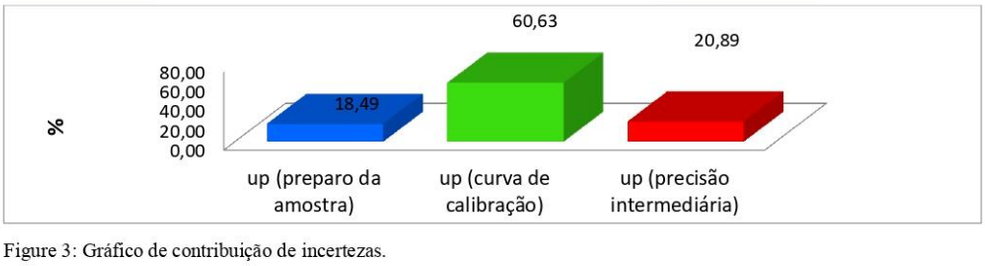


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Etilbenzeno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Etil Benzeno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	200,000	0,220		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9915		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,681	Aprovado
					0,818	Aprovado
					1,726	Aprovado
					0,474	Aprovado
					1,432	Aprovado
					1,720	Aprovado
					0,005	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	

Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			

Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	0,038809474	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	

Seletividade - Matriz Branca Não Disponível					
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab			
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab			

Repetibilidade					
	Concentração	Unidade			
Horrat (HORwitz RATio)	45,000	ug/L	≤2	0,33	Aprovado
	90,000	ug/L		0,36	Aprovado
	135,000	ug/L		0,34	Aprovado

Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	45,000	ug/L	≤2	0,31		Aprovado
	90,000	ug/L		0,34		Aprovado
	135,000	ug/L		0,31		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	45,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	90,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	135,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado

Tendência/Recuperação					
	Concentração	Unidade			
Recuperação (%)	45,000	0	40 - 120	46	Aprovado
	90,000	0		49	Aprovado
	135	0		53	Aprovado

LD e LQ				
LD	Não se aplica			
LQ	≤ VMP	200,000		Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)	40 - 120		52	Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT	≤ 2,0		0,19	Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não: Sim

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida — Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio — Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. o-Xileno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
o-Xileno	RP-090/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5590, BV206
Soluções	
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21
Solução estoque	OR050/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de o-Xileno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 25,000; 50,000; 74,000; 100,000; 124,000; 150,000; e 200,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 25,000 a 200,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

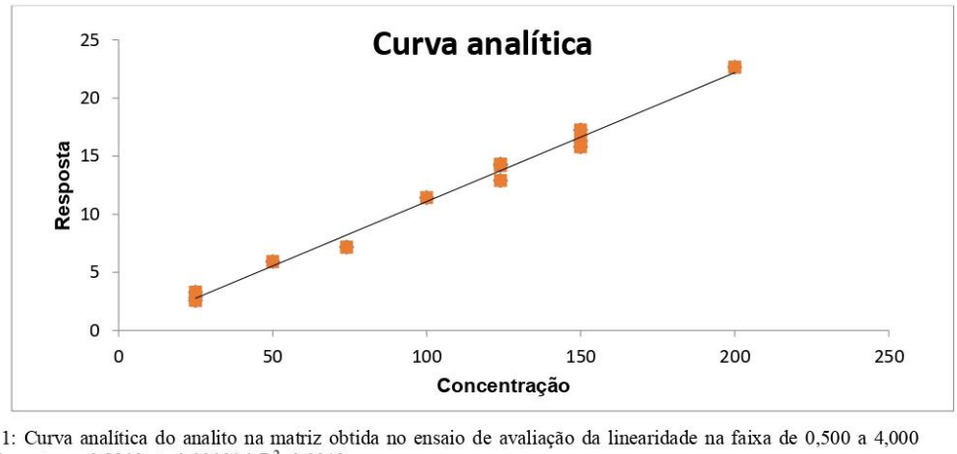


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação $y=0,1109x + 0,000026$, R^2=0,9913.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (50,000 µg/L), P3 (74,000), P4 (100,000), e P7 (200,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

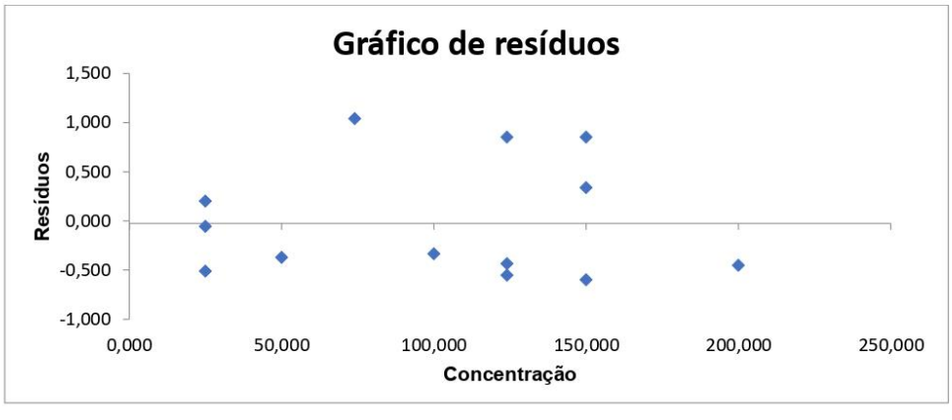


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 100,000; 200,000 e 300,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 5,45% e 8,60% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,429 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,588 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
25,000	3,496	2,26	9,8E+00	1,5455	14,0
50,000	6,992	2,26	9,8E+00	3,0910	14,0
74,000	10,349	2,26	9,8E+00	4,5747	14,0
100,000	13,985	2,26	9,8E+00	6,1820	14,0
124,000	17,341	2,26	9,8E+00	7,6667	14,0
150,000	20,977	2,26	9,8E+00	9,2730	14,0
200,000	27,969	2,26	9,8E+00	12,3641	14,0

