



Número: **5036520-61.2020.8.13.0024**

Classe: **[CÍVEL] PROCEDIMENTO COMUM CÍVEL**

Órgão julgador: **2ª Vara da Fazenda Pública e Autarquias da Comarca de Belo Horizonte**

Última distribuição : **04/03/2020**

Valor da causa: **R\$ 2.000.000.000,00**

Processo referência: **5071521-44.2019.8.13.0024**

Assuntos: **Mineração, Brumadinho, Mariana**

Segredo de justiça? **NÃO**

Justiça gratuita? **SIM**

Pedido de liminar ou antecipação de tutela? **NÃO**

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

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

Documentos			
Id.	Data da Assinatura	Documento	Tipo
9557384040	21/07/2022 21:18	Manifestação	Manifestação
9557387971	21/07/2022 21:18	Relatório Final Subprojeto 16 _Parte1	Documento de Comprovação
9557387972	21/07/2022 21:18	Relatório Final Subprojeto 16 _Parte2	Documento de Comprovação
9557387973	21/07/2022 21:18	Relatório Final Subprojeto 16 _Parte3	Documento de Comprovação

9557387974	21/07/2022 21:18	Relatório Final Subprojeto 16 _Parte4	Documento de Comprovação
9557387975	21/07/2022 21:18	Relatório Final Subprojeto 16 _Parte5	Documento de Comprovação
9557387976	21/07/2022 21:18	Relatório Final Subprojeto 16 _Parte6	Documento de Comprovação
9557387977	21/07/2022 21:18	Relatório Final Subprojeto 16 _Parte7	Documento de Comprovação
9557390518	21/07/2022 21:18	Relatório Final Subprojeto 16 _Parte8	Documento de Comprovação
9557387874	21/07/2022 21:18	Relatório Final Subprojeto 16 _Parte9	Documento de Comprovação
9557391468	21/07/2022 21:18	Relatório Final Subprojeto 16 _Parte10	Documento de Comprovação
9557389522	21/07/2022 21:18	Relatório Final Subprojeto 16 _Parte11	Documento de Comprovação
9557391618	21/07/2022 21:18	Relatório Final Subprojeto 16 _Parte12	Documento de Comprovação

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

Autos nº 5036520-61.2020.8.13.0024

A Coordenação do Projeto Brumadinho-UFMG vem perante V. Exa. apresentar o **relatório final de atividades do Subprojeto nº 16**, que teve por objeto “**Análise de metais e metaloides em água subterrânea**”, e foi Coordenado pela **Professora Doutora Letícia Malta Costa**, 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 discricão 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





Universidade Federal de Minas Gerais

Subprojeto nº 16

ANÁLISE DE METAIS E METALOIDES EM ÁGUA SUBTERRÂNEA

RELATÓRIO FINAL

COORDENAÇÃO
Dra. Leticia Malta Costa
(Profa. Associada IV)



Relatório Final – Subprojeto 16 – Análise de metais e metaloides em água subterrânea



Subprojeto 16 – Análise de Metais e Metaloides em Água Subterrânea

Equipe

COORDENAÇÃO

Dra. Letícia Malta Costa
(Profa. Associada IV)

PESQUISADORES

Dra. Mariana Ramos de Almeida
(Profa. Adjunta II)

Dra. Elionai C. de Lima Gomes
(Profa. Adjunta II)

BOLSISTAS

Amanda C.S. Coelho
(Mestranda)

Victória S. Amador
(TAE e Doutoranda)

Matheus B. Alvarenga
(Mestrando)

Nathália R. de Oliveira
(Doutoranda)

Izabella F. G. Lamari
(Graduanda)



Tabelas

Tabela 1 – Parâmetros instrumentais para quantificação multielementar por ICP-OES e ICP-MS	24
Tabela 2 – Parâmetros de mérito obtidos na validação do método para determinação Hg total por ICP-MS	31
Tabela 3 – Parâmetros de mérito obtidos na validação do método para determinação de Ag, As, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Li, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, U e V total por ICP-MS.....	33
Tabela 4 – Parâmetros de mérito obtidos na validação do método para determinação de Al, Ba, Cu e Mn total por ICP-MS	33
Tabela 5 – Parâmetros de mérito obtidos na validação do método para determinação de Fe, Zn e Na total por ICP OES.....	34
Tabela 6 – Sequência de apresentação utilizada nos gráficos de resultados da concentração dos elementos total e dissolvida de acordo com a calha do Rio Paraopeba desde Brumadinho até Felixlândia	36
Tabela 7 – Amostras de água subterrânea (concentrações totais) que violaram os VMP da resolução CONAMA nº 396 (2008)	55



Figuras

Figura 1 – Mapa 1: Localização dos pontos de coleta de amostras de água subterrânea na Bacia hidrográfica do Rio Paraopeba, MG (Fonte: Google Earth, autora)	23
Figura 2 – Concentração total de Li ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba	38
Figura 3 – Concentração total de Al ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba	39
Figura 4 – Concentração total de V ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba	40
Figura 5 – Concentração total de Cr ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba	40
Figura 6 – Concentração total de Mn ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba	41
Figura 7 – Concentração total de Ni ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba	42
Figura 8 – Concentração total de Cu ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da bacia do Rio Paraopeba	42
Figura 9 – Concentração total de As ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da bacia do Rio Paraopeba	43
Figura 10 – Concentração total de Ba ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba	44
Figura 11 – Concentração total de Pb ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba	45
Figura 12 – Concentração total de U ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba	45
Figura 13 – Concentração total de Fe ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba	46
Figura 14 – Concentração total de Zn ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da bacia do Rio Paraopeba	47
Figura 15 – Concentração total de Na ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba	47
Figura 16 – Modelo PCA: (a) Gráficos dos escores PC ₁ x PC ₂ das amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba: ◆ amostras coletadas em um raio de até 50 km, ■ até 100 km e ▲ acima de 100 km do rompimento da barragem B ₁ . (b) Gráficos dos loadings PC ₁ x PC ₂ mostrando a contribuição das variáveis para o gráfico de escores. (Fonte: autora) ...	51
Figura 17 – Mapa 2: Pontos de coleta de amostras de água subterrânea ao longo da Bacia do Rio Paraopeba que apresentaram violação aos valores guias de qualidade da resolução CONAMA nº 396 (2008).....	56



Figura 18 – Mapa 3: Ampliação dos pontos de coleta de água subterrânea ao longo da Bacia do Rio Paraopeba que apresentaram violação aos valores guias de qualidade da resolução CONAMA nº 396 (2008)..... 57



Lista de siglas

ICP OES	Espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado
ICP-MS	Espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado
VMP	Valores máximos permitidos
CONAMA	Conselho Nacional do Meio Ambiente
SISEMA	Sistema Estadual de Meio Ambiente e Recursos Hídricos
CETESB	Companhia Ambiental do Estado de São Paulo
FEAM	Fundação Estadual de Meio Ambiente
LQP	Limites de quantificação praticáveis
SGQ	Sistema de Gestão da Qualidade
CRA	Centro de Referência Ambiental
ANA	Agência Nacional de Águas
SMWW	Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater
IGAM	Instituto Mineiro de Gestão das Águas
EPA	Environmental Protection Agency
QF	Quadrilátero Ferrífero
CTC	Comitê Técnico Científico



Agradecimentos

Ao Comitê Técnico Científico, instituído pela UFMG após o desastre ocorrido em Brumadinho, por viabilizar toda infraestrutura necessária para execução dos Subprojetos e ao Juízo da 2ª Vara da Fazenda Pública da Comarca de Belo Horizonte pela liberação dos recursos que tornaram possível a realização dos trabalhos experimentais. Às vítimas e aos atingidos do desastre, o mais profundo respeito da equipe executora desse Subprojeto.



Índice

Introdução	1
1. Apresentação geral do Subprojeto	11
2. Objeto e objetivos	12
2.1. Objeto	13
2.2. Objetivos	13
2.2.1. Objetivo geral	13
2.2.2. Objetivos específicos	13
3. Revisão da literatura	15
3.1. O desastre e os impactos socioeconômicos	15
3.2. A Bacia hidrográfica do Rio Paraopeba	16
3.3. Águas subterrâneas: importância e características	18
3.4. Técnicas espectrométricas para quantificação de metais e metaloides em amostras de águas	21
4. Metodologias	22
4.1. Amostras	22
4.2. Parâmetros instrumentais	24
4.3. Procedimentos de digestão das amostras de água subterrânea para determinação das concentrações totais dos elementos	25
4.3.1. Procedimentos de digestão das amostras de água subterrânea para determinação da concentração de Hg total	25
4.3.2. Procedimentos de digestão das amostras de água subterrânea para determinação das concentrações totais dos metais e metaloides	25
4.4. Procedimentos para determinação das concentrações de metais e metaloides dissolvidos nas amostras de água subterrânea	26
4.5. Validação dos métodos para determinação das concentrações dos elementos totais e dissolvidos nas amostras de água subterrânea	26
4.6. Tratamento estatístico por Análise de Componentes Principais (PCA) para as amostras de água subterrânea	27
5. Resultados	28
5.1. Resultados Validação	29
5.2. Resultados das concentrações totais dos elementos nas amostras de água subterrânea	355
5.3. Análise de Componentes Principais para as concentrações dos elementos totais nas amostras de água subterrânea	49
6. Avaliação de impactos	54
7. Considerações finais	57
8. Referências Bibliográficas	60
Anexo I – Resposta aos quesitos formulados pelas partes	64
I.1 – Resposta aos quesitos formulados pela Advocacia Geral do Estado de Minas Gerais (documento id 112356261 de 17 de abril de 2020)	64



I.2 – Resposta aos quesitos formulados pelo Ministério Público do Estado de Minas Gerais (documento id 116369459 de 19 de maio de 2020).....	69
I.3 – Resposta aos quesitos formulados pela Defensoria Pública do Estado de Minas Gerais (documento id 120005501 de 15 de junho de 2020).....	71
I.4 – Resposta aos quesitos formulados pela Vale S. A. (documento id 113859831 de 4 de maio de 2020).....	74
Anexo II – Relatório Financeiro Fundep.....	76
Anexo III – Tabela com identificação das amostras, ponto de coletas e características físico-químicas.....	77
Anexo IV – Tabela com as concentrações dos elementos totais nas amostras de água subterrânea.....	82
Anexo V– FP-050 Relatório de Verificação e Validação de Métodos para Metais Totais.....	86
Anexo VI – FP-050 Relatório de Verificação e Validação de Métodos para Metais Dissolvidos.....	178



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 01/2020 o Comitê Técnico-Científico do Projeto Brumadinho-UFMG publicou a Chamada Pública 16/2019, que teve por objeto “Análise de Metais e Metaloides em Água Subterrânea”. No âmbito dessa Chamada 16/2019, foi selecionado, aprovado pelo juízo e contratado por intermédio da FUNDEP o SUBPROJETO 16, coordenado pela Professora Doutora LETÍCIA MALTA COSTA, do Departamento de Química, do Instituto de Ciências Exatas da UFMG.

O presente relatório consiste na atividade final desse SUBPROJETO 16.

É importante que seja esclarecido que a pesquisa desenvolvida nesse SUBPROJETO 16 tem por objeto “ANÁLISE DE METAIS E METALOIDES EM ÁGUA SUBTERRÂNEA”, isto é, determinar metais e metaloides que constam na norma CONAMA nº 396 (2008) em amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba coletadas segundo plano amostral do Subprojeto 10+13/2019. Por esse motivo, as conclusões científicas desse relatório referem-se apenas ao seu objeto e apresentam as limitações dos métodos utilizados, sendo tecnicamente inadequadas extrapolações para além desses limites.



Sumário executivo

Introdução

A CHAMADA PÚBLICA INTERNA INDUZIDA Nº 16/2019, divulgada pelo Comitê Técnico Científico (CTC) instituído pela Universidade Federal de Minas Gerais teve como principal meta avaliar a composição das águas subterrâneas de poços e cisternas localizados próximos à calha do Rio Paraopeba, após o desastre ambiental ocorrido no dia 25 de janeiro de 2019, com o rompimento da Barragem B1 do Córrego do Feijão, em Brumadinho. Dessa forma, foram determinados em laboratório e discutidos importantes parâmetros de qualidade das águas subterrâneas a partir de um plano amostral fornecido pelo CTC. As amostras de água subterrânea foram coletadas pela equipe do Subprojeto 10+13 (Coleta de água subterrânea) e recebidas pela equipe do Subprojeto 16.

As amostras de água subterrânea foram coletadas para determinação da concentração de metais e metaloides total. Para isso, foram estabelecidos procedimentos de validação para todos os métodos de ensaio para avaliação dos parâmetros de mérito, que são, linearidade, repetibilidade, precisão intermediária, recuperação, limite de detecção e limite de quantificação.

As águas subterrâneas estão localizadas abaixo da superfície do solo, armazenadas nos poros e fraturas das rochas. Apesar destes espaços geológicos apresentarem volumes milimétricos, eles ocorrem geralmente em grandes extensões, produzindo importantes volumes de água armazenadas no subsolo (BRASIL, 2007). A qualidade das águas extraídas do subsolo é um dos principais fatores que tornam o seu uso vantajoso. Durante o processo de percolação no solo, a água é filtrada, além de sofrer outros processos físico-químicos, como a remoção de sólidos em suspensão, ajuste do pH e a troca iônica. A remoção de micro-organismos também é favorecida pelo menor nível de oxigênio na matriz porosa do solo [ABAS, 2021].

Porém, a qualidade dessas águas pode ser afetada por fatores litológicos e geoquímicos e por atividades antrópicas, como a disposição de resíduos sólidos no solo, liberação de resíduos domésticos, atividades agrícolas, industriais e de mineração (CETESB, 2021). Além disso, as características químicas das águas subterrâneas refletem os meios por onde percolam, guardando uma estreita relação

com os tipos de rochas que as armazenam (CETESB, 2016). A vulnerabilidade das reservas de águas subterrâneas indica o grau de suscetibilidade de um aquífero ser afetado por alguma carga poluidora, e considera em geral dois fatores: a vulnerabilidade natural (tipo de aquífero, arcabouço litológico que sustenta o aquífero na zona saturada e profundidade do nível da água) e as possíveis causas poluidoras (BRASIL, 2007).

Objetivos

Avaliar características químicas de águas subterrâneas da Bacia do Rio Paraopeba com relação a metais e metaloides descritos na resolução CONAMA n° 396 (2008).

Análises e Achados

As amostras de água subterrânea foram coletadas pela equipe do Subprojeto 10+13 para a determinação das concentrações de metais e metaloides. Em campo, todas as amostras foram acidificadas e mantidas sob baixa temperatura, para garantia de sua integridade e preservação. As quantificações dos metais e metaloides foram realizadas por técnicas de alta sensibilidade, multielementares e capazes de detectar concentrações em nível traço, com alta precisão e exatidão. Todas as quantificações foram realizadas após a validação dos métodos de ensaio. Neste processo, garante-se a qualidade dos resultados, estimando-se parâmetros de mérito relacionados à linearidade, repetibilidade, precisão intermediária, recuperação, limite de detecção e limite de quantificação. Os resultados foram analisados empregando-se ferramentas quimiométricas de análise exploratória, como a análise de componentes principais (PCA), estabelecendo-se correlações de similaridades dos perfis de distribuição dos elementos na região amostrada. Utilizando essa estratégia foi possível avaliar a influência de cada elemento na separação e agrupamento de amostras. Foram encontrados valores de concentrações acima dos permitidos pela resolução CONAMA n° 396 (2008) principalmente para Al, Fe e Mn, relacionados aos usos preponderantes de consumo humano e dessedentação animal. Violações para Zn, Pb e U ocorreram de forma isolada, podendo estar relacionadas a atividades antrópicas ou ocorrência natural.



Conclusões/Considerações Finais.

O estudo reportado neste relatório permite uma avaliação pontual de características químicas relacionadas às concentrações de metais e metaloides em águas subterrâneas utilizadas para diversos fins em propriedades rurais e empreendimentos ao longo da Bacia do Rio Paraopeba, mais precisamente, localizados no máximo a 1 km da calha do rio. Pode-se observar a predominância de altas concentrações de Al, Fe e Mn, violando os valores máximos permitidos da resolução CONAMA n° 396 (2008), no uso preponderante para consumo humano. Além disso, no caso da concentração de Mn, observou-se ainda violação para o uso dessedentação animal.