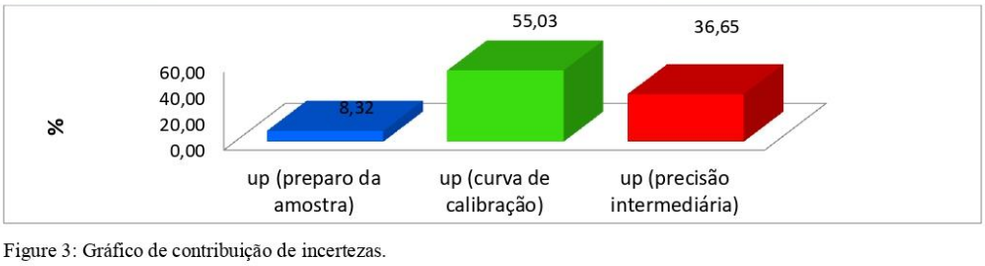


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de o-Xileno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	o-Xileno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	300,000	0,590		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9913		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,923	Aprovado
					0,622	Aprovado
					1,982	Aprovado
					0,537	Aprovado
					1,522	Aprovado
					1,574	Aprovado
					0,869	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	0,339561467	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	50,000	ug/L	≤2	0,36		Aprovado
	100,000	ug/L		0,36		Aprovado
	150,000	ug/L		0,28		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	50,000	ug/L	≤2	0,34		Aprovado
	100,000	ug/L		0,34		Aprovado
	150,000	ug/L		0,26		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	50,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	100,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	150,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	50,000	0	40 - 120	45		Aprovado
	100,000	0		50		Aprovado
	150	0		55		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	300,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		52		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,30		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. p,m-Xileno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
p,m-Xileno	RP-118/21, RP-067/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5551, D5576, BV206
Soluções	
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21
Solução estoque	OR049/21, OR051/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de p,m-Xileno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 50,000; 100,000; 200,000; 248,000; 300,000 e 400,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 50,500 a 400,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

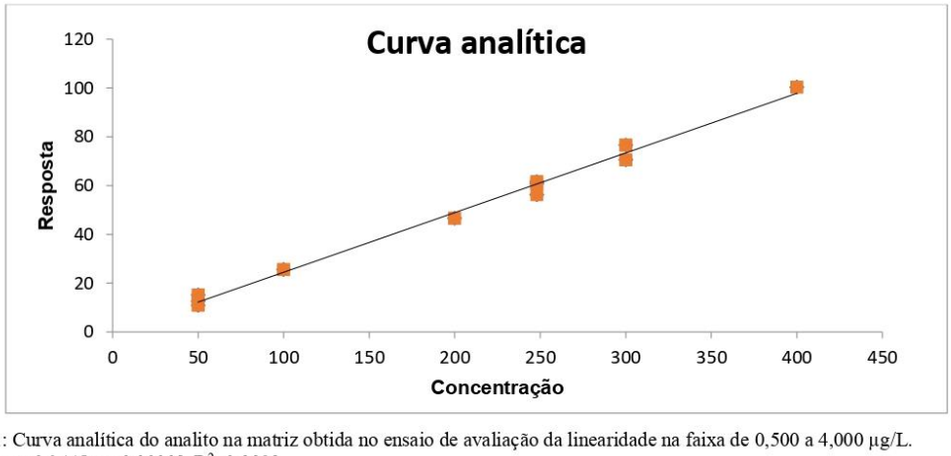


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,2445x + 0,00001*, R^2=0,9928.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (100,000 µg/L), P4 (200,600), P6 (300,000), e P7 (400,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 100,000; 200,000 e 300,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 30-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 7,33% e 21,22% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,347 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,472 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Expandida - U (%)
50,000	12,794	2,45	6,2E+00	25,6
100,000	25,588	2,45	6,2E+00	25,6
148,000	37,870	2,45	6,2E+00	25,6
200,000	51,175	2,45	6,2E+00	25,6
248,000	63,457	2,45	6,2E+00	25,6
300,000	76,763	2,45	6,2E+00	25,6
400,000	102,351	2,45	6,2E+00	25,6

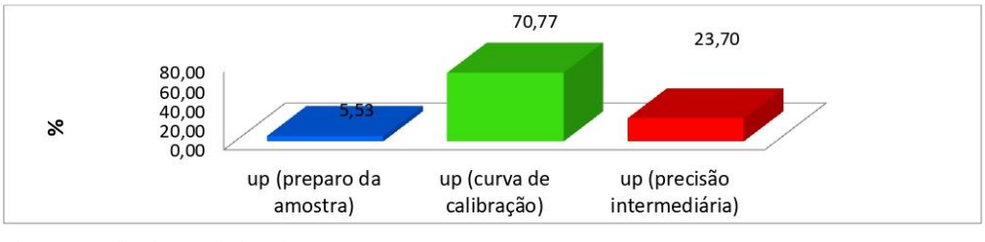


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de p,m-Xileno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	p,m-Xileno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	300,000	0,470		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9928		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,317	Aprovado
					0,431	Aprovado
					0,941	Aprovado
					2,083	Aprovado
					1,393	Aprovado
					1,249	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes	2,836330357	≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidada da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	100,000	ug/L	≤2	0,98		Aprovado
	200,000	ug/L		0,42		Aprovado
	300,000	ug/L		0,41		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	100,000	ug/L	≤2	0,94		Aprovado
	200,000	ug/L		0,40		Aprovado
	300,000	ug/L		0,38		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	100,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	200,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	300,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	100,000	ug/L	30 - 120	32		Aprovado
	200,000	ug/L		40		Aprovado
	300	ug/L		46		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	300,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		30 - 120		54		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,23		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Tetracloreto de carbono

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Tetracloreto de carbono	RP-072/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Micropipeta	MIP-001
Balão	D5554, BV206
Soluções	
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21
Solução estoque	OR195/21, OR057/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de tetracloreto de carbono em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 0,500; 1,000; 1,480; 2,000; 2,480 e 4,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,500 a 4,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

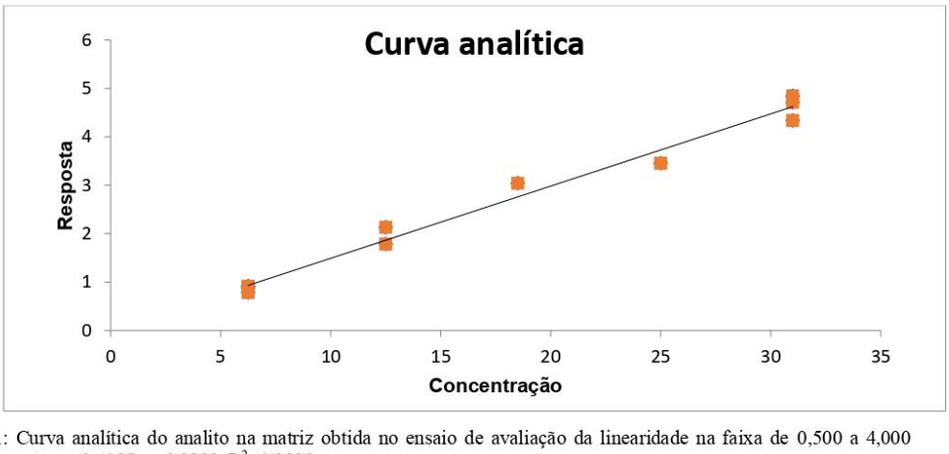


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação $y=0,4215x - 0,1199$, R^2=0,9832.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (1,000 µg/L), P3 (1,480), P4 (2,000), e P7 (4,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

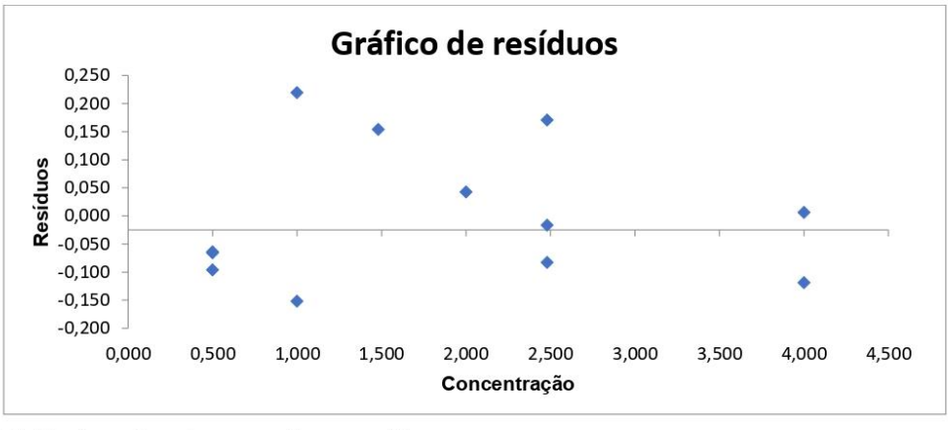


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 1,000; 2,000 e 4,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 5,25% e 5,48% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,299 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,306 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{ef}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,500	0,050	2,31	8,8E+00	0,0216	10,0
1,000	0,100	2,31	8,8E+00	0,0432	10,0
1,480	0,147	2,31	8,8E+00	0,0640	10,0
2,000	0,199	2,31	8,8E+00	0,0864	10,0
2,480	0,247	2,31	8,8E+00	0,1072	10,0
4,000	0,399	2,31	8,6E+00	0,1729	10,0

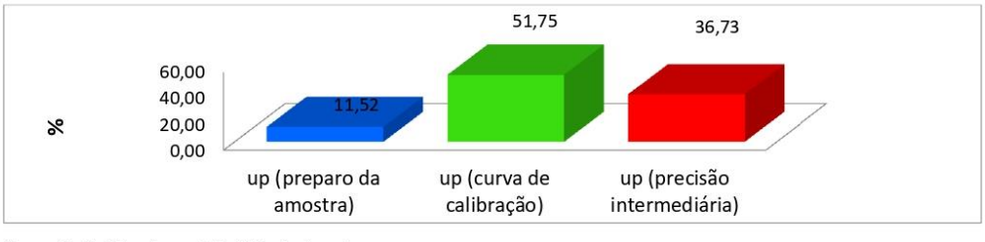


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Tetracloreto de carbono em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Tetracloreto de carbono
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	2,000	0,300		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9497		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,817	Aprovado
					2,130	Aprovado
					1,302	Aprovado
					0,334	Aprovado
					1,492	Aprovado
					1,160	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	1,000	ug/L	≤2	0,12		Aprovado
	2,000	ug/L		0,14		Aprovado
	4,000	ug/L		0,16		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	1,000	ug/L	≤2	0,12		Aprovado
	2,000	ug/L		0,13		Aprovado
	4,000	ug/L		0,14		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	1,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	2,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	4,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	1,000	ug/L	30 - 120	60		Aprovado
	2,000	ug/L		49		Aprovado
	4	ug/L		33		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	2,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		30 - 120		101		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,01		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Tetracloro-Eteno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Tetracloro-eteno	RP-073/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	D5540; BV206
Soluções	
Estoque	OR052/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de tetracloro-eteno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121084002100009553462228
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084002100009553462228
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:40

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 2,500; 5,000; 7,400; 10,000; 12,400 e 20,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 2,500 a 20,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