Esses resultados apontam para a necessidade de estudos continuados, incluindo monitoramento sazonal de maior número de poços, para uma avaliação aprofundada, não apenas das condições de uso dessas águas, mas também de possíveis fontes de metais e ainda estudos de tratamento dessas águas, por tecnologias específicas, antes de sua utilização. Além disso, mostra-se relevante uma avaliação da área da saúde sobre esses achados, considerando o aumento do uso desse tipo de água para os diversos fins.



Executive summary

Introduction

THE INDUCED INTERNAL PUBLIC CALL No. 16/2019, released by the Scientific Technical Committee (STC) established by the Federal University of Minas Gerais had as its main goal to evaluate the composition of groundwater from wells and cisterns located near the Paraopeba River basin, after the environmental disaster that occurred on 2019, January 25th, with the rupture of the B1 Dam of the córrego do Feijão, in Brumadinho. Thus, important groundwater quality parameters were determined in the laboratory and discussed from a sampling plan provided by the STC. The groundwater samples were collected by the subproject 10+13 team (Groundwater Collection) and received by the subproject 16 team.

The groundwater samples were collected for determination of total metal and metalloid contents. For this, validation procedures were established for all test methods for evaluation of the parameters of merit, which were linearity, repeatability, intermediate precision, recovery, limit of detection, and limit of quantification.

Groundwater is located below the ground surface, stored in pores and fractures in rocks. Although these geological spaces present millimeter volumes, they generally occur in large extensions, producing important volumes of water stored underground (BRASIL, 2007). The quality of the water extracted from the subsoil is one of the main factors that make its use advantageous. During the percolation process in the soil, the water is filtered, besides undergoing other physical-chemical processes, such as the removal of suspended solids, pH adjustment and ion exchange. The removal of microorganisms is also favored by the lower level of oxygen in the porous matrix of the soil (ABAS, 2021).

However, the quality of these waters can be affected by lithological and geochemical factors and by anthropic activities, such as the disposal of solid waste in the soil, release of domestic waste such as cesspools and sewage, agricultural, industrial, and mining activities (CETESB, 2021). In addition, the chemical characteristics of groundwater reflect the means through which they percolate, keeping a close relationship with the types of rocks that store them (CETESB, 2016). The vulnerability of groundwater reserves indicates the degree of susceptibility of an aquifer to be

affected by some pollution load, and generally considers two factors: the natural vulnerability (type of aquifer, lithological framework that supports the aquifer in the saturated zone and depth of the water level) and the possible causes of pollution (BRASIL, 2007).

Goals

To evaluate chemical characteristics of groundwater in the Paraopeba River basin to quantify metals and metalloids presented in CONAMA Resolution 396 (2008).

Analysis and Findings

The samples were collected for the determination of the total element contents. All samples were acidified and kept at low temperature to ensure their integrity and preservation. The quantification of metals and metalloids was performed by highly sensitive, multi-elemental techniques capable of detecting trace-level concentrations with high precision and accuracy. All quantifications were performed after validation of the test methods. This process ensures the quality of the results, estimating parameters of merit related to linearity, repeatability, recovery, among others. The results were analyzed using exploratory chemometric analysis tools, such as principal component analysis (PCA). Using this strategy it was possible to evaluate the influence of each element in the separation and grouping of the samples. Concentration values above those allowed by the CONAMA 396 (2008) resolution were found mainly for Al, Fe and Mn. Violations for Zn, Pb and U, contents occur in isolation, and may be related to anthropic activities or natural occurrence.

Conclusions

The study carried out and reported in this report can be used to show that points along the Paraopeba River basin remain impacted by high concentrations of Al, Fe and Mn, violating the maximum values allowed by CONAMA Resolution 396 (2008) for the preponderant use for human consumption. In addition, for Mn a violation for animal watering was also observed. These findings pointed up the need of a long-term seasonal monitoring of a great number of wells, for a more in-deph assessment, not only of the conditions of use of these waters, but also possible sources of metais in this important matrix and perhaps to support studies of treatment of these waters, by

specific technologies, before their use. In addition, an assessment on the health area on these findings is relevant, considering the increase in the use of this type of water for different purposes.



Resumen ejecutivo

Introducción

La CONVOCATORIA PÚBLICA INTERNA INDUCIDA Nº 16/2019, divulgada por el Comité Técnico Científico (CTC) establecido por la Universidad Federal de Minas Gerais tuvo como objetivo principal evaluar la composición de las aguas subterráneas de los pozos y cisternas ubicados en las proximidades del canal del río Paraopeba, después del desastre ambiental ocurrido el 25 de enero de 2019, con la ruptura de la presa B1 del córrego do Feijão, en Brumadinho. De este modo, se determinaron en laboratorio importantes parámetros de calidad de las aguas subterráneas y se analizaron a partir de un plan de muestreo proporcionado por el CTC. Las muestras de aguas subterráneas fueron recogidas por el equipo del subproyecto 10+13 (recogida de aguas subterráneas) y recibidas por el equipo del subproyecto 16.

Las muestras de aguas subterráneas se recogieron para determinar el contenido total de metales y metaloides. Para ello, se establecieron procedimientos de validación para todos los métodos de prueba para la evaluación de los parámetros de mérito, que son, linealidad, repetibilidad, precisión intermedia, recuperación, límite de detección y límite de cuantificación.

Las aguas subterráneas se encuentran bajo la superficie del suelo, almacenadas en los poros y fracturas de las rocas. Aunque estos espacios geológicos presentan volúmenes milimétricos, generalmente se presentan en grandes extensiones, produciendo importantes volúmenes de agua almacenada en el subsuelo (BRASIL, 2007). La calidad del agua extraída del subsuelo es uno de los principales factores que hacen ventajosa su utilización. Durante el proceso de percolación en el suelo, el agua se filtra, además de someterse a otros procesos físico-químicos, como la eliminación de sólidos en suspensión, el ajuste del pH y el intercambio de iones. La eliminación de microorganismos también se ve favorecida por el menor nivel de oxígeno en la matriz porosa del suelo (ABAS, 2021).

Sin embargo, la calidad de estas aguas puede verse afectada por factores litológicos y geoquímicos y por las actividades antrópicas, como la eliminación de residuos sólidos en el suelo, el vertido de residuos domésticos como pozos negros y aguas residuales, y las actividades agrícolas, industriales y mineras (CETESB, 2021).

Además, las características químicas de las aguas subterráneas reflejan el medio por el cual se filtran, guardando una estrecha relación con los tipos de rocas que las almacenan (CETESB, 2016). La vulnerabilidad de las reservas de agua subterránea indica el grado de susceptibilidad de un acuífero a ser afectado por alguna carga contaminante, y generalmente considera dos factores: la vulnerabilidad natural (tipo de acuífero, marco litológico que soporta el acuífero en la zona saturada y profundidad del nivel del agua) y las posibles causas de contaminación (BRASIL, 2007).

Metas

Evaluar las características químicas de las aguas subterráneas de la cuenca del río Paraopeba en relación con los metales y metaloides presentados en la resolución CONAMA n° 396 (2008).

Análisis y resultados

Las muestras se recogieron para determinar el contenido total de elementos. Todas las muestras se acidificaron y se mantuvieron a baja temperatura para garantizar su integridad y conservación. La cuantificación de los metales y metaloides se realizó mediante técnicas de alta sensibilidad, multielementales y capaces de detectar concentraciones a nivel de trazas, con alta precisión y exactitud. Todas las cuantificaciones se realizaron tras la validación de los métodos de ensayo. En este proceso se garantiza la calidad de los resultados, estimando parámetros de mérito relacionados con la linealidad, la repetibilidad, la recuperación, entre otros. Los resultados se analizaron mediante herramientas quimiométricas de análisis exploratorio, como el análisis de componentes principales (ACP). Con esta estrategia se pudo evaluar la influencia de cada elemento en la separación y agrupación de las muestras. Los valores de concentración por encima de los permitidos por la resolución CONAMA n° 396 (2008) se encontraron principalmente para Al, Fe y Mn. Las infracciones para el Zn, el Pb y el U se producen de forma aislada, y pueden estar relacionadas con actividades antrópicas o con su aparición natural.



Consideraciones finales.

El estudio realizado y reportado en este informe permite demostrar que puntos de la cuenca del río Paraopeba aún permanecen impactados por altas concentraciones de Al, Fe y Mn, violando los valores máximos permitidos por la Resolución 396 del CONAMA para el uso preponderante en el consumo humano. Además, en el caso de Mn también se observó una infracción por desenganche de animales.

Estos hallazgos apuntan a la necesidad de continuar con los estudios, incluyendo el monitoreo estacional de un mayor número de pozos, para una evaluación más profunda, no solo de las condiciones de uso de estas aguas, sino también de posibles fuentes de metales e incluso estudios de el tratamiento de estas aguas, para tecnologías específicas antes de su uso. Además, una evaluación del área de salud sobre estos hallazgos es relevante, considerando el aumento en el uso de este tipo de agua para diferentes propósitos.



1. Apresentação geral do Subprojeto

Após o rompimento da Barragem B1 do córrego do Feijão, grande quantidade do rejeito liberado foi espalhado ao longo do Rio Paraopeba. A captação de água foi interrompida, devido a questões relacionadas à saúde pública, e o uso de água subterrânea para diversos fins foi intensificado.

A CHAMADA PÚBLICA INTERNA INDUZIDA Nº 16/2019, divulgada pelo Comitê Técnico Científico instituído pela Universidade Federal de Minas Gerais teve como principal meta avaliar a composição química das águas subterrâneas de propriedades rurais e empreendimentos localizados, no máximo, a 1 km da calha do Rio Paraopeba. Dessa forma, foi realizado um diagnóstico da qualidade das águas subterrâneas no que se refere a concentrações de metais e metaloides, muitos deles considerados contaminantes a baixíssimas concentrações, devido ao alto potencial de toxicidade. As amostras de água subterrânea foram coletadas pela equipe do Subprojeto 10+13 e recebidas pela equipe do Subprojeto 16. As amostras recebidas estavam acidificadas com ácido nítrico e com valores de pH menores do que 2. As amostras de água para a determinação dos valores de concentração de metais e metaloides total e dissolvida foram mantidas sob refrigeração deste o momento da coleta e após recebimento no laboratório, submetidas ao resfriamento em refrigeradores com temperaturas entre (4 ± 2) °C. Os metais e metaloides foram quantificados por espectrometria de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado (ICP OES) e por espectrometria de massa com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS). Os elementos quantificados foram: Al, Ag, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Hg, Li, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Sb, Se, U, V e Zn, descritos na resolução do Conselho Nacional de Meio Ambiente (CONAMA) nº 396 de 2008, que apresenta os respectivos valores máximos permitidos (VMP) e limites de quantificação praticáveis (LQP) para cada elemento em seu uso preponderante, *i.e.*, consumo humano, dessedentação animal, irrigação e recreação. Todo o trabalho experimental para quantificação dos valores de concentração de metais e metaloides total foi precedido pela validação dos procedimentos. As amostras que apresentaram índice de turbidez maior do que 1 NTU foram digeridas em fornos de micro-ondas em frascos pressurizados, segundo procedimento de digestão 3030K do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (SMWW) para todos os elementos, exceto Hg. Para o Hg foram



seguidos os procedimentos descritos nos procedimentos 3015A, SMWW 3030K e EPA 200.8. Os procedimentos para medição das concentrações totais de metais e metaloides em água subterrânea foram validados. Os resultados encontrados apresentaram valores de Ag, Be, Cd, Co, Hg, Mo, Sb e Se sempre abaixo do LQ, que foi igual a 0,7 µg/L para Hg e 2,0 µg/L para os demais elementos. Arsênio, Ba, Be, Cu, Li, Ni e V não apresentaram violação nas águas subterrâneas. Foram encontradas violações principalmente para Al, Fe e Mn. Para Zn, Pb e U, as violações ocorreram de forma isolada, podendo estar relacionadas a atividades antrópicas ou ocorrência natural.

O estudo realizado e reportado neste relatório mostrou que das amostras de águas subterrâneas analisadas, 67 % apresentaram algum tipo de violação relacionada as concentrações dos metais e/ou metaloides, dentre esses, 17,2 % relacionadas as violações de Mn, considerando os usos preponderantes de consumo humano e dessedentação animal, 7,9 % relacionadas a U considerando os usos consumo humano e irrigação. Além disso, 11,8 % relacionada as violações para Al, 25 % relacionada as violações de Fe e 2,6 e 1,3 % relacionadas as violações de Pb e Zn, respectivamente, todas para o uso preponderante de consumo humano. Dessa forma, alguns pontos ao longo da Bacia do Rio Paraopeba ainda permanecem impactados por altas concentrações de Al, Fe e Mn, violando os valores máximos permitidos da resolução CONAMA nº 396 (2008) no uso preponderante consumo humano.

O monitoramento não apenas dos poços e cisternas próximos à calha do Rio Paraopeba, como neste caso, mas de todos os poços da Bacia, possibilitaria uma efetiva avaliação da qualidade das águas subterrâneas da região como um todo. Possivelmente, auxiliaria o estabelecimento de fontes e rotas de exposição aos metais e metaloides preconizados nas legislações estaduais e federais.

2. Objeto e objetivos

O objeto desse estudo foram as amostras de águas subterrâneas coletadas em propriedades e empreendimentos a uma distância de no máximo 1 km das margens do Rio Paraopeba, com a finalidade de uma avaliação em termos de qualidade e conformidade de usos preponderantes, de acordo com as legislações estadual e

federal vigentes. Os objetivos listados abaixo foram todos desenvolvidos no intuito de quantificar metais e metaloides no objeto de estudo por ICP OES e ICP-MS.

2.1. Objeto

Amostras de água subterrânea coletadas em propriedades e empreendimentos a uma distância de no máximo 1 km das margens do Rio Paraopeba e no máximo a 220 km da confluência do Ribeirão Ferro-Carvão com o Rio Paraopeba, cerca de 2 anos após o rompimento da Barragem B1 da Mina Córrego do Feijão, em Brumadinho-MG. Essas propriedades e empreendimentos foram obtidas de listagem de pedidos outorgados ou em processos de outorga registrados na Fundação Estadual de Meio Ambiente (FEAM). Todas as amostras analisadas neste Subprojeto foram coletadas pela equipe do Subprojeto 10+13.

2.2. Objetivos

Os objetivos do projeto podem ser divididos em geral e específico.

2.2.1. Objetivo geral

Determinar as concentrações de metais e metaloides estabelecidos pela resolução CONAMA nº 396 (2008) em amostras de águas subterrâneas de propriedades rurais e empreendimentos ao longo do Rio Paraopeba e avaliar os resultados obtidos com relação aos usos preponderantes dessas águas.

2.2.2. Objetivos específicos

- Receber as amostras de água subterrânea coletadas na CHAMADA PÚBLICA INTERNA INDUZIDA Nº 10+13/2019;
- Realizar o preparo das amostras para determinação dos teores dos elementos totais, quando necessário, de acordo com o procedimento SMWW 3030E, descrito no Standart Methods the Examination of Water and Waste water;



- Realizar a validação dos métodos analíticos para todas as determinações a serem realizadas;
- Discutir os resultados em relação à legislação e usos preponderantes;
- Realizar o tratamento dos dados aplicando-se ferramentas quimiométricas de agrupamento de dados, PCA, para evidenciar similaridades entre as amostras, parâmetros de agrupamento e correlações entre parâmetros medidos;
- Evidenciar, no mapa amostral disponibilizado pelo CTC, o perfil de distribuição dos elementos na região da Bacia do Rio Paraopeba.



3. Revisão da literatura

3.1. O desastre e os impactos socioeconômicos

No dia 25 de janeiro de 2019, ocorreu o rompimento da Barragem B1 no complexo da Mina Córrego do Feijão, em Brumadinho-MG. Com o desastre, cerca de 12 milhões de m³ de rejeitos foram lançados no meio ambiente, dos quais aproximadamente 2 milhões ficaram retidos como remanescente da barragem e cerca de 10 milhões de m³ foram distribuídos na calha e áreas adjacentes do Ribeirão Ferro-Carvão [FEAM, 2021; IGAM, 2020]. Atingiram também a confluência do Rio Paraopeba e se espalharam ao longo dele, deixando graves consequências ao meio ambiente e à população, com danos socioambientais diretos e indiretos em toda a Bacia do Rio Paraopeba. O desastre acarretou perdas humanas, danos ambientais ao patrimônio público e privado, além de graves prejuízos à biodiversidade e aos recursos hídricos. O meio ambiente sofreu diversos impactos, dentre os quais, a alteração da qualidade e disponibilidade das águas, a perda de vegetação nativa e do solo natural, alteração da morfologia dos cursos d'água e a mortandade da fauna terrestre e aquática [FEAM,2021].