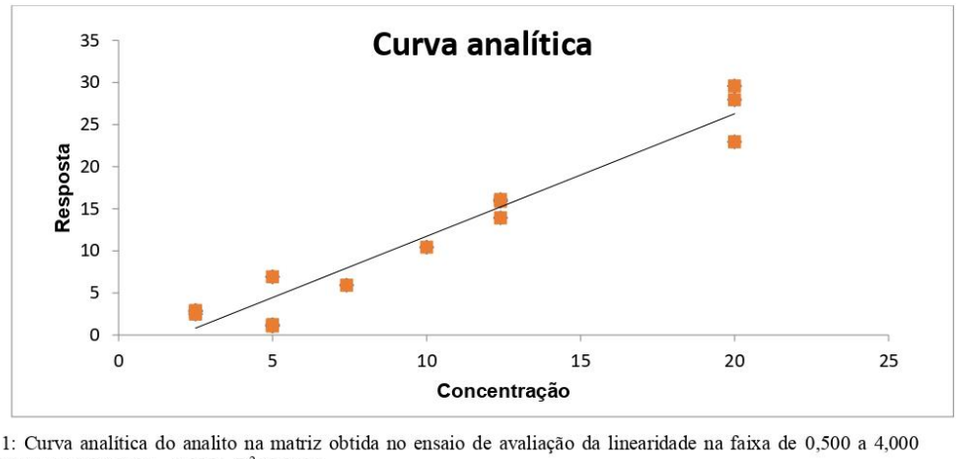


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação $y=1,4549x - 2,8152$, R^2=0,9431.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P3 (7,400 µg/L), e P4 (10,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

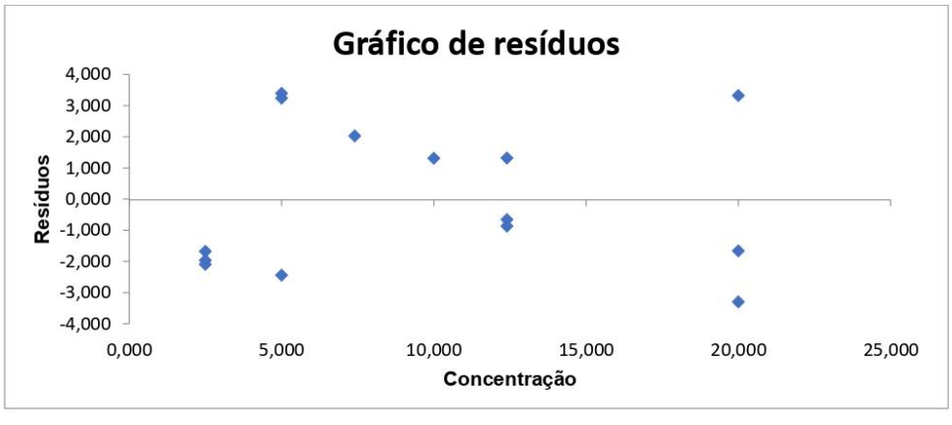


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 5,000; 10,000 e 15,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 4,22% e 5,54% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 1,935 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,936 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
2,500	2,103	2,78	4,1E+00	0,7574	84,1
5,000	4,206	2,78	4,1E+00	1,5149	84,1
7,400	6,225	2,78	4,1E+00	2,2420	84,1
10,000	8,412	2,78	4,1E+00	3,0297	84,1
12,400	10,431	2,78	4,1E+00	3,7569	84,1
20,000	16,824	2,78	4,1E+00	6,0595	84,1

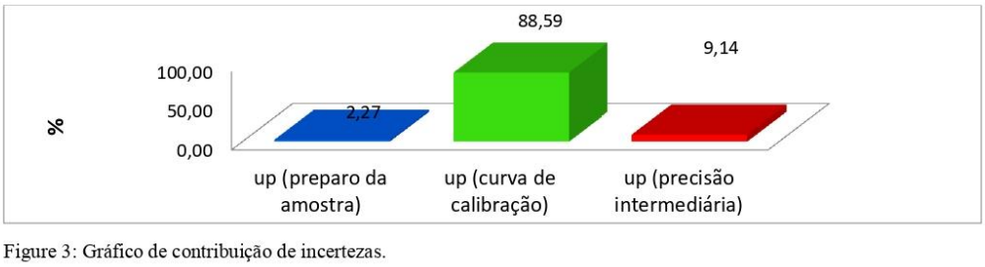


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de tetracloro-eteno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Tetracloro-Eteno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	40,000	1,930		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9431		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,927	Aprovado
					1,550	Aprovado
					0,852	Aprovado
					0,539	Aprovado
					0,546	Aprovado
					1,684	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	5,000	ug/L	≤2	0,13		Aprovado
	10,000	ug/L		0,14		Aprovado
	15,000	ug/L		0,20		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	5,000	ug/L	≤2	0,13		Aprovado
	10,000	ug/L		0,13		Aprovado
	15,000	ug/L		0,18		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	5,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	10,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	15,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	5,000	0	40 - 120	67		Aprovado
	10,000	0		51		Aprovado
	15	0		46		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	40,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		100		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,00		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:						

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Tolueno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Tolueno	RP-053/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Micropipetas	MIP-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	BV206
Soluções	
Estoque	OR103/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de tolueno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 6 níveis de concentração 0,500; 1,000; 1,480; 2,000; 2,480 e 4,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 0,500 a 4,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