Toda a população do entorno do Rio Paraobepa e o próprio meio ambiente ficaram em uma situação de vulnerabilidade e de resiliência diante do desastre. Entende-se por vulnerabilidade ambiental a exposição de um ecossistema a mudanças ambientais, a sensibilidade e a capacidade de resposta da sociedade em adotar ações de ajuste às mudanças. O conceito de resiliência, nesse contexto, se encontra intimamente relacionado ao de adaptação, que seriam os ajustes nos sistemas em resposta à ocorrência ou expectativa de perturbações. Assim, compreende-se a resiliência ambiental como um atributo de um território e de sua população, referente à capacidade de adaptação aos efeitos de um desastre ambiental, obtida por meio de ações que reduzam riscos, minimizem vulnerabilidade a estes fenômenos e avancem em cenários de adaptação [REI *et al.*, 2020].



3.2. A Bacia hidrográfica do Rio Paraopeba

O Quadrilátero Ferrífero (QF) em Minas Gerais, ocupa uma área aproximada de 7.000 km² na porção centro-sudeste do estado, sendo internacionalmente reconhecido como um importante terreno pré-cambriano com significativos recursos minerais, em especial ouro e ferro. A geologia do QF compreende uma sequência de *greenstone belt* arqueana, representado pelo supergrupo Rio das Velhas, cercada por terrenos granito-gnáissicos arqueanos, que são sobrepostos por uma sucessão de rochas sedimentares de idade paleoproterozóica, o supergrupo Minas. Os municípios da região do QF têm uma população que corresponde a cerca de 20 % da população do estado e a sua produção abrange 26,8 % do PIB de Minas Gerais, sendo a mineração a base da economia de vários desses municípios, uma vez que o QF é a província mineral mais importante do sudeste do Brasil [AZEVEDO *et al.*, 2012].

A complexa geologia da região do QF foi resumida por Alkmim e Marshak [1998] e apresentada por Lamounier e colaboradores [2010]: (i) embasamento cristalino, de idade arqueana, composto por granitos, gnaisses e migmatitos; (ii) Supergrupo Rio das Velhas, composto basicamente por quartzitos, xistos e filitos que constituem uma sequência tipo *greenstone belt*; (iii) Supergrupo Minas, de idade proterozóica, constituído por rochas metassedimentares (quartzitos, xistos, filitos e formações ferríferas) e (iv) Grupo Itacolomi, igualmente de idade proterozóica, constituído basicamente por quartzitos. Além desta riqueza geológica, o QF apresenta grande biodiversidade e ampla variedade de paisagens de rara beleza. Os elementos físicos desta paisagem, principalmente o relevo e a vegetação, foram considerados como intimamente relacionados com a complexa geologia da região [LAMOUNIER *et al.*, 2010].

A Bacia hidrográfica do Rio Paraopeba, localizada na região do QF, é um recurso hídrico de elevada importância econômica e social para o estado de Minas Gerais [DURÃES, 2010]. Está situada na parte centro-sudeste do estado de Minas Gerais, com área de drenagem de cerca de 12 mil km², percorrendo 48 municípios e atendendo mais de 1,3 milhões de habitantes [IGAM, 2020]. O rio tem suas nascentes ao sul do município de Cristiano Ottoni e tem como seus principais afluentes os Rios Águas Claras, Macaúbas, Betim, Camapuã e Manso. Ele é um dos mais importantes tributários do Rio São Francisco, percorrendo aproximadamente 510 km até a sua foz

no lago da represa de Três Marias, no município de Felixlândia [MATOS E DIAS, 2011].

A água da Bacia é utilizada para abastecimento público, geração de energia elétrica e abastecimento industrial, principalmente relacionado a atividades de mineração e irrigação. No Rio Paraopeba estão localizadas as usinas hidrelétricas de Salto do Paraopeba, Retiro Baixo e a barragem de nível da usina termelétrica de Igarapé. Além disso, o Rio é um dos formadores do reservatório da Usina de Três Marias [CPRM, 2019]. A Bacia contém três reservatórios de abastecimento para a cidade de Belo Horizonte e arredores e um ponto de captação no Rio Paraopeba com objetivo de reverter a condição de estresse hídrico ao qual os reservatórios de água estavam submetidos [IGAM, 2020]. Segundo o mapa de vegetação do Brasil, a Bacia está inserida na área de transição entre o domínio Cerrado e da Mata Atlântica, sendo essas formações naturais diretamente relacionadas às condições topográficas, ao clima e ao solo. O uso do solo é marcado por exploração agrícola, mineração, pastagens, ocupação urbana, áreas de cerrado e mata nativa, uma pequena extensão de plantio de eucalipto e extensa área de solo exposto [DURÃES, 2010].

As características químicas das águas subterrâneas estão correlacionadas com a natureza geológica dos aquíferos que pertencem. A Bacia apresenta as seguintes classes de solo: Argissolo, Cambissolo, Latossolo e Neossolo Litólico [DURÃES, 2010].

Durães [DURÃES, 2010] realizou extensa revisão bibliográfica para caracterização da Bacia do Rio Paraopeba quanto às suas características geológicas, geomorfológica e hidrogeológica, apresentando os quatro principais sistemas de aquíferos presentes na região. Segundo o autor, 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 [MOURÃO *et al.*, 2001 *apud* CPRM, 2001 *apud* PINHEIRO, 2009 *apud* DURÃES, 2010].

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 subjacentes. O aporte de água superficial nas planícies de inundação dos principais cursos d'água, em períodos de cheia, deve também ser considerado [MOURÃO *et al.*, 2001 *apud* CPRM, 2001 *apud* PINHEIRO, 2009 *apud* DURÃES, 2010].

Dentre os usos outorgados pelo levantamento da Gerência de Regulação de Usos de Recursos Hídricos (GERUR) do IGAM, os trechos do ribeirão Ferro Carvão e Rio Paraopeba são utilizados para fins de geração de energia, agropecuária e abastecimento público.

Grande parte do rejeito liberado no desastre ficou contido na calha do ribeirão Ferro-Carvão até o encontro com o Rio Paraopeba, mas a parte que chegou à calha do Rio, se espalhou até a Usina Hidrelétrica (UHE) de Retiro Baixo, situada entre os municípios mineiros de Curvelo e Pompéu [IGAM, 2020].

3.3. Águas subterrâneas: importância e características

Em situações de desastre ambiental como o rompimento da Barragem B1, o monitoramento ambiental é fundamental para identificar áreas atingidas e apontar estratégias de recuperação. Em desastres com barragens, o sistema fluvial recebe rejeitos causando uma mudança significativa na morfologia da Bacia hidrográfica. A movimentação de rejeitos ao longo do rio também potencializa o revolvimento de material depositado no fundo, podendo reduzir os níveis de oxigênio e alterar a complexidade da biota. Além disso, as altas concentrações de metais podem contaminar outros ambientes, como solo, sedimentos e a água subterrânea [SES-MG, 2021].

Em 2020, após um ano do desastre, a Fundação SOS Mata Atlântica avaliou a qualidade de amostras de águas superficiais coletadas ao longo dos 356 quilômetros do Rio Paraopeba [SOS MATA ATLÂNTICA, 2020]. O relatório aponta a presença de



metais tóxicos vazados da barragem no sedimento, no material particulado em suspensão e na água, em valores superiores aos permitidos. O monitoramento realizado pelo IGAM nas águas superficiais, também após um ano do rompimento, destaca impactos na qualidade hídrica relacionados principalmente a turbidez e a presença dos metais Fe dissolvido, Al dissolvido e Mn total [IGAM, 2020]. Diante da proporção do desastre, impactos sobre a qualidade das águas subterrâneas da região também necessitam avaliação criteriosa para estabelecimento de possíveis danos causados pelo desastre ou pelo aumento do uso desse tipo de água para diversos fins.

As águas subterrâneas estão localizadas abaixo da superfície do solo, armazenadas nos poros e fraturas das rochas. Em razão da localização no subsolo, elas são mais protegidas contra poluentes do que as águas superficiais. Entretanto, a contaminação do solo pode levar à transferência de poluentes. As formações geológicas de reserva dessas águas, denominadas aquíferos, são abastecidas pela chuva e, em geral, apresentam boa qualidade de água [ANA, 2011]. Estima-se que 96 % de toda água doce disponível para consumo no mundo seja proveniente de águas subterrâneas [BRASIL, 2007].

A composição química da água subterrânea primeiramente depende da litologia, que é fator essencialmente geológico, porém, também é afetada por substâncias solúveis das rochas, por reações secundárias, como redução dos sulfatos, decomposição de matéria orgânica e processos bioquímicos de degradação de micro-organismos [SZIKSZAY, 1993].

A distribuição das águas subterrâneas é bastante variável, uma vez que estes recursos se relacionam ao clima e ao ciclo hidrológico de cada região. Segundo informações da Associação Brasileira de Águas Subterrâneas (ABAS), o Brasil conta com uma reserva de águas subterrâneas da ordem de 112 trilhões de m³, com importantes aquíferos que possibilitam exploração destes recursos [ABAS, 2021]. A qualidade das águas extraídas do subsolo é um dos principais fatores que tornam o seu uso vantajoso. Durante o processo de percolação no solo a água é filtrada, além de sofrer outros processos físico-químicos como a remoção de sólidos em suspensão, ajuste do pH e a troca iônica. A remoção de micro-organismos também é favorecida pelo menor nível de oxigênio na matriz porosa do solo [ABAS, 2021].

As águas subterrâneas circulam mais lentamente quanto mais profundas. A concentração em sais aumenta com a profundidade, existindo uma zonalidade vertical. Assim, as águas bicarbonatadas na superfície, podem se transformar em cloretadas, quando em grande profundidade. A profundidade determina a possível atividade microbiana e o fornecimento de nutrientes, pH, Eh, conteúdo de sais, temperatura e permeabilidade do aquífero [SZIKSZAY, 1993].

O processo de percolação de uma substância no solo é uma etapa demorada, e isto pode tornar as águas subterrâneas mais protegidas de contaminações provenientes da superfície. Porém, a lenta mobilidade das águas subterrâneas faz com que uma possível contaminação em lençóis freáticos e aquíferos se torne irreversível, impedindo que a poluição se disperse [CETESB, 2021]. As principais fontes de contaminação são provenientes da má disposição de resíduos sólidos no solo, esgotos e foças irregulares, atividades agrícolas, mineração, dentre outros. A vulnerabilidade das reservas de águas subterrâneas varia entre a exposição a cada uma destas atividades e as regiões em que se encontram [BRASIL, 2007].

A chuva que ocorreu cerca de uma semana após o desastre e arrastou os rejeitos até o Rio Paraopeba fez com que a água se tornasse imprópria para o uso à qual foi destinada. Como exemplo, foram inviabilizados os serviços de captação de água para o abastecimento da região de Belo Horizonte, prejudicando diretamente os agricultores regionais que dependiam desta água para irrigar as suas plantações. Além disso, a água contaminada por metais traços e metaloides com concentrações superiores às aceitas pelos padrões de qualidade do CONAMA se arrastou por mais de 250 km em um mês, atingindo cerca de 16 municípios [LAURINO *et al.*, 2020].

Estima-se que cerca de 424 comunidades indígenas, quilombolas ou de pescadores foram diretamente afetadas pelo desastre. Além dos indivíduos que perderam os seus lares, incontáveis pessoas sofreram danos irreparáveis, no âmbito econômico, cultural ou de estrutura familiar. A classe trabalhadora, que depende do meio ambiente como fonte de subsistência, foi ainda mais afetada, pois foram contaminados solos, fontes de água e produções agrícolas ao longo do Rio Paraopeba [FREITAS *et al.*, 2019].



3.4. Técnicas espectrométricas para quantificação de metais e metaloides em amostras de águas

As determinações dos elementos inorgânicos foram realizadas em um espectrômetro de massas com plasma indutivamente acoplado e em um espectrômetro de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado, ambos instalados nos laboratórios do Centro de Referência Ambiental (CRA) na UFMG. As duas técnicas são multielementares, com elevada sensibilidade, seletividade e caracterizadas pela ampla faixa linear da curva de calibração. Possuem como princípio fundamental a geração de íons positivamente carregados através de uma descarga de um plasma de argônio de elevada temperatura. A amostra líquida é introduzida em um sistema de introdução de amostras, composto por uma câmara de nebulização e um nebulizador e é direcionada para a tocha na forma de um aerossol que passa por diversas zonas de aquecimento, em diferentes temperaturas. Neste processo, o aerossol inicialmente líquido se converte em um gás, e ao chegar no plasma (temperaturas da ordem 8.000-10.000 K) o analito é ionizado e coexiste como átomos excitados e íons (majoritariamente cátions), que representam a composição da amostra de interesse [THOMAS, 2001].

De forma simplificada, a ICP OES determina a concentração dos elementos na amostra separando suas linhas de emissão em sistemas ópticos, geralmente do tipo Echelle, redes de difração e um prisma para separação do comprimento de onda, que incidirão nos detectores de estado sólido. A ICP-MS separa os íons da amostra em função de sua razão massa carga e os transporta sob a ação de um campo eletromagnético, do plasma até o detector, passando pelas lentes iônicas, célula de colisão, onde as interferências são eliminadas ou reduzidas e, finalmente, ao analisador de massas.

O argônio é o gás formador do plasma para as duas técnicas, apresentando elevada densidade eletrônica, proporcionando a ionização de cerca de 90 % dos elementos da tabela periódica, sendo um gás quimicamente inerte. Além disso, em um plasma de argônio em temperaturas da ordem de 8.000-10.000 K, predominam íons gasosos M^+ .



De forma geral, as técnicas são capazes de quantificar os elementos com limites de detecção na faixa de mg/L para o ICP OES e µg/L para ICP-MS. As interferências mais usuais em ICP OES são interferências de transporte, de ionização (principalmente por elementos facilmente ionizáveis) e espectrais. Para o ICP-MS, as interferências mais usuais são de carga espacial, devido a efeitos de repulsão eletrostática na nuvem de íons que está sendo transferida do plasma para o espectrômetro de massas e interferência isobárica, causadas por íons e íons moleculares que tem massa atômica ou molecular igual a massa atômica do isótopo que está sendo determinado. Interferências isobáricas podem ser corrigidas pela utilização de câmaras de reação ou colisão [NÓBREGA,2001].

4. Metodologias

Os elementos quantificados nas amostras de água subterrânea são aqueles apresentados na resolução CONAMA nº 396, de 3 de abril de 2008, que dispõe sobre a classificação e diretrizes ambientais para o enquadramento das águas subterrâneas [CONAMA, 2008].

4.1. Amostras

Neste trabalho, determinou-se a concentração de metais e metaloides em 76 amostras de água subterrânea coletadas em pontos distribuídos por toda extensão da Bacia hidrográfica do Rio Paraopeba, de acordo com os pontos apresentados no mapa da Figura 1. A escolha dos metais e metaloides a serem quantificados foi feita de acordo com os valores máximos permitidos (VMP) e os limites de quantificação praticáveis (LQP) estabelecidos na resolução CONAMA nº 396, de 3 de abril de 2008 [CONAMA, 2008].



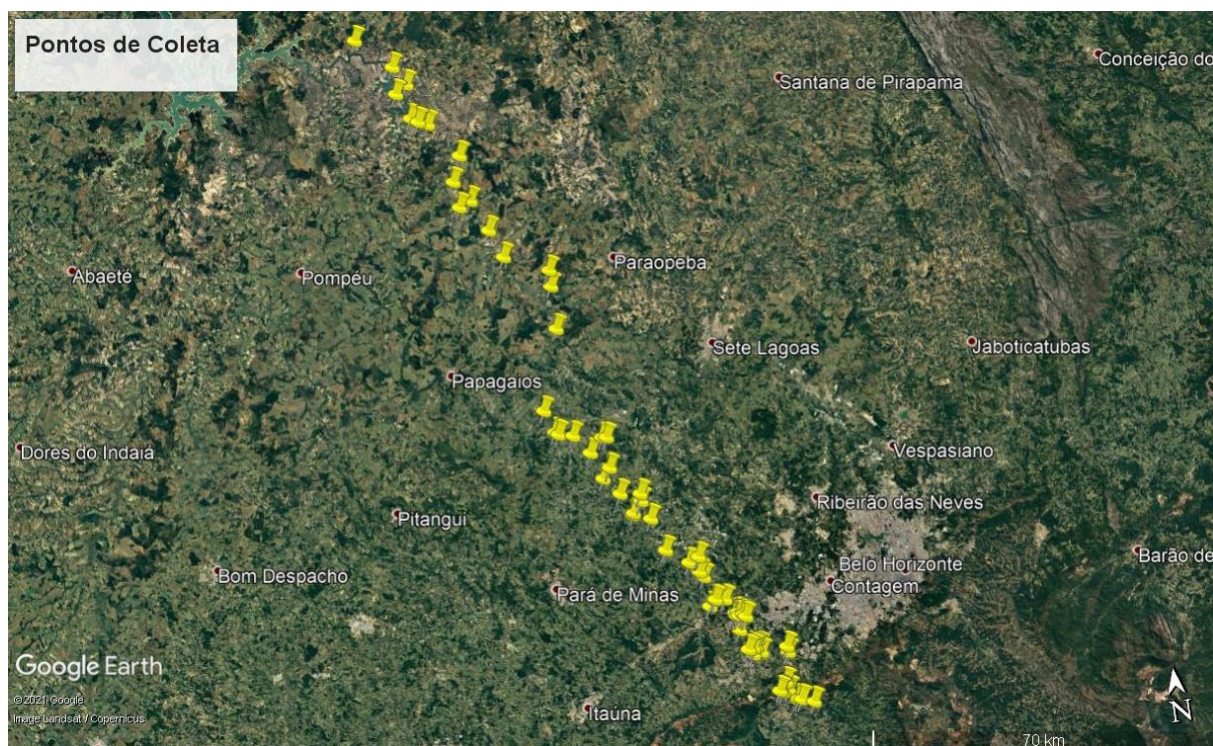


Figura 1 – Mapa 1: Localização dos pontos de coleta de amostras de água subterrânea na Bacia hidrográfica do Rio Paraopeba, MG (Fonte: Google Earth, autora)

Todas as amostras de água subterrânea para quantificação dos valores de concentração dos metais/metaloídes total e dissolvido foram entregues pela equipe do Subprojeto 10+13 e recebidas por nossa equipe, no CRA, no anexo 3 do Departamento de Química da UFMG, por um membro da equipe do Subprojeto 16 acompanhado por um membro do CTC. As amostras foram todas acidificadas com 0,5 mL de uma solução de HNO_3 50 % v/v, a partir do ácido subdestilado e apresentavam $\text{pH} < 2$ no recebimento. Após recebimento, as amostras foram armazenadas em refrigeradores de temperatura controlada, sendo mantidas de 2 à 4 °C até o momento da análise. As amostras foram identificadas sequencialmente em ordem crescente de A001 até A144, porém, em alguns pontos não foram coletadas. No total foram recebidas 76 amostras de água subterrânea para determinação da concentração de metais e metaloídes total e 76 para quantificação da concentração de metais e metaloídes dissolvida. Para as amostras onde a determinação da concentração total foi realizada, o pré-tratamento empregado foi a acidificação com ácido nítrico subdestilado, para garantir um valor de pH menor do 2. Porém, para as amostras onde foram realizadas as quantificações das concentrações dissolvidas dos metais/metaloídes, o pré-tratamento consistiu na filtração em campo com filtro de membrana 0,45 μm e acidificação com ácido nítrico subdestilado ($\text{pH} < 2$). Todas as



amostras que apresentavam turbidez menor ou igual a 1 NTU foram introduzidas diretamente no sistema de introdução de amostra dos equipamentos, sem prévia etapa de digestão. Todas as demais foram submetidas a uma etapa de digestão ácida em fornos de micro-ondas com frascos pressurizados (Ethos Up, Milestone).

4.2. Parâmetros instrumentais

Todas as quantificações elementares foram realizadas empregando-se o espectrômetro de emissão óptica com plasma indutivamente acoplado, ICP OES, 5110 Agilent e o espectrômetro de massas com plasma indutivamente acoplado, ICP-MS 8900, triplo quadrupolo, Agilent. Somente os elementos Fe, Na e Zn foram quantificados no ICP OES, em função das altas concentrações esperadas nas amostras de água subterrânea (mg/L). Todos os demais elementos foram quantificados por ICP-MS. A Tabela 1 apresenta as condições instrumentais empregadas para as duas técnicas, delineadas para obtenção de condições robustas de trabalho, ou seja, alta potência e baixa vazão do gás de nebulização.

Parâmetro	Técnica analítica	
	ICP OES	ICP-MS
Potência (W)	1.200	1.550
Vazão do gás do plasma (L/min)	12,0	15,0
Vazão do gás auxiliar (L/min)	1,0	0,90
Vazão do gás nebulização (L/min)	0,7	1,05
Câmara de nebulização	Ciclônica Duplo passo	
Nebulizador	Micromist	
Isótopos	⁷ Li, ⁹ Be, ²⁷ Al, ⁵¹ V, ⁵² Cr, ⁵⁵ Mn, ⁵⁹ Co, ⁶⁰ Ni, ⁶³ Cu, ⁷⁵ As, ⁷⁸ Se, ⁹⁵ Mo, ¹⁰⁷ Ag, ¹¹¹ Cd, ¹²¹ Sb, ¹³⁷ Ba, ²⁰⁸ Pb, ²³⁸ U, ²⁰² Hg	
Linhas espectrais (nm)	Fe I 238,204 Na I 589,593 Zn I 213,857	

Tabela 1 – Parâmetros instrumentais para quantificação multielementar por ICP-OES e ICP-MS



4.3. Procedimentos de digestão das amostras de água subterrânea para determinação das concentrações totais dos elementos

Os procedimentos de digestão das amostras foram realizados segundo recomendações do *Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater* (SMWW) e/ou procedimentos normatizados descritos pela *Environmental Protection Agency* (EPA).

4.3.1. Procedimentos de digestão das amostras de água subterrânea para determinação da concentração de Hg total

A digestão ácida das amostras para quantificação de Hg foi realizada seguindo os procedimentos descritos no SMWW 3030K, método 3015A e EPA 6020A. Cerca de 9 mL da amostra de água subterrânea foi adicionada diretamente aos frascos reacionais de perfluoroalcóxido (PFA) do micro-ondas (Ethos Up, Milestone) e, em seguida, adicionou-se 800 µL de HNO₃ e 200 µL de HCl, ambos concentrados e previamente subdestilados. Os frascos reacionais foram fechados e submetidos ao seguinte programa de aquecimento: rampa de 10 min até atingir 160 °C e patamar de 10 min na mesma temperatura. Após resfriamento, os digeridos foram vertidos em frascos de centrífuga até o momento da análise por ICP-MS. As amostras foram digeridas em duplicata. Para todas as quantificações de Hg utilizou-se uma solução de Au 100 µg/L para minimizar problemas relacionados a efeitos de memória. Essa solução foi empregada em uma das etapas de lavagem, entre a água e a solução de HNO₃ 2 % v/v. Este procedimento de lavagem com as três soluções foi aplicado para todas as leituras das amostras, da curva analítica e dos brancos analíticos.

4.3.2. Procedimentos de digestão das amostras de água subterrânea para determinação das concentrações totais dos metais e metalóides

A digestão das amostras para determinação das concentrações totais dos elementos foi realizada seguindo o procedimento SMWW 3030K. O procedimento foi aplicado às amostras que apresentaram turbidez maior do que 1 NTU, de acordo com resultados apresentados no relatório do Subprojeto 10+13 (Tabela 1 do Anexo IV). Para isso, 9,0 mL da amostra de água subterrânea foram transferidos para frascos reacionais de



PFA do micro-ondas (Ethos Up, Milestone) e adicionado 1,0 mL de HNO₃ subdestilado e concentrado. Os frascos foram tampados e submetidos a um programa de digestão com 10 min de rampa até atingir 165 °C, sendo mantidos por 10 min a essa temperatura. Após resfriamento, os digeridos das amostras, os brancos e as amostras fortificadas foram vertidos para tubos de centrífuga e posteriormente analisados por ICP-MS e ICP OES. Após obtenção dos resultados, os valores foram corrigidos de acordo com o estabelecido no método (SMWW 3030K).

4.4. Procedimentos para determinação das concentrações de metais e metaloides dissolvidos nas amostras de água subterrânea

As concentrações dos elementos dissolvidos nas amostras de água subterrânea foram determinadas diretamente, após introdução da amostra no sistema de nebulização pneumática do ICP OES e/ou ICP-MS. Ainda em campo, as amostras de água foram previamente filtradas em filtro de membrana 0,45 µm e devidamente acidificadas com HNO₃ concentrado e subdestilado, garantindo pH menor do que 2.

4.5. Validação dos métodos para determinação das concentrações dos elementos totais e dissolvidos nas amostras de água subterrânea

A validação e verificação dos métodos de medição foram feitas 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 procedimentos para determinação das concentrações dos elementos totais e dissolvidos. Todo o processo de validação está registrado no FP-050 – Relatório de Verificação e Validação de Métodos.



Os parâmetros de mérito avaliados foram: linearidade, repetibilidade, precisão intermediária, recuperação, LD e LQ.

Para determinação de Hg, todas as amostras foram acidificadas com ácido nítrico subdestilado ($\text{pH} < 2$), mantidas sob refrigeração em temperaturas de 2 a 4 °C e analisadas dentro do prazo de validade, de acordo com as regras de preservação de amostras do SMWW.

As validações foram realizadas nas concentrações ácidas final compatíveis aos previstos nas amostras para determinação das concentrações dos elementos totais e dissolvidos, uma vez que aos frascos de coleta foram adicionados 0,5 mL de solução de HNO_3 50 % em 125 e 50 mL, respectivamente. Logo, as amostras de água para a determinação das concentrações totais e dos elementos dissolvidos apresentavam concentrações ácidas final diferentes, exigindo duas validações distintas.

A incerteza associada aos resultados de medição foi avaliada por meio do PS-008 Avaliação da Incerteza de Medição do CRA-UFMG.

O estabelecimento de um critério de decisão quanto à conformidade dos resultados obtidos, comparados aos valores de qualidade estipulados na resolução CONAMA nº 396 (2008), foi realizado da seguinte forma: quando o valor máximo do intervalo da incerteza expandida da média da concentração foi maior ou igual ao valor máximo permitido (VMP), o resultado foi considerado como não conforme. Optou-se nesses casos pela não conformidade como uma decisão de maior precaução e segurança, considerando-se a possibilidade de uso dessas águas para consumo humano e dessedentação animal.

4.6. Tratamento estatístico por Análise de Componentes Principais (PCA) para as amostras de água subterrânea

A PCA está fundamentada no conceito de correlação entre as variáveis. Havendo correlações significativas entre as variáveis é possível encontrar novas variáveis em quantidade menor que a inicial e que descrevem aproximadamente toda a informação contida nos dados originais. Essas novas variáveis, chamadas de componentes principais, são definidas como combinações lineares das variáveis originais e são

ortogonais entre si. Nas componentes principais as relações entre as amostras não são alteradas e são construídas em ordem decrescente da quantidade de variância que descrevem. Os resultados são mostrados por meio dos gráficos de escores, que expressam as relações entre as amostras e gráfico de loadings (peso) que indicam as relações entre as variáveis, permitindo a identificação de similaridades entre as amostras e sua caracterização.

Os dados foram organizados em forma de matriz, em que as linhas correspondem as amostras e as colunas as concentrações dos elementos. O autoescalamamento foi aplicado a matriz de dados com o objetivo de dar o mesmo peso a todas as variáveis. O autoescalamamento consiste em subtrair de cada elemento da coluna da matriz de dados o valor médio e dividir o resultado pelo desvio padrão da coluna. Este tipo de pré-processamento é aplicado quando as variáveis apresentam diferentes naturezas e/ou distribuições.

As análises dos gráficos obtidos (escores e pesos) permitem estimar a influência de cada variável em cada amostra, assim como avaliar e correlacionar os pontos de amostragem em que as variáveis foram medidas. O tratamento de dados foi feito empregando o software Matlab v. 9.10.0.1602886 (R2021a) e o pacote PLS toolbox v.8.9.2 (Eigenvector).

5. Resultados

A Tabela 1 do Anexo IV apresenta a identificação das amostras relacionadas aos pontos onde foram coletadas. Além disso, pode-se verificar nesta Tabela algumas características físico-químicas das amostras. A Tabela foi extraída do Relatório Final de resultados do Subprojeto 10+13, intitulado “COLETA DE ÁGUA SUBTERRÂNEA”.

As amostras que apresentaram turbidez maiores do que 1 NTU (Tabela 1 do Anexo IV) foram digeridas e, nesse caso, nova validação foi necessária para adequação à concentração ácida final dos digeridos.



5.1. Resultados Validação

A validação dos elementos foi realizada em grupos no ICP-MS, sendo primeiramente avaliada para o Hg, em função do menor prazo de validade das amostras, seguido pelos elementos determinados com uma curva analítica de menor concentração (Ag, As, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Li, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, U, V) e, finalmente, por aqueles de maior concentração (Al, Ba, Cu, Mn). Além disso, Fe, Na e Zn foram quantificados no ICP OES. Todos os elementos presentes na resolução CONAMA nº 396 (2008) foram validados, exceto B e Na. Vale ressaltar que para o Na foram avaliadas as figuras de mérito linearidade, repetibilidade, recuperação, LD e LQ na concentração ácida compatível com as amostras para determinação da concentração dissolvida. O processo não pôde ser concluído por falta de material de referência certificado (*i.e.*, uma segunda solução de calibração certificada de Na, dentro do prazo de validade). Com relação ao B, o período de pandemia foi decisivo para a perda do prazo de validade de todas as amostras onde o elemento deveria ser quantificado. De acordo com guia da Agência Nacional de Águas, as quantificações de B devem ocorrer até o prazo máximo de 28 dias após a coleta (ANA, 2011). Dessa forma, o B foi o único dos 23 elementos listados na resolução CONAMA nº 396 (2008) que não foi quantificado no Subprojeto 16.

Os documentos FP-050 Relatório de Verificação e Validação de métodos estão apresentados no ANEXO VI com todo o processo de validação para metais totais e ANEXO VII para metais dissolvidos.

Ressalta-se que a Tabela 2, Tabela 3, Tabela 4 e Tabela 5 apresentam os parâmetros de mérito obtidos durante a validação dos procedimentos analíticos para determinação das concentrações dos elementos totais, considerando-se as mesmas condições de pH adotadas na preservação das amostras de água subterrânea coletadas. As duas últimas colunas das mesmas tabelas apresentam os resultados relacionados à incerteza expandida (U) e fator de abrangência (k). Todos os resultados de concentração obtidos neste relatório levam em consideração as variações percentuais da incerteza expandida antes de avaliarmos as violações ao VMP estipulado na resolução CONAMA nº 396 (2008). Dessa forma, algumas amostras tornaram-se não conformes, considerando-se um nível de 95 % de



confiança, uma vez que suas concentrações excederam os valores máximos permitidos pela resolução CONAMA n° 396 (2008).



Projeto Brumadinho UFMG

Analito	Faixa de trabalho (µg/L)	Linearidade ^a	Nível de concentração (µg/L)									LD (µg/L) ^d	LQ (µg/L) ^e	Incerteza Expandida (%)	Fator de Abrangência (k)
			1,0	2,8	4,2	1,0	2,8	4,2	1,0	2,8	4,2				
			Repetibilidade (%) CV ^b			Precisão Intermediária (%) CV ^c			Recuperação (%)						
Hg	0,7-4,9	$y = 9502,96x + 493,62$ $R^2 = 0,9958$	9,77	7,81	5,94	63,46	25,27	19,37	94	98	96	0,219	0,700	11,8	2,11

^a y = resposta instrumental; x=concentração do analito em µg/L; R²=coeficiente de determinação.

^b CV coeficiente de variação de repetibilidade com número de observações igual a 6.