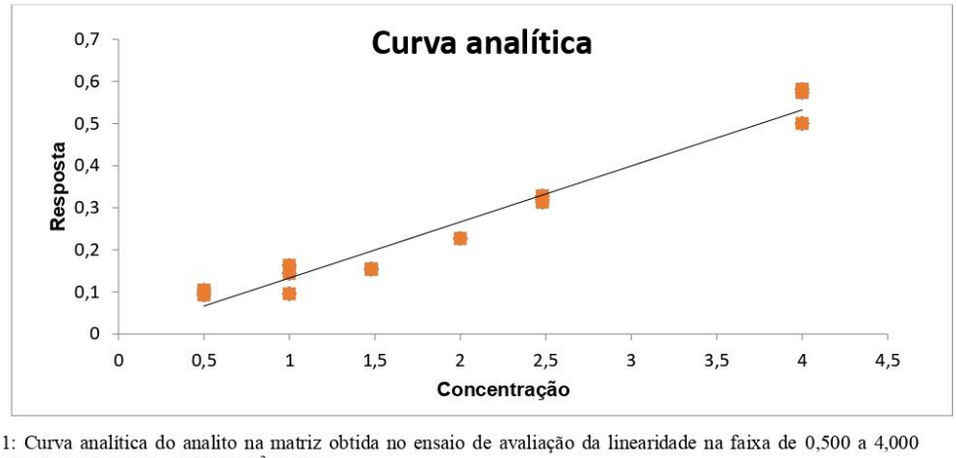


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,1331x – 0,00005*, R^2=0,9616.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P3 (1,480 µg/L), e P4 (2,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

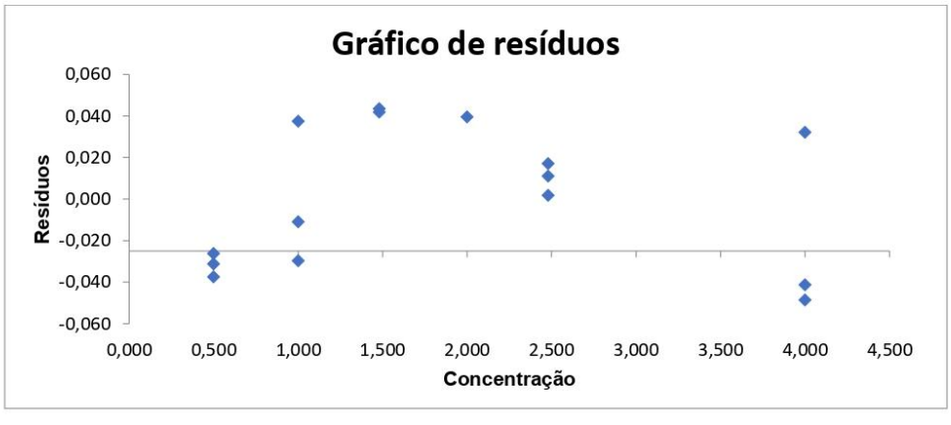


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 1,000; 2,000 e 3,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 25-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 3,45% e 8,82% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 0,603 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 0,690 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Combinada - u_c	Incerteza Expandida - U (%)
0,500	0,059	2,57	5,4E+00	0,0230	11,8
1,000	0,118	2,57	5,4E+00	0,0459	11,8
1,480	0,175	2,57	5,4E+00	0,0680	11,8
2,000	0,236	2,57	5,4E+00	0,0919	11,8
2,480	0,293	2,57	5,4E+00	0,1139	11,8
4,000	0,472	2,57	5,4E+00	0,1837	11,8

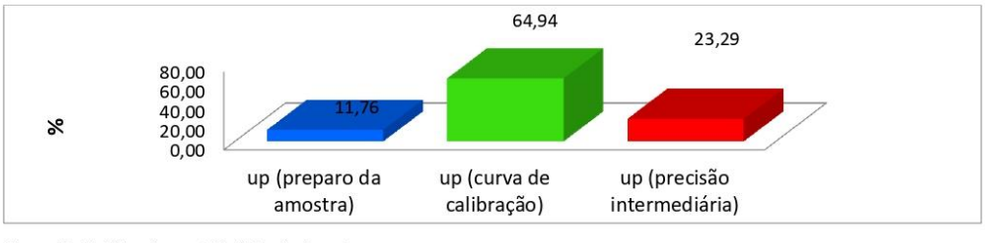


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Tolueno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Tolueno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	170,000	0,690		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9616		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	1,169	Aprovado
					1,136	Aprovado
					1,319	Aprovado
					1,178	Aprovado
					0,491	Aprovado
					1,706	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	1,000	ug/L	≤2	0,20		Aprovado
	2,000	ug/L		0,12		Aprovado
	3,000	ug/L		0,10		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	1,000	ug/L	≤2	0,19		Aprovado
	2,000	ug/L		0,11		Aprovado
	3,000	ug/L		0,09		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	1,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	2,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	3,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	1,000	ug/L	25 - 120	28		Aprovado
	2,000	ug/L		30		Aprovado
	3	ug/L		30		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	170,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		25 - 120		31		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,21		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida — Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio — Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Tricloro-Eteno

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Tricloro-Eteno	RP-078/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Balança	BAL-001
Pipeta eletrônica	REL-001; REL-004
Balão	BV206
Soluções	
Estoque	OR011/21
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de tricloro-eteno em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 5 níveis de concentração 7,500; 15,000; 22,200; 30,000; e 37,200 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 7,500 a 37,200 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