^c CV coeficiente de variação de precisão intermediária com número de observações igual a 12.

^d Limite de detecção calculado pelo desvio padrão do branco.

^e Limite de Quantificação foi definido como o limite inferior da faixa linear, este nível de concentração apresentou resultados de exatidão e precisão adequados.

Tabela 2 – Parâmetros de mérito obtidos na validação do método para determinação Hg total por ICP-MS



Projeto Brumadinho UFMG

Analito	Faixa de trabalho (µg/L)	Linearidade ^a	Repetibilidade - %CV ^b			Precisão Intermediária - %CV ^c			Recuperação (%)			LD (µg/L) ^d	LQ (µg/L) ^e	U (%) ^f	k ^g
			Nível de concentração (µg/L)												
			2,0	6,0	12,0	2,0	6,0	12	2,0	6,0	12,0				
Ag	2,00-14,00	y=0,1137x-0,0019 R ² =0,9950	2,30	4,23	2,14	12,46	7,17	3,08	86	96	95	0,422	2,00	13,7	2,09
As		y=0,0106x-0,0007 R ² =0,9996	1,09	2,27	2,00	3,39	2,00	2,36	107	102	103	0,085		11,8	2,01
Be		y=22304,58x+4802,16 R ² =0,9960	3,45	2,05	0,63	5,60	2,76	1,31	93	98	100	0,003		14,0	1,98
Cd		y=0,0230x+0,0000 R ² =0,9990	1,35	1,92	1,05	1,01	2,72	1,31	103	103	101	0,009		11,5	1,97
Co		y=0,1360x+0,0000 R ² =0,9990	0,94	2,02	1,37	1,50	2,81	1,64	101	101	99	0,005		11,8	1,96
Cr		y=0,0856x-0,0020 R ² =0,9991	1,55	2,01	1,69	1,90	2,29	2,21	99	98	96	0,040		11,5	1,97
Cu		y=0,0949x-0,0021 R ² =0,9997	1,38	2,24	1,42	1,25	2,72	1,95	95	101	99	0,369		11,3	1,97
Li		y=97507,16x+3151,89 R ² =0,9990	2,10	1,38	2,58	4,64	3,74	4,19	100	100	101	0,024		11,8	1,99
Ni		y=0,0360x+0,0041 R ² =0,9992	1,27	2,11	1,37	5,61	2,27	2,38	93	99	97	0,022		11,7	1,97
Pb		y=0,1630x+0,0170 R ² =0,9980	1,79	2,34	2,03	5,25	3,57	1,69	98	100	98	0,050		12,5	2,03
Sb		y=0,0580x+0,0010 R ² =0,9970	1,12	2,13	2,41	5,28	2,36	3,55	107	108	105	0,021		12,7	1,98
Se		y=0,0009x+0,0003 R ² =0,9993	2,98	4,90	2,37	5,89	4,43	2,33	94	101	101	0,148		13,1	1,97
U		y=0,2800x-0,0040 R ² =0,9997	1,24	2,84	1,52	3,74	2,56	2,38	101	99	99	0,018		11,4	2,18
V		y=0,0661x-0,0001 R ² =0,9989	1,21	2,48	1,06	1,67	2,27	1,84	101	100	98	0,005		11,7	1,96
Mo		y=0,0520x-0,0050 R ² =0,9950	12,79	5,39	5,71	16,61	7,95	8,81	98	90	89	0,696		18,1	1,96

^a y=resposta instrumental; x=concentração do analito em µg/L; R²=coeficiente de determinação.

^b CV coeficiente de variação de repetibilidade com número de observações igual a 6.

^c CV coeficiente de variação de precisão intermediária com número de observações igual a 12.



Projeto Brumadinho UFMG

^d Limite de detecção calculado pelo desvio padrão do branco.

^e Limite de Quantificação foi definido como o limite inferior da faixa linear, este nível de concentração apresentou resultados de exatidão e precisão adequados.

^f Incerteza expandida.

^g Fator de abrangência.

Tabela 3 – Parâmetros de mérito obtidos na validação do método para determinação de Ag, As, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Li, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, U e V total por ICP-MS

Analito	Faixa de trabalho (µg/L)	Linearidade ^a	Repetibilidade - %CV ^b			Precisão Intermediária - %CV ^c			Recuperação (%)			LD (µg/L) ^d	LQ (µg/L) ^e	Incerteza expandida (%)	Kg
			Nível de concentração (µg/L)												
			15,0	45,0	90,0	15,0	45,0	90,0	15,0	45,0	90,0				
Al	15-105	y=0,0016x - 0,0001 R ² =0,9973	6,04	4,02	8,32	9,71	7,61	12,77	96	95	92	2,199	15,00	16,0	2,31
Ba		y=0,0260x - 0,0230 R ² =0,9970	4,70	3,20	4,75	8,40	7,52	11,66	102	98	92	1,467		20,1	2,45
Cu		y=0,1070x - 0,1260 R ² =0,9950	3,87	3,29	8,77	9,20	11,03	15,01	104	101	97	1,251		19,3	2,36
Mn		y=0,0540x - 0,0720 R ² =0,9960	4,00	3,36	8,47	12,23	13,36	16,80	102	96	96	1,396		14,9	2,36

^a y=resposta instrumental; x=concentração do analito em µg/L; R²=coeficiente de determinação.

^b CV coeficiente de variação de repetibilidade com número de observações igual a 6.

^c CV coeficiente de variação de precisão intermediária com número de observações igual a 12.

^d Limite de detecção calculado pelo desvio padrão do branco.

^e Limite de Quantificação foi definido como o limite inferior da faixa linear, este nível de concentração apresentou resultados de exatidão e precisão adequados.

Tabela 4 – Parâmetros de mérito obtidos na validação do método para determinação de Al, Ba, Cu e Mn total por ICP-MS



Projeto Brumadinho UFMG

Analito	Faixa de trabalho (mg/L)	Linearidade ^a	Repetibilidade - %CV ^b			Precisão Intermediária - %CV ^c			Recuperação (%)			LD (mg/L) ^d	LQ (mg/L) ^e	Incerteza expandida (%)	Kg
			Nível de concentração (mg/L)												
			0,1	0,4	0,6	0,1	0,4	0,6	0,1	0,4	0,6				
Fe	0,1 – 0,7	y=2338,20x +10,578 R ² =0,9973	2,91	1,77	1,62	2,80	2,24	2,51	93	98	97	0,003	0,100	5,0	2,57
Zn		y=4511,65x +39,89 R ² =0,9991	2,32	1,01	1,09	1,65	1,79	1,92	91	96	95	0,001		2,2	2,09
			Nível de concentração (mg/L)												
Na	10 – 30	y=5421,20x+ 6967,71 R ² =0,9986	10	-	30				10	-	30	0,069	10,00		
			5,10		0,49				81	-	89				

^a y=resposta instrumental; x=concentração do analito em µg/L; R²=coeficiente de determinação.

^b CV coeficiente de variação de repetibilidade com número de observações igual a 6.

^c CV coeficiente de variação de precisão intermediária com número de observações igual a 12.

^d Limite de detecção calculado pelo desvio padrão do branco.

^e Limite de Quantificação foi definido como o limite inferior da faixa linear, este nível de concentração apresentou resultados de exatidão e precisão adequados.

Tabela 5 – Parâmetros de mérito obtidos na validação do método para determinação de Fe, Zn e Na total por ICP OES



Como ressaltado anteriormente, a validação do Na não foi concluída por falta de material de referência certificado (*i.e.*, uma segunda solução de calibração certificada de Na, dentro do prazo de validade), mas a Tabela 5 apresenta os parâmetros de mérito obtidos e observa-se uma ótima confiabilidade do método nestes parâmetros. Os coeficientes de variação de repetibilidade e de precisão intermediária atenderam aos critérios de aceitabilidade dos valores de HORRAT, sendo menores que 2. As recuperações variaram de 89 a 108 % para todos os elementos e todos os LQ reportados estão abaixo dos limites de quantificação praticáveis (LQP) exigidos pela resolução CONAMA nº 396 (2008).

Os resultados das concentrações dos elementos dissolvidos nas amostras de água subterrânea não são previstos nas normas relacionadas a águas subterrâneas [Resolução CONAMA nº 396(2008)] e, uma vez que foram observadas algumas inconsistências entre os valores obtidos em relação aos totais, optou-se por não apresentá-los neste relatório.

5.2. Resultados das concentrações totais dos elementos nas amostras de água subterrânea

A sequência de apresentação das amostras em todas as Figuras deste relatório, exceto Figuras 31 e 32, foi concebida de modo a ilustrar a calha do Rio Paraopeba, desde a cidade de Brumadinho até Felixlândia, conforme apresentado na Tabela 6.

nº	Amostra	Cidade	nº	Amostra	Cidade
1	A123	Brumadinho	39	A034	Florestal
2	A113	Brumadinho	40	A048	Esmeraldas
3	A040	Brumadinho	41	A035	Pará de Minas
4	A124	Brumadinho	42	A036	Pará de Minas
5	A020	Brumadinho	43	A118	Pará de Minas
6	A114	Brumadinho	44	A049	Esmeraldas
7	A037	Brumadinho	45	A058	Esmeraldas
8	A025	Brumadinho	46	A050	Esmeraldas
9	A024	Brumadinho	47	A119	Pará de Minas
10	A041	Brumadinho	48	A060	S J da Varginha



11	A022	Mario Campos	49	A061	S J da Varginha
12	A117	Mario Campos	50	A059	Esmeraldas
13	A006	Betim	51	A065	S J da Varginha
14	A019	Betim	52	A120	Fortuna
15	A018	Betim	53	A070	Fortuna
16	A021	S J Bicas	54	A062	S J da Varginha
17	A086	Betim	55	A043	Pequi
18	A017	S J Bicas	56	A042	Pequi
19	A085	S J Bicas	57	A128	Pequi
20	A098	S J Bicas	58	A077	Paraopeba
21	A115	Igarapé	59	A074	Paraopeba
22	A083	Betim	60	A075	Paraopeba
23	A099	Juatuba	61	A071	Papagaios
24	A100	Juatuba	62	A103	Curvelo
25	A005	Betim	63	A105	Curvelo
26	A101	Juatuba	64	A104	Curvelo
27	A102	Juatuba	65	A130	Curvelo
28	A003	Betim	66	A129	Curvelo
29	A030	Juatuba	67	A107	Curvelo
30	A031	Juatuba	68	A108	Curvelo
31	A029	Juatuba	69	A106	Curvelo
32	A078	Esmeraldas	70	A133	Pompéu
33	A079	Esmeraldas	71	A134	Pompéu
34	A053	Esmeraldas	72	A110	Pompéu
35	A054	Esmeraldas	73	A109	Pompéu
36	A080	Esmeraldas	74	A132	Pompéu
37	A081	Esmeraldas	75	A111	Pompéu
38	A033	Florestal	76	A131	Felixlândia

Tabela 6 – Sequência de apresentação utilizada nos gráficos de resultados da concentração dos elementos total e dissolvida de acordo com a calha do Rio Paraopeba desde Brumadinho até Felixlândia

Após validação do procedimento de quantificação do Hg por ICP-MS, estabeleceu-se um LQ de 0,7 µg/L. Todas as amostras analisadas, digeridas ou não, apresentaram valores menores do que o LQ. O valor de LQ definido na validação é inferior ao



estabelecido na resolução CONAMA n° 396 (2008), cujo valor é de 1 µg/L. Os valores máximos permitidos (VMP) de Hg nas amostras de água subterrânea são bem restritivos e variam de acordo com o uso pretendido da água, sendo que para consumo humano e recreação o VMP é de 1 µg/L, enquanto para dessedentação animal é de 10 µg/L. Mercúrio é um elemento altamente tóxico, que pode sofrer bioacumulação e biomagnificação na cadeia trófica. Nenhuma amostra analisada apresentou violação dos limites estabelecidos na resolução CONAMA n° 396 (2008), em nenhum dos usos preponderantes, ou seja, consumo humano (1 µg/L), dessedentação de animais (10 µg/L), irrigação (2 µg/L) e recreação (1 µg/L).

As concentrações dos elementos Ag, Be, Cd, Co, Mo, Sb e Se ficaram todos abaixo do LQ estabelecido no procedimento de validação, que para todos estes analitos foi de 2 µg/L (primeiro ponto da curva de calibração). Este valor está abaixo do limite de quantificação praticável (LQP) estabelecidos pela resolução CONAMA n° 396 (2008). Portanto, optou-se por não representar estes elementos na forma gráfica. Para todos os demais, serão apresentados os gráficos das concentrações total para todas as amostras. Vale salientar que os espaços vazios dos gráficos se referem a valores de concentração menores que os LQ estabelecidos.

A resolução CONAMA n° 396 (2008) apresenta valores máximos permitidos (VMP) para cada um dos usos considerados como preponderante, a saber: consumo humano, dessedentação de animais, irrigação e recreação. Todas as linhas pretas das Figuras (Figura 2 a 14) referem-se aos limites de violação apresentados para o VMP para consumo humano na resolução CONAMA n° 396 (2008). No total, 76 amostras foram analisadas por ICP-MS e por ICP OES.

Na Figura 2 e Figura 3 são apresentados os valores das concentrações totais (µg/L) de Li e Al nas amostras de água subterrânea, respectivamente. Para o Li não há um VMP para consumo humano, apenas para irrigação, sendo de 2500 µg/L. Todas as amostras analisadas estão dentro deste limite. Porém, cabe ressaltar que o Li foi o elemento quantificado mais vezes em toda a calha do Rio Paraopeba, quando comparado aos demais elementos. Isto é, dos 76 pontos de coleta, 50 deles apresentaram valores de concentração de Li acima do LQ (2 µg/L). Para o Al, o VMP para consumo humano é de 200 µg/L. Tomando-se como parâmetro esse uso



preponderante da água, as amostras A003, A053, A070, A078, A099, A105, A115, A117 e A132 (11,8 % do total) apresentaram violação. As amostras A003, A070, A115 e A132 excedem o VMP em cerca de 16, 7, 4 e 8 vezes, respectivamente. Três amostras (A053, A078 e A105) apresentaram resultados próximos ao VMP, sendo consideradas não conformes de acordo com os critérios estabelecidos para avaliação da conformidade. Observa-se na Figura 3 a ocorrência de valores altos de Al, com não conformidades espalhadas ao longo do Rio Paraopeba, sem qualquer tendência associada à localização geográfica.

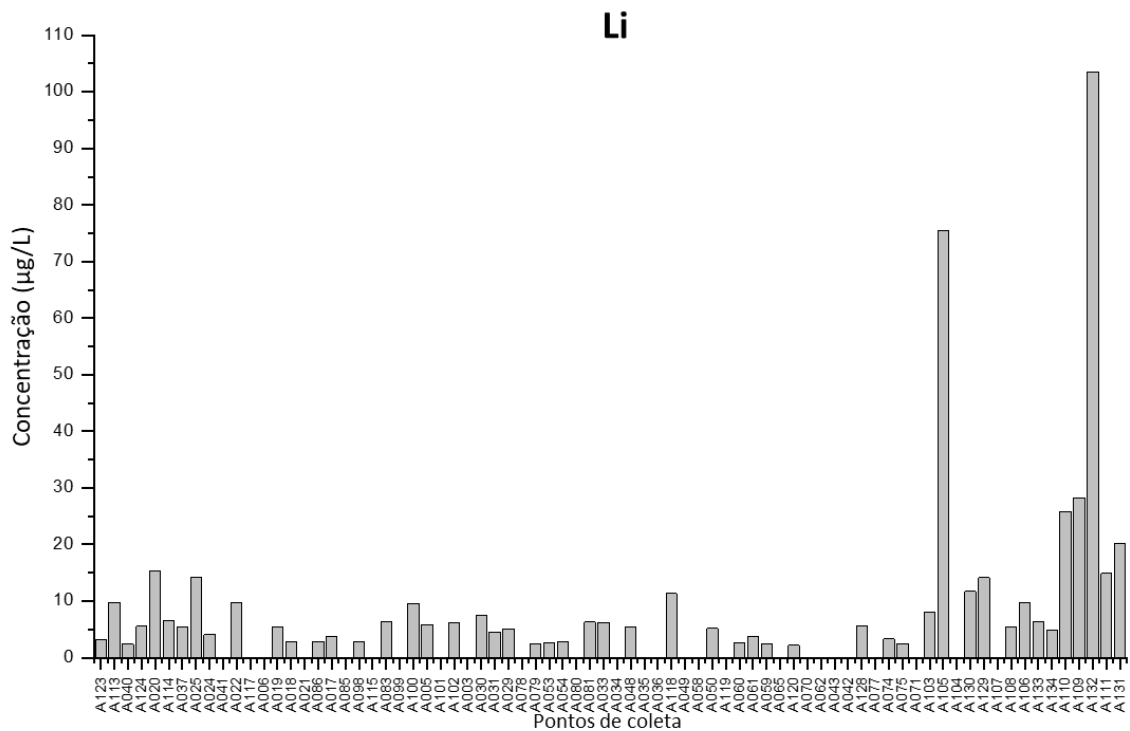


Figura 2 – Concentração total de Li (µg/L) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba



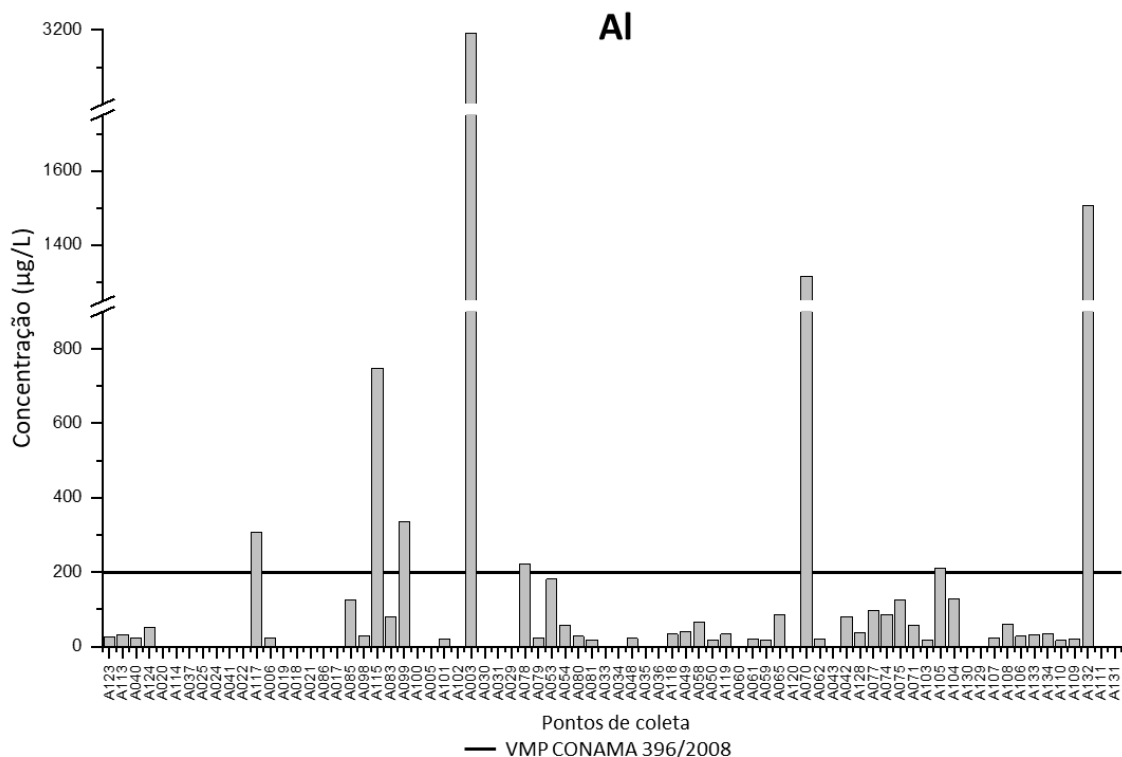


Figura 3 – Concentração total de Al ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba.

Na Figura 4, Figura 5 e Figura 6 são apresentados os valores das concentrações totais ($\mu\text{g/L}$) de V, Cr e Mn nas amostras de água subterrânea, respectivamente. Nenhuma violação foi encontrada para V e Cr nas amostras. Porém para Mn, as amostras A003, A024, A099, A106 e A117 (6,6 % do total) apresentaram violações para consumo humano. Para as amostras A003 e A099, o valor encontrado está cerca de 2 vezes acima do limite, enquanto para a amostra A024 esse valor excede em cerca de 3,7 vezes. Para o uso preponderante da água para dessedentação de animais, o VMP é mais restritivo, sendo de $50 \mu\text{g/L}$. Considerando este valor, mais quatro amostras (A030, A049, A054 e A104), ou seja, 5,3 % das amostras violam o VMP. Quatro amostras (A074, A078, A081 e A132) apresentaram resultados próximos ao VMP, sendo consideradas não conformes de acordo com os critérios estabelecidos para avaliação da conformidade, somando outros 5,3 %. Considerando os critérios adotados e usos preponderantes, 17,2 % das amostras apresentaram violação ao VMP para Mn de acordo com a resolução CONAMA n° 396 (2018). Assim como o Al, as concentrações mais altas de Mn aparecem distribuídas de forma aparentemente aleatória ao longo do Rio Paraopeba.

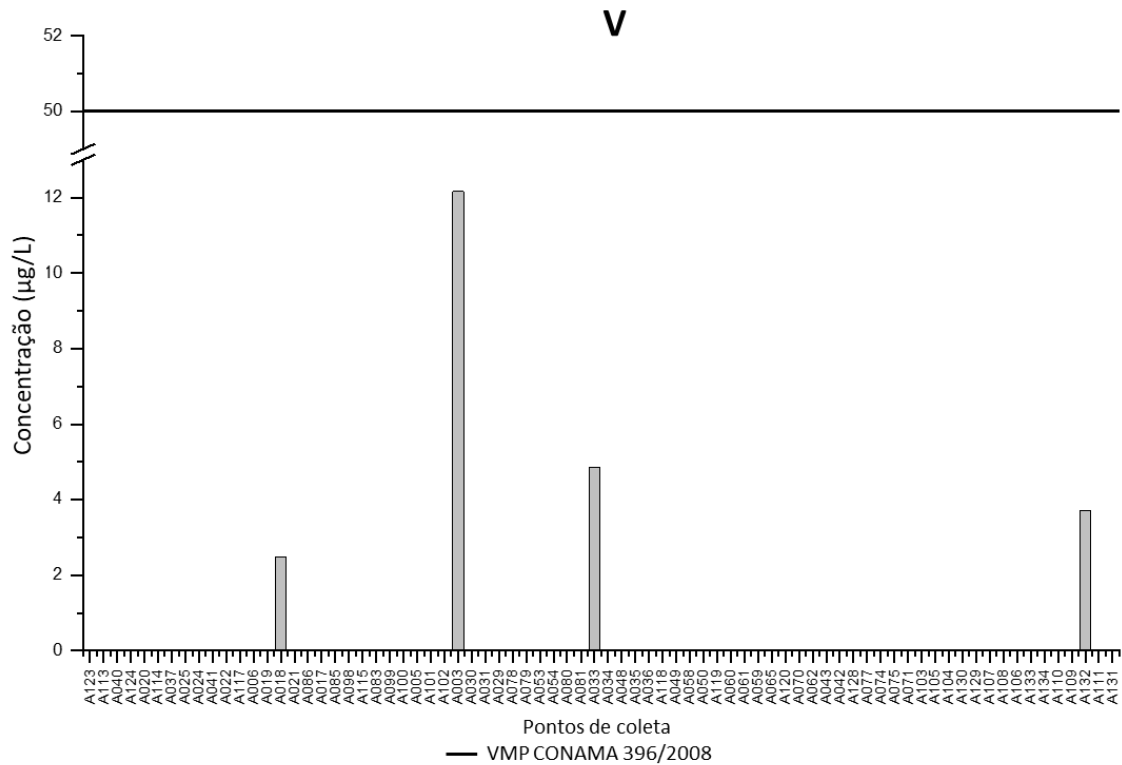


Figura 4 – Concentração total de V (µg/L) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba

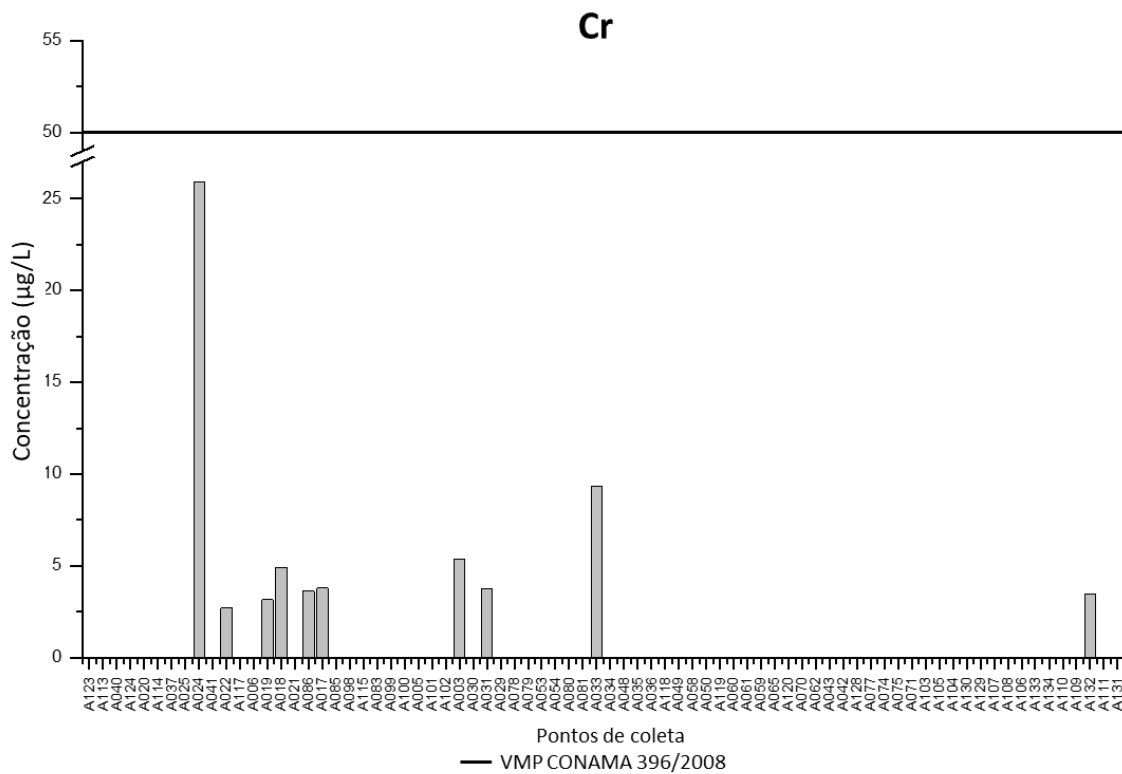


Figura 5 – Concentração total de Cr (µg/L) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba



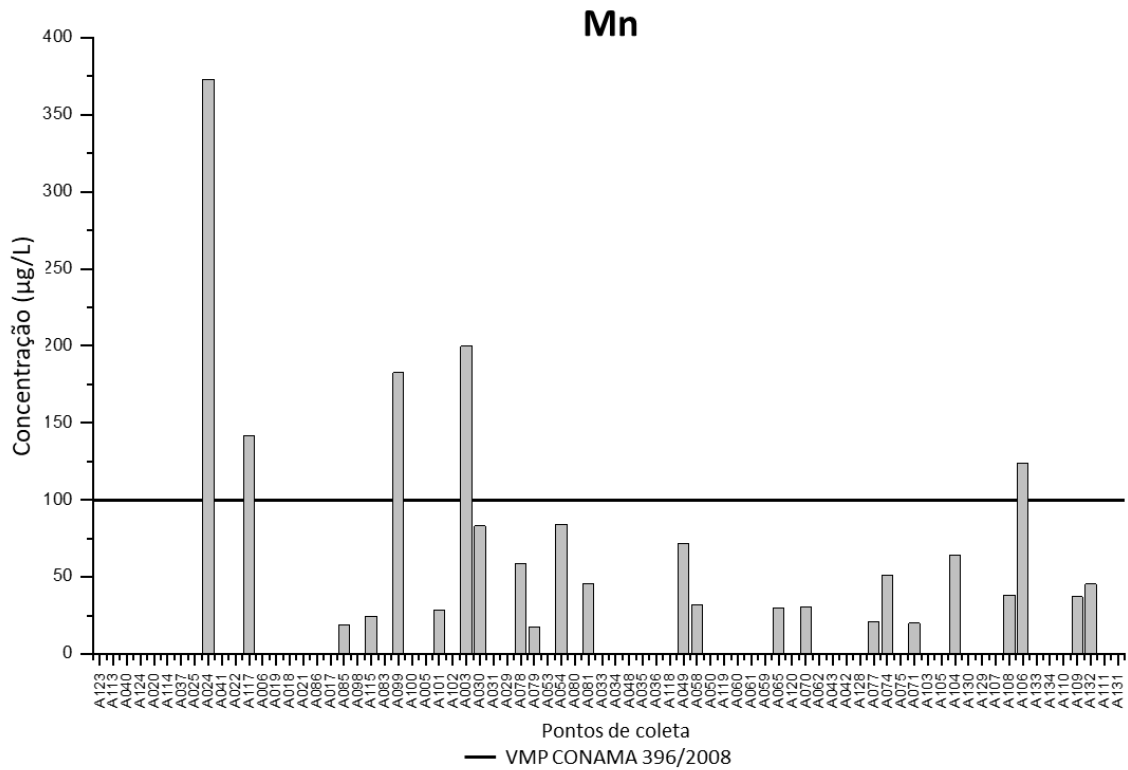


Figura 6 – Concentração total de Mn (µg/L) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba

Na Figura 7, Figura 8 e Figura 9 são apresentados os valores das concentrações totais (µg/L) de Ni, Cu e As nas amostras de água subterrânea, respectivamente. Nenhuma das amostras apresentou violação quanto ao VMP, exceto a amostra A024 para Ni, que apresentou resultado considerado não conforme, aplicando-se a variação da incerteza expandida (1,3 %).

Com relação à localização geográfica, altos valores de Ni e As destacam-se em pontos de coleta de Brumadinho (A024 e A025), sem nenhuma explicação aparente para isso, observando-se fotos e informações do Subprojeto 10+13.