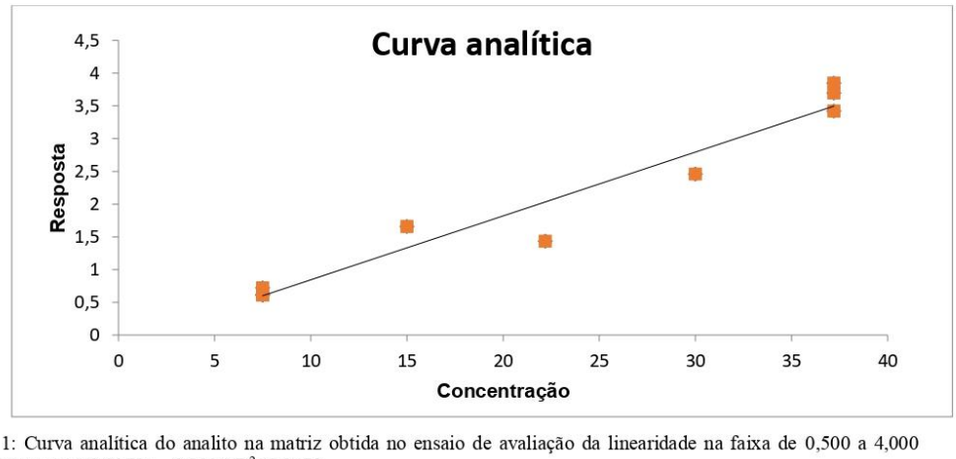


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,500 a 4,000 µg/L. Equação *y=0,0975x – 0,1304*, R^2=0,9473.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (15,000 µg/L), P3 (22,200), e P4 (30,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

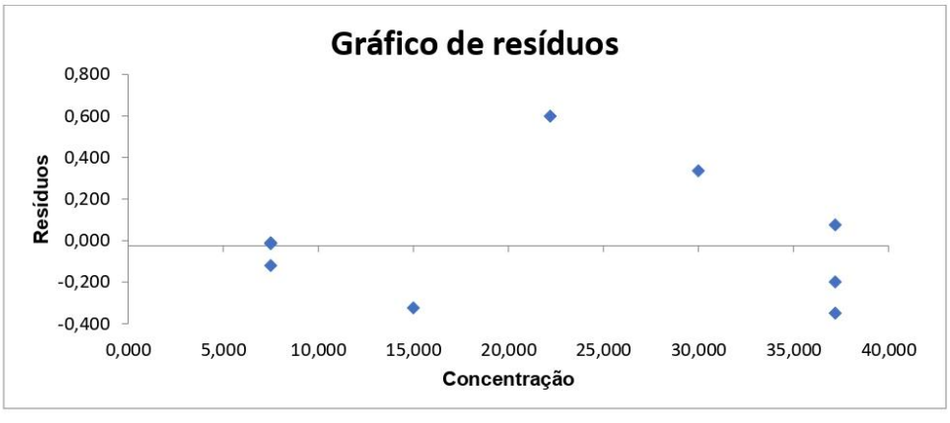


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 15,000; 30,000 e 45,000 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 40-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 4,63% e 9,50% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 4,365 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 5,642 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Expandida - U (%)
7,500	7,659	3,18	3,1E+00	102,1141773
15,000	15,317	3,18	3,1E+00	102,1141773
22,200	22,669	3,18	3,1E+00	102,1141773
30,000	30,634	3,18	3,1E+00	102,1141773
37,200	37,986	3,18	3,1E+00	102,1141773

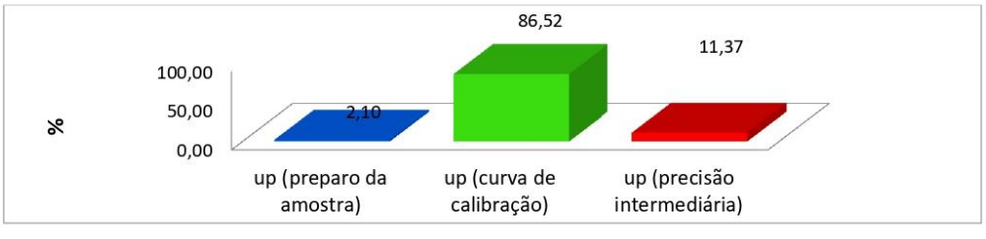


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

1.5. O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de Tricloro-Eteno em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Tricloro-Eteno
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado		Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<	70,000	5,640		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2	≥	0,9	0,9473		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)	≤		Maior Valor por ponto	0,396	Aprovado
					1,078	Aprovado
					2,616	Aprovado
					1,133	Aprovado
					1,291	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran	C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
				#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível						
	Concentração	Unidade		F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
		µg/L	F calc < F tab			
	Concentração	Unidade		t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab			
Curva Matrizada						
Faixa de Trabalho	Limite Inferior	<				
Coeficiente de Determinação	R^2	≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes		≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0	C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível						
				F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F	F calc < F tab				
				t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t	t calc < t tab				
Repetibilidade						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	15,000	ug/L	≤2	0,33		Aprovado
	30,000	ug/L		0,31		Aprovado
	45,000	ug/L		0,20		Aprovado
Precisão Intermediária						
	Concentração	Unidade				
Horrat (HORwitz RATio)	15,000	ug/L	≤2	0,32		Aprovado
	30,000	ug/L		0,29		Aprovado
	45,000	ug/L		0,18		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	15,000	ug/L	F calc < F tab	1,00	5,050	Aprovado
	30,000	ug/L		1,00	5,050	Aprovado
	45,000	ug/L		1,00	9,277	Aprovado
Tendência/Recuperação						
	Concentração	Unidade				
Recuperação (%)	15,000	0	40 - 120	41		Aprovado
	30,000	0		42		Aprovado
	45	0		42		Aprovado
LD e LQ						
LD		Não se aplica				
LQ		≤ VMP	70,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)		40 - 120		58		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT		≤ 2,0		0,27		Aprovado
Conclusão						
O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim					

Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida | Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio | Aprovação: Wellington F. Avarenga

Página 1 de 1

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

1.2. Cloreto de Vinila

1.3. TÉCNICA

Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial GC-MS/MS

1.4. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO

FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes	
Analito	**Lote**
Cloreto de Vinila	RP129/21
Equipamentos e Materiais	
Item	**Código**
GC-MS/MS	CGM-001
Pipeta eletrônica	REL-004
Balão	BV206
Soluções	
MIX VOC1 ASB 10000x	OR393/21

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para validação do método de determinação de cloreto de vinila em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. O sinal reportado foi a área do analito.

Os parâmetros foram avaliados por procedimentos intralaboratoriais com soluções padrão e amostras brancas adicionadas de padrão de acordo com o formulário FP-046 Plano de Verificação e Validação de Métodos. A adequação do método foi avaliada com base nos resultados dos parâmetros determinados considerando os critérios de aceitação estabelecidos no plano de

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

validação e o nível de significância adotada nos testes estatísticos foi α=0,05. Os cálculos foram realizados no formulário FP 049 Planilha de Verificação e Validação de Métodos.

Para a avaliação da linearidade foi preparada uma curva analítica na matriz branca com 7 níveis de concentração 1,250; 2,500; 3,700; 5,000; 6,200; e 10,000 µg/L com 3 replicatas preparadas de forma independente por nível. As soluções foram analisadas em ordem aleatória no mesmo dia. Os brancos da curva foram preparados como ferramenta de controle de qualidade. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em matriz na faixa de concentração de 1,250 a 10,000 µg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,900.

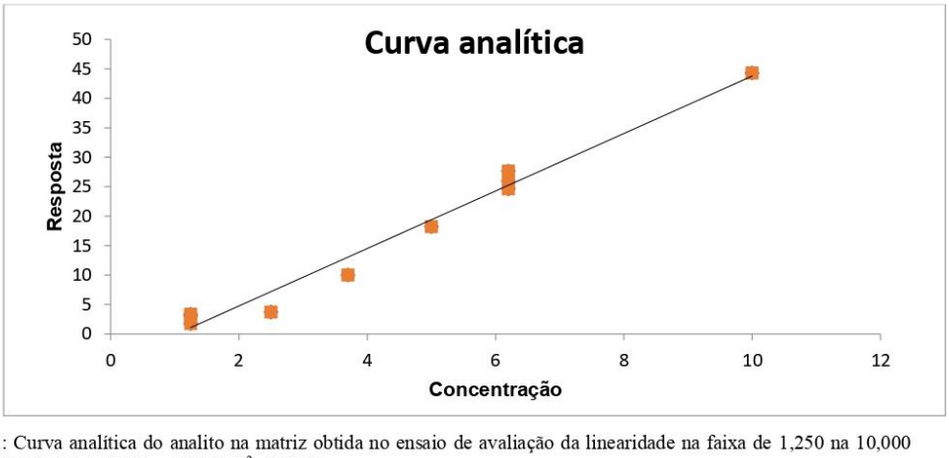


Figura 1: Curva analítica do analito na matriz obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 1,250 na 10,000 µg/L. Equação $y = 4,8751x - 4,9982$, R^2=0,9788

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, na análise dos dados os valores outliers foram encontrados e removidos no nível P2 (2,500 µg/L), P3 (3,700), P4 (5,000), P7 (10,000). A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

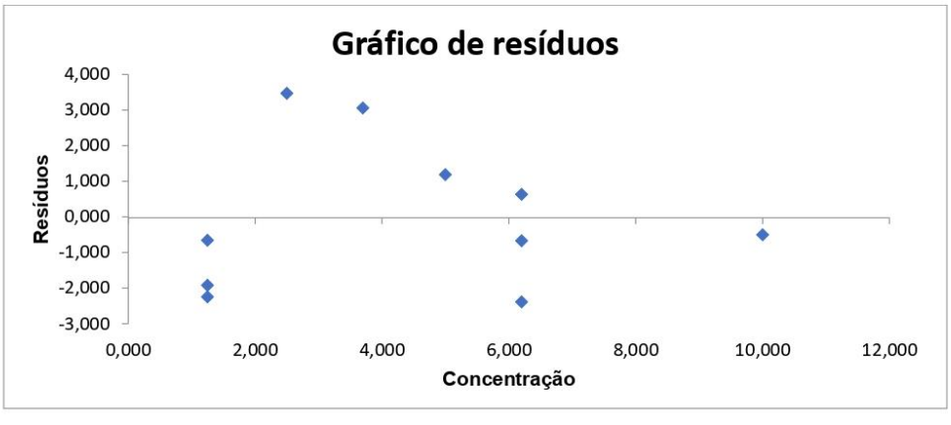


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada com a amostra fortificada com MRC, foram preparados de forma independente 6 amostras fortificadas em 3 níveis de concentração diferentes, 2,500; 5,000 e 7,500 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação, recuperações entre 35-120% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os três níveis de concentração avaliados. Para estes níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 5,48% e 26,12% com valores de HORRAT menores 2. O teste F mostrou que não há diferença significativa na variância dos dados nos dois dias de análise. Os resultados obtidos indicam que não há falta de exatidão e que o método apresenta precisão adequada sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pela média de dez brancos de acordo com recomendação da Eurachem (*The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory* **Guide** *to Method Validation and Related Topics*: 2nd edition, **2014**) obtendo valor de 1,266 µg/L. O limite de quantificação calculado foi igual a 1,511 µg/L.

No formulário FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método

4. CÁLCULOS DE INCERTEZA

A incerteza foi calculada seguindo o PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição e o documento eletrônico Planilha de Cálculo de Incerteza. Abaixo são apresentados a Tabela com os resultados agrupados da incerteza e o gráfico de contribuição de incertezas.