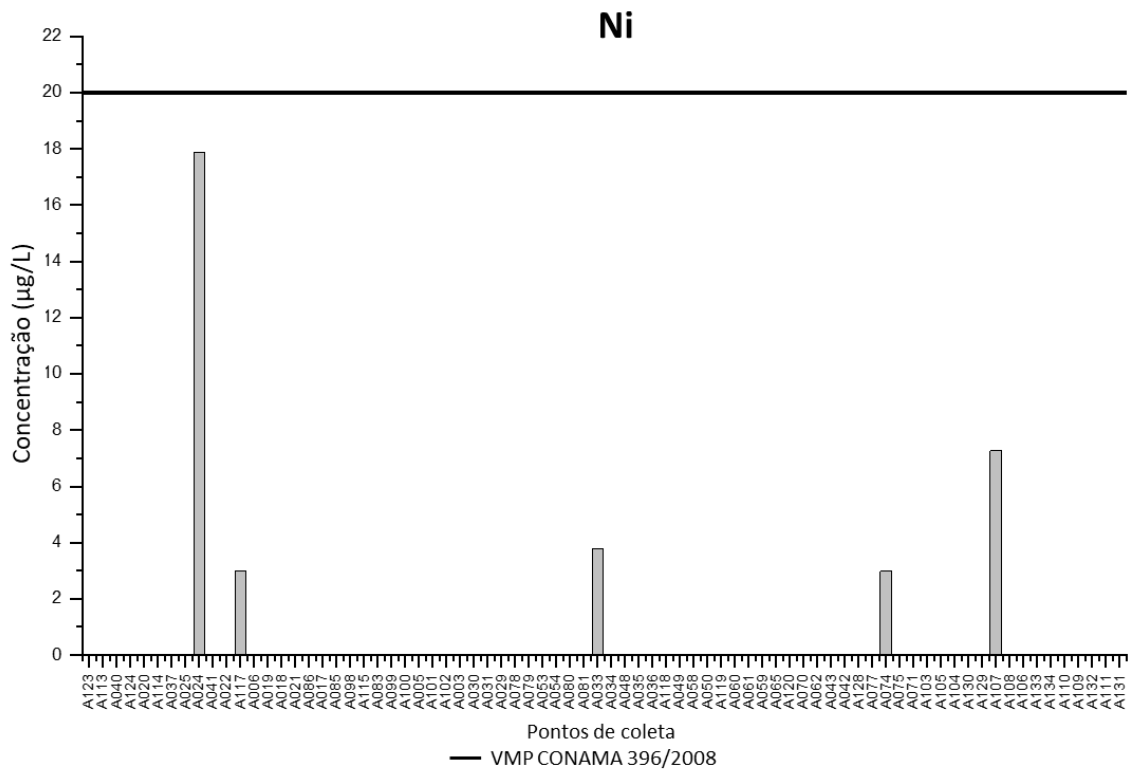


Figura 7 – Concentração total de Ni (µg/L) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba

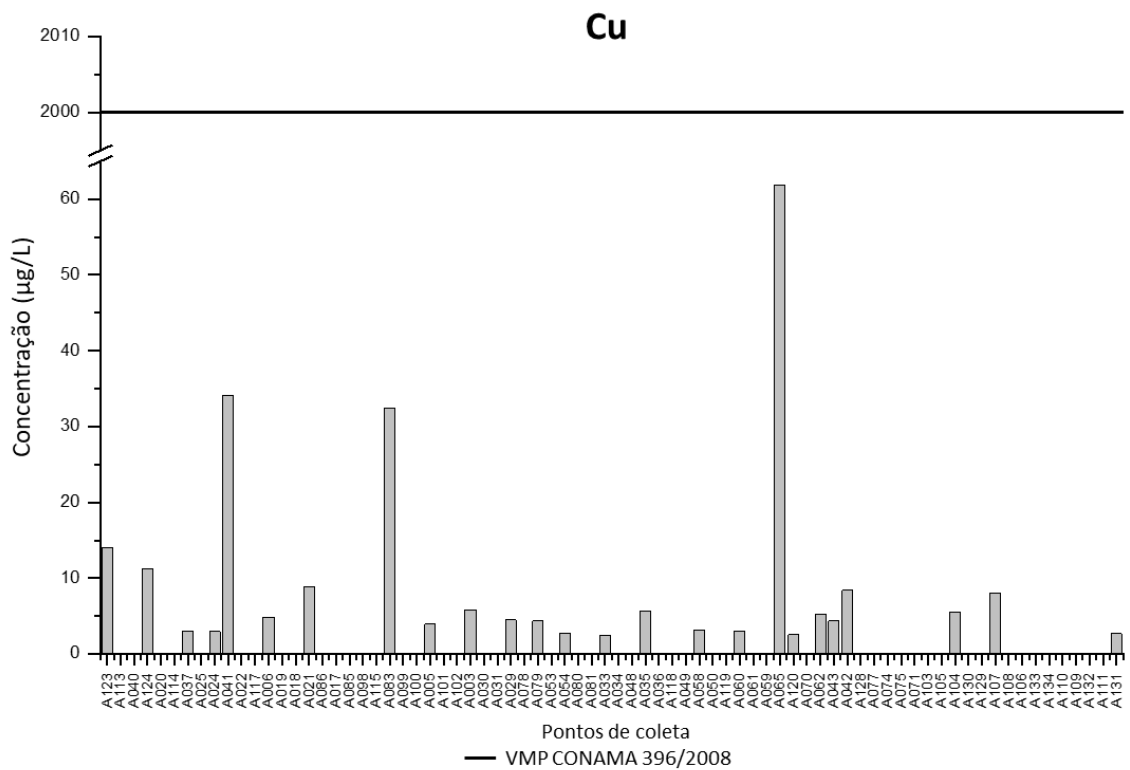


Figura 8 – Concentração total de Cu (µg/L) nas amostras de água subterrânea da bacia do Rio Paraopeba



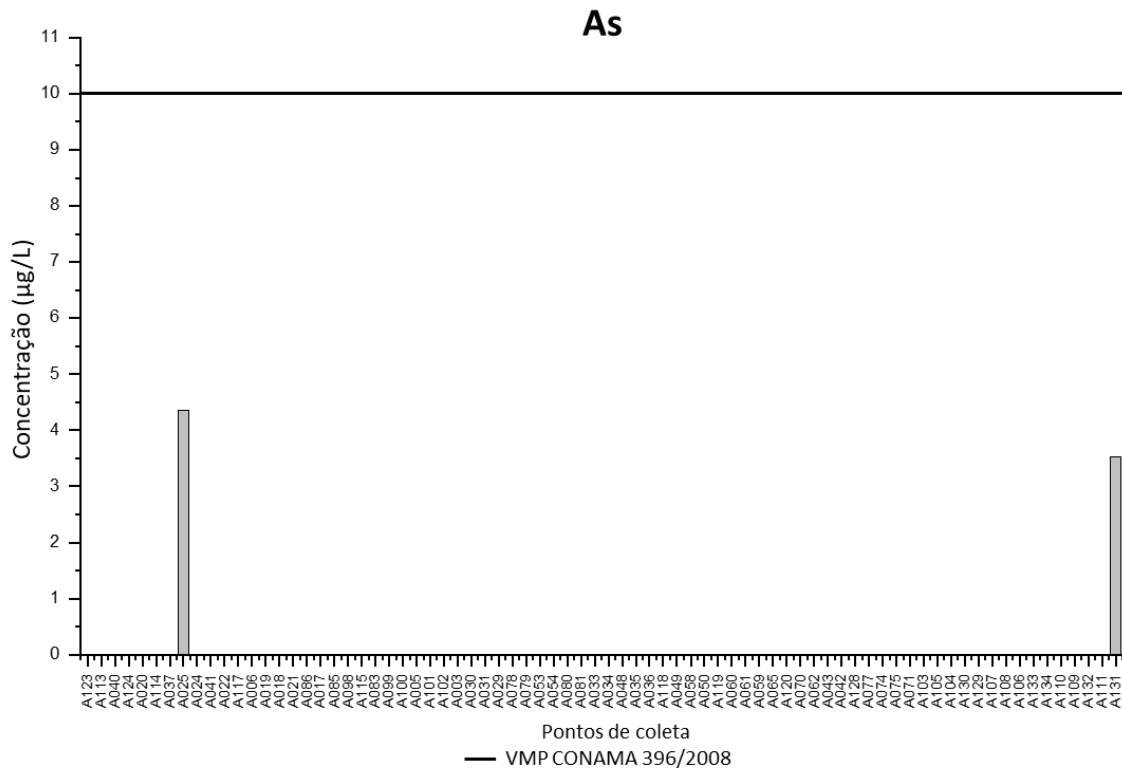


Figura 9 – Concentração total de As (µg/L) nas amostras de água subterrânea da bacia do Rio Paraopeba

Na Figura 10, Figura 11 e Figura 12 são apresentados os valores das concentrações totais (µg/L) de Ba, Pb e U nas amostras de água subterrânea, respectivamente. Para as concentrações de Ba, nenhuma das amostras apresentou violação ao VMP. Porém, depois do Li, o Ba foi o segundo elemento quantificado mais vezes em toda a calha do Rio Paraopeba. Isto é, dos 76 pontos de coleta, 49 deles apresentaram valores de concentração de Ba acima do LQ (15 µg/L). Para Pb, as amostras A030 e A037, em Juatuba e Brumadinho, respectivamente (2,6 % do total), apresentaram violação ao VMP, com os valores encontrados excedendo em cerca de 3,9 e 1,4 vezes o VMP, respectivamente. Para U, as amostras A021, A037, A113 e A114 (5,3 % do total) apresentaram violação ao uso preponderante para consumo humano. Duas outras amostras (A024 e A025 com concentrações iguais a 12,5 e 13,4 µg/L, respectivamente) violaram o VMP para o uso preponderante de irrigação (2,6 % do total). Somando-se os dois usos preponderantes, 7,9 % das amostras excederam o VMP estabelecida para U. A amostra A021 apresentou um valor 3 vezes maior do que o VMP, enquanto para as amostras A037 e A113, esse valor foi de cerca de 1,7 vezes maior. É possível observar também, na Figura 12, para o U, que os valores mais altos, incluindo as violações, sugerem uma tendência de localização geográfica dos pontos



no plano amostral, ou seja, valores mais altos de concentração observados mais próximos de Brumadinho. Investigações mais detalhadas se fazem necessárias para confirmação e explicação deste resultado.

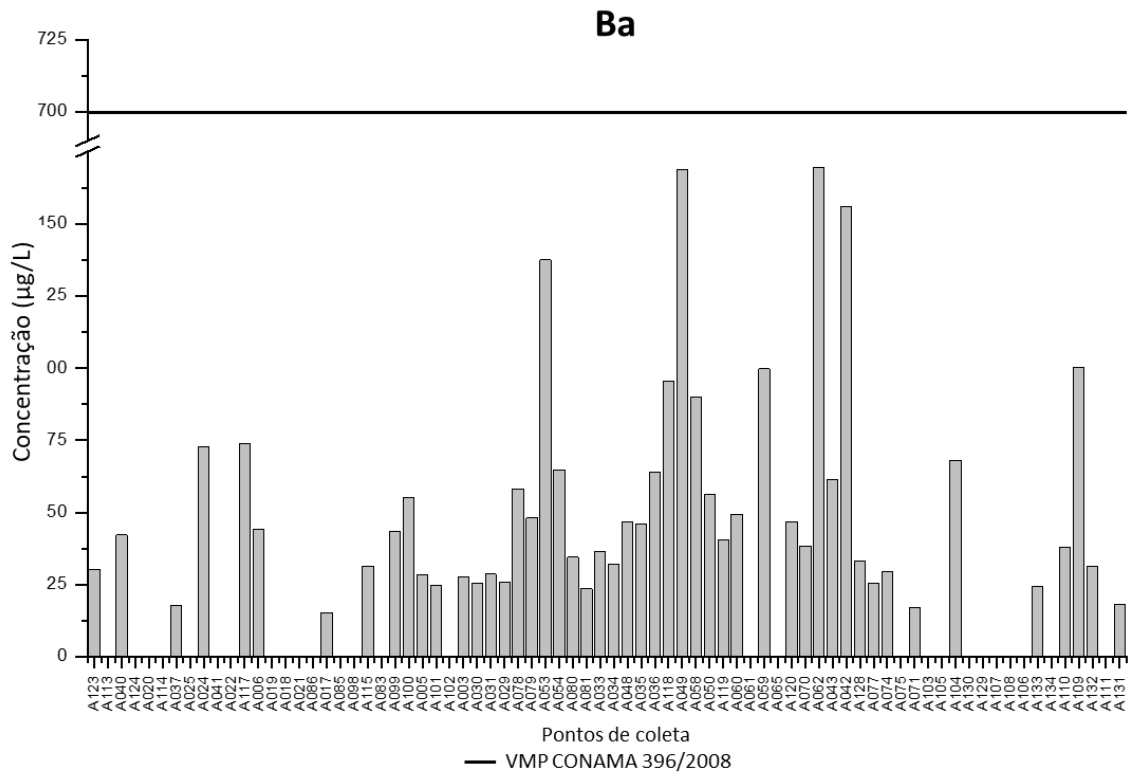


Figura 10 – Concentração total de Ba (µg/L) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba



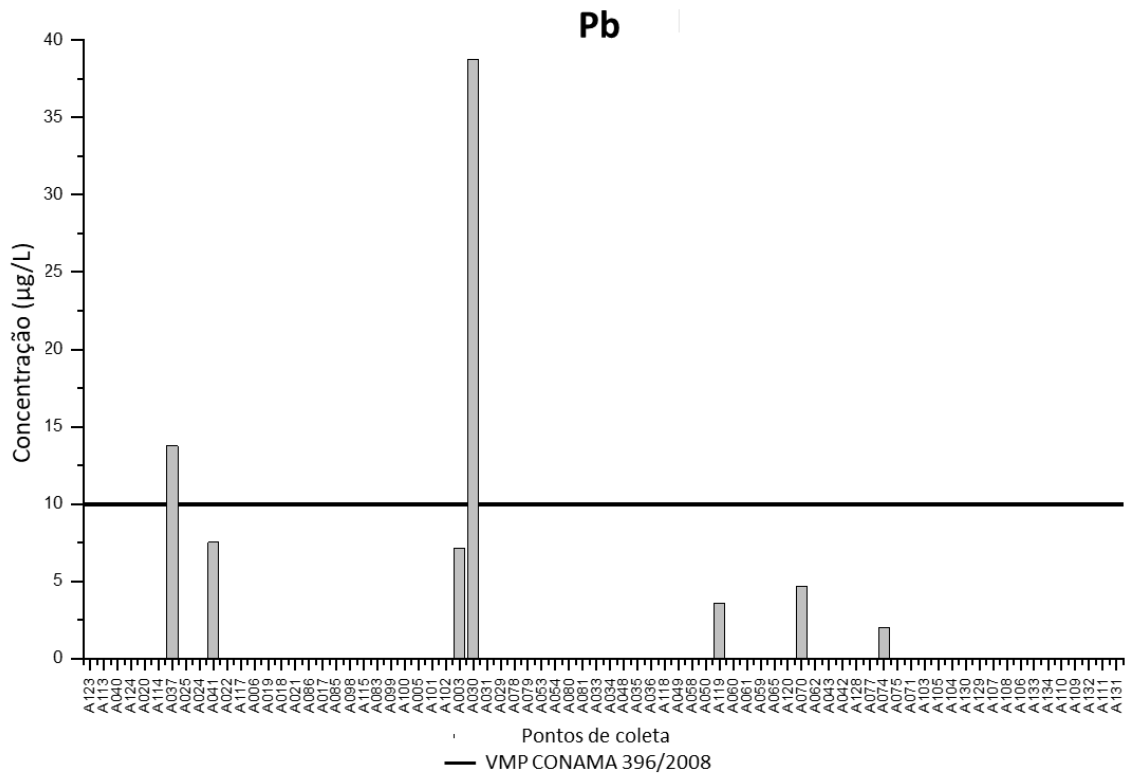


Figura 11 – Concentração total de Pb (µg/L) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba

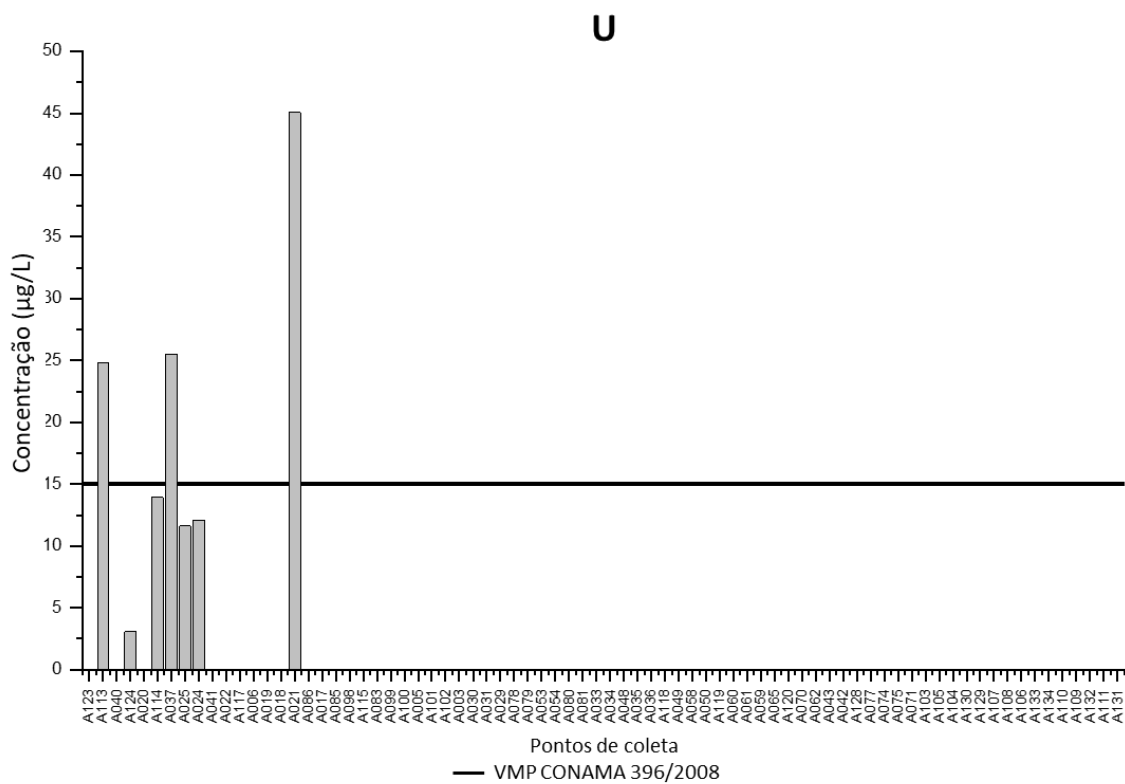


Figura 12 – Concentração total de U (µg/L) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba



Na Figura 13, Figura 14 e Figura 15 são apresentados os valores das concentrações totais ($\mu\text{g/L}$) de Fe, Zn e Na nas amostras de água subterrânea, respectivamente. Para as concentrações de Na, nenhuma amostra apresentou violação ao VMP. Para Fe, as amostras A003, A029, A035, A040, A049, A053, A054, A059, A065, A070, A079, A081, A099, A101, A105, A115, A131, A132 e A134 (25 % do total) apresentaram violação ao VMP (300 $\mu\text{g/L}$). Para as amostras A003, A054, A059 e A101 estas violações foram cerca de 20 vezes maiores do que os VMP, enquanto para as A081 e A099, 13 vezes maior. A presença de Fe nas amostras para determinação das concentrações totais pode ser de origem natural e associada a condições redutoras no ambiente, levando à dissolução dos óxidos de Fe. Para o Zn, somente a amostra A061 (1,3 % do total) apresentou violação, com um valor de concentração cerca de 2,7 maior do que o VMP (5.000 $\mu\text{g/L}$).