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

Tabela 1: Resultados agrupados de incerteza

Concentração (mg/L)	Incerteza Expandida - U	k	GL_{eff}	Incerteza Expandida - U (%)
1,250	0,473	2,31	8,3E+00	37,8629859
2,500	0,947	2,31	8,3E+00	37,8629859
3,700	1,401	2,31	8,3E+00	37,8629859
5,000	1,893	2,31	8,3E+00	37,8629859
6,200	2,348	2,31	8,3E+00	37,8629859
7,500	2,840	2,31	8,3E+00	37,8629859
10,000	3,786	2,31	8,3E+00	37,8629859

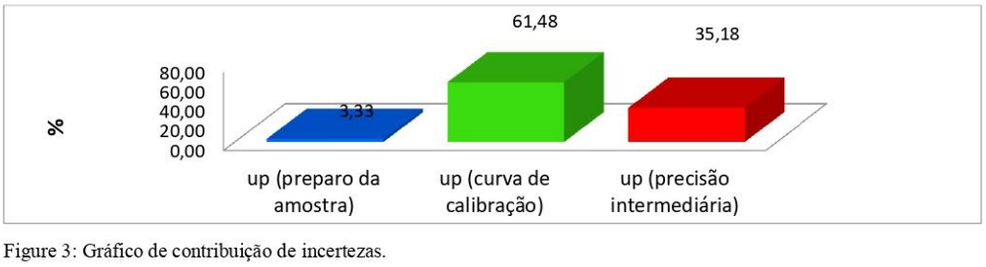


Figure 3: Gráfico de contribuição de incertezas.

5. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de cloreto de vinila em águas subterrâneas empregando Cromatografia a gás acoplada à espectrometria de massas sequencial foram alcançados.

Elaboração: Helvécio Costa Menezes	**Data:** 22/11/2021
Aprovação: Rodinei Augusti	**Data:** 19/12/2021

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

	FORMULÁRIO PADRÃO		FP-049
	PLANILHA DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		
	Revisão: 01	Data de Emissão: 29/06/2021	

NOTA: células em cinza são de títulos e fórmulas e ficam bloqueadas por senha com acesso restrito do SGQ; células em branco são para o registro de dados e são desbloqueadas com a senha "CRA".

ESCOPO

Analito/parâmetro:	Cloreto de Vinila
Técnica:	GC-MS
Matriz:	água subterrânea

RESULTADOS

Parâmetro avaliado			Critério		Valor encontrato		Conclusão
Linearidade							
Faixa de Trabalho	Limite Inferior		<	5,000	1,510		Aprovado
Coeficiente de Determinação	R^2		≥	0,9	0,9788		Aprovado
Verificação da ausência de valores aberrantes	Nível de confiança (alfa)		≤		Maior Valor por ponto	1,187	Aprovado
						2,002	Aprovado
						1,611	Aprovado
						0,547	Aprovado
						1,205	Aprovado
						0,308	Aprovado
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	Teste de Cochran		C calc < C tab		C calc	C tab	#DIV/0!
					#DIV/0!	0,5612	
Seletividade - Matriz Branca Disponível							
	Concentração	Unidade			F calculado	F tabelado	
Teste F - Avaliação das variâncias dos resultados (amostras preparadas na matriz e sem a matriz)		µg/L	F calc < F tab				
		µg/L	F calc < F tab				
		µg/L	F calc < F tab				
	Concentração	Unidade			t calculado	t tabelado	
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab				
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab				
Teste t - Comparação das médias das concentrações		µg/L	t calc < t tab				
Curva Matrizada							
Faixa de Trabalho	Limite Inferior		<				
Coeficiente de Determinação	R^2		≥				
Verificação da ausência de valores aberrantes			≤		Maior Valor por ponto		
Avaliação da homogeneidade da variância dos resíduos	0		C calc < C tab		C calc	C tab	
Seletividade - Matriz Branca Não Disponível							
					F calc	F tab	
Homogeneidade da variância dos resíduos de cada curva (no solvente e na matriz)	Teste F		F calc < F tab				
					t calc	t tab	
Inclinação das curvas (no solvente e na matriz)	Teste t		t calc < t tab				
Repetibilidade							
	Concentração	Unidade					
Horrat (HORwitz RATio)	2,500	ug/L	≤2		0,14		Aprovado
	5,000	ug/L			0,08		Aprovado
	7,500	ug/L			0,84		Aprovado
Precisão Intermediária							
	Concentração	Unidade					
Horrat (HORwitz RATio)	2,500	ug/L	≤2		0,20		Aprovado
	5,000	ug/L			0,15		Aprovado
	7,500	ug/L			0,78		Aprovado
Teste F - Avaliação das Variâncias	2,500	ug/L	F calc < F tab		1,00	5,050	Aprovado
	5,000	ug/L			1,00	5,050	Aprovado
	7,500	ug/L			1,00	5,050	Aprovado
Tendência/Recuperação							
	Concentração	Unidade					
Recuperação (%)	2,500	ug/L	35	120	56		Aprovado
	5,000	ug/L			37		Aprovado
	7,5	ug/L			36		Aprovado
LD e LQ							
LD			Não se aplica				
LQ			≤ VMP	5,000			Aprovado
Exatidão do LQ - Recuperação (%)			35	120	101		Aprovado
Precisão do LQ - Valor de HORRAT			≤ 2,0		0,11		Aprovado

Conclusão

O método é adequado para o uso pretendido? Sim/Não:	Sim
Elaboração:	Helvécio Costa Menezes
Aprovação:	Mariana Ramos de Almeida
Data:	20/11/2021

Elaboração: Mariana R. Almeida

Revisão: Igor F. P. C. Noronha; Millena C. F. Avelar; Cyntia C. Ribeiro; Flávia B. Custódio

ANEXOS - Relatório Final – Subprojeto 14/2019 – Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados na Resolução CONAMA 396/08 em Águas Subterrâneas Coletadas na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41

Belo Horizonte, 11 de Julho de 2022.

Professor Doutor Rodinei Augusti

Professor Titular do Departamento de Química da UFMG

Número do documento: 22072121084079400009553475906
https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121084079400009553475906
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:08:41