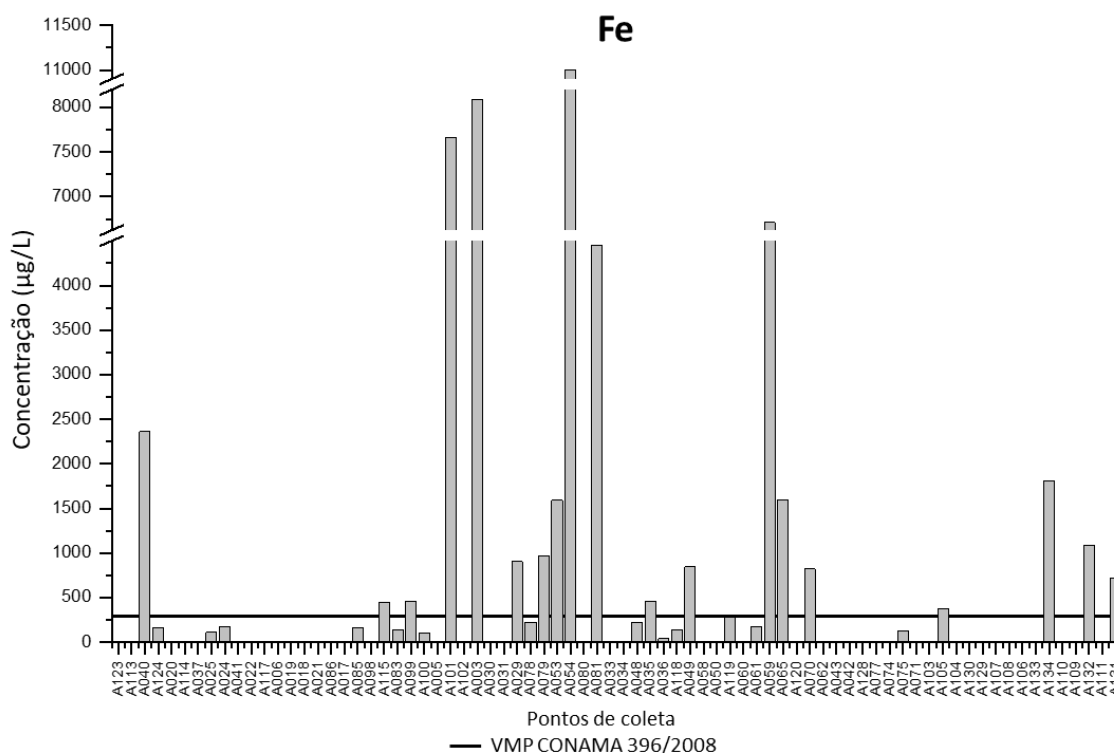


Figura 13 – Concentração total de Fe ($\mu\text{g/L}$) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba



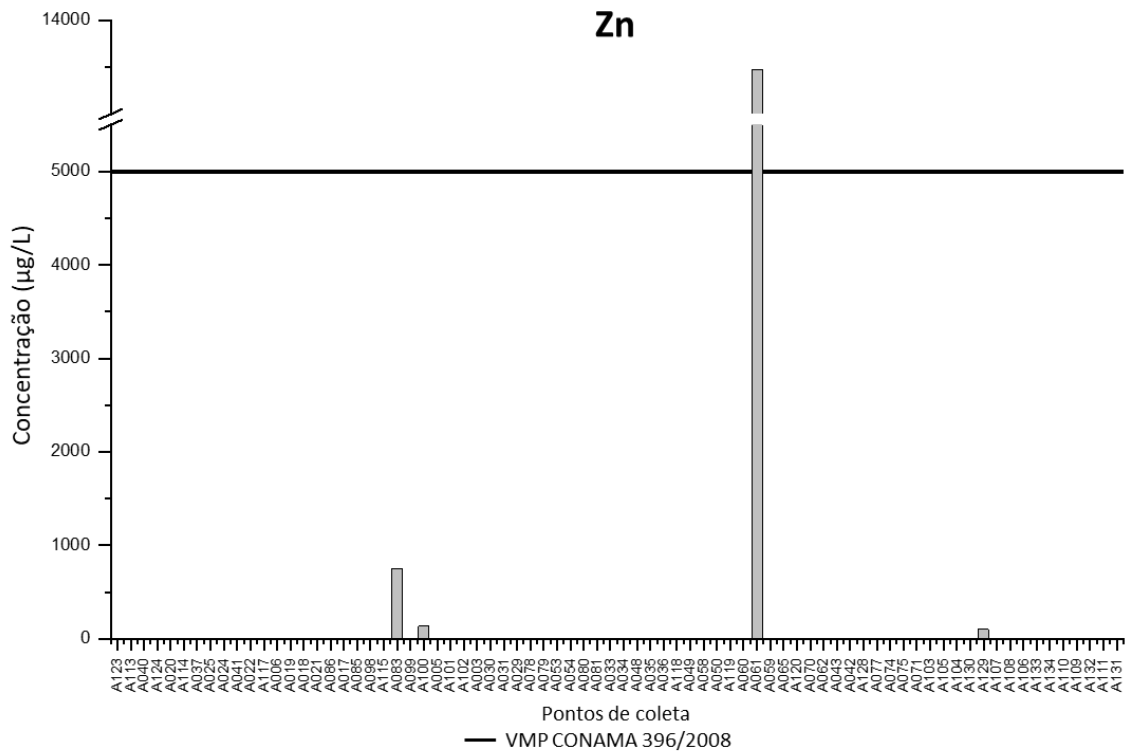


Figura 14 – Concentração total de Zn (µg/L) nas amostras de água subterrânea da bacia do Rio Paraopeba

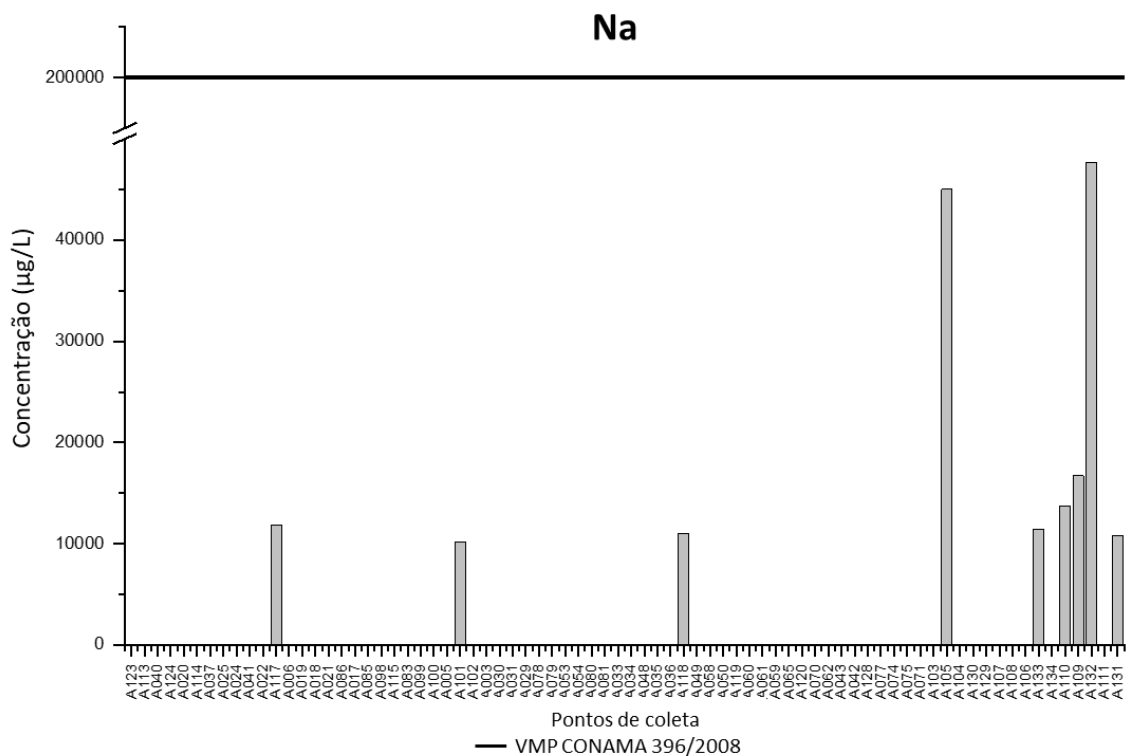


Figura 15 – Concentração total de Na (µg/L) nas amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba



De forma geral, as amostras A003, A070, A099 e A132 violaram os VMP para Al, Fe e Mn, apresentando valores de turbidez iguais a 864, 125, 48,6 e 4,1 NTU, respectivamente. Isso deixa claro, principalmente para as três primeiras amostras, que a presença de material particulado em grande quantidade é responsável pelas altas concentrações desses três elementos.

De acordo com a Portaria GM/MS nº 888/2021 [BRASIL, 2021], para os parâmetros Fe e Mn são permitidos valores superiores ao VMPs estabelecidos no Anexo 11 (Fe 0,3 mg/L e Mn 0,1 mg/L), desde que sejam observados dois critérios: o primeiro é que os elementos estejam complexados com produtos químicos comprovadamente de baixo risco à saúde (conforme preconizado no Inciso VIII do Art. 14 e nas normas da ABNT) e o segundo é que as concentrações de Fe e Mn não ultrapassem 2,4 e 0,4 mg/L, respectivamente.

Para as amostras A003 e A099, os valores de Fe foram iguais a 8,0 e 4,2 mg/L (Tabela 1, Anexo V), respectivamente, excedendo o limite preconizado acima. Para Mn, os valores de concentração ficaram todos abaixo de 0,4 mg/L, mas acima de 0,1 mg/L.

A amostra A037 mostrou violação para Pb e U e sua turbidez foi de 0,3 NTU. A amostra A037 foi coletada na cidade de Brumadinho, o que pode ser um indício, com relação ao urânio, de ocorrência natural na região do Quadrilátero Ferrífero [KUCHENBECKER, 2021] e, relacionado a concentração de Pb, um decaimento natural do U, conforme discutido por Dalla Vecchia *et al.* (2017). Altos valores de concentração de U em águas subterrâneas não são raros e sua ocorrência pode fornecer informações sobre sua origem. Quanto mais profundo o poço, maior a probabilidade da ocorrência do elemento ser natural [NRIAGU, 2012]. Cabe ressaltar que a amostra A037 foi coletada em poço com bomba, com profundidade de 50 m (Tabela 1, Anexo IV).

Para as concentrações totais, cujo VMP constam da resolução CONAMA nº 396 (2008), foram aplicadas as variações advindas do cálculo da incerteza expandida, viabilizando uma interpretação robusta quando nas proximidades dos VMP.



5.3. Análise de Componentes Principais para as concentrações dos elementos totais nas amostras de água subterrânea

Os valores de concentração total dos elementos quantificados no ICP-MS e ICP OES foram empregados para a construção do modelo PCA. A matriz de dados foi composta por 76 linhas (amostras) e 15 colunas (elementos). As variáveis relacionadas as concentrações de Ag, Be, Cd, Hg, Mo, Sb e Se foram retiradas da construção do modelo PCA, pois apresentaram valores abaixo do limite de quantificação do método para todas as amostras. O pré-processamento aplicado foi o autoescalamento, em que a média de cada coluna é subtraída dos dados e o resultado é dividido pelo desvio padrão de cada coluna, obtendo dados com média zero e variância igual a um. Esse tipo de pré-processamento é aplicado quando as variáveis possuem diferentes natureza e magnitude. O objetivo é que todas as variáveis tenham a mesma contribuição para a construção do modelo.

Foram selecionadas 9 componentes principais, com autovalor maior do que 1 e que explicaram 90,93 % da variância total dos dados. A Figura 16 apresenta o gráfico de escores (amostras) e loadings (variáveis) para PC1 X PC2. PC1 tem uma significância acumulada de 22,03 % e PC2 de 15,95 %. De forma geral, as variâncias das componentes principais foram baixas. Isso demonstra a baixa correlação entre as amostras, ou seja, as concentrações dos elementos são bem distintas ao longo da calha do Rio Paraopeba. As amostras analisadas se mostraram bastante distintas entre si, com algumas claramente discrepantes das demais.

Na Figura 16 observa-se que as amostras A003, A024, A105 e A132 claramente se destacam do grupo formado pelas demais amostras, apresentando maior contribuição na PC1. Estas amostras possuem as maiores concentrações de Al, Co, Cr, Fe, Li, Mn, Na, Ni e V em comparação com as demais.

A amostra A132, coletada em Pompéu, destaca-se das demais devido ao alto peso das variáveis Li e Na. Essa amostra chama atenção porque apresentou um valor de pH igual a 9,34, o mais alto valor dentre todas as amostras. Este elevado valor de pH deve estar associado a presença de carbonatos e bicarbonatos de sódio. A amostra foi coletada em poço com bomba a uma profundidade de 150 m e apresenta coliformes totais igual a 7,5 UFC. O Al também aparece como variável que contribui



para a discriminação dessa amostra, situada no lado positivo da PC1, com violação do VMP. Essa amostra também apresenta elevados valores de concentração de Li, mas sem violação do VMP.

A variação da concentração de Li em águas subterrâneas de circulação mais ou menos profunda, de maneira geral, é dependente do ambiente hidrogeológico e da temperatura e, conseqüentemente, da interação água-rocha [NEVES *et al.*, 2015]. Estes autores sugerem que altas concentrações de Li em águas para consumo humano podem estar associadas a águas ricas em CO₂, cuja fonte está relacionada aos bicarbonatos de sódio. Os resultados encontrados corroboram essa afirmação, mostrando que os valores mais altos de concentração de Li (A105 e A132) ocorreram em amostras de água com altas concentrações de Na. As amostras A105 e A132 também apresentaram maior contribuição na PC3 devido a suas concentrações de Li e Na.

A amostra A105, que também se distancia das demais no gráfico de PC1 x PC2 (Figura 16) foi coletada na cidade de Curvelo e as demais na cidade de Pompéu e destaca-se pela alta contribuição das variáveis Al, Li, Na, Fe e Mn. A amostra foi coletada em poço com bomba, apresenta condutividade de 305 µS/cm, pH de 7,02 e turbidez de 12,8 NTU. A profundidade não foi informada (Tabela 1, Anexo IV). Altos valores de concentrações de Li e Na podem estar relacionados a presença de bicarbonato, conforme discutido anteriormente. Os altos valores de concentração de Al, Fe e Mn podem estar relacionados com a composição mineralógica do material particulado, conforme já discutido anteriormente. Esses elementos podem estar adsorvidos em colóides ou silicatos, fazerem parte da composição desses minérios, ou ainda se encontrarem dissolvidos, ou seja, solvatados por moléculas de água.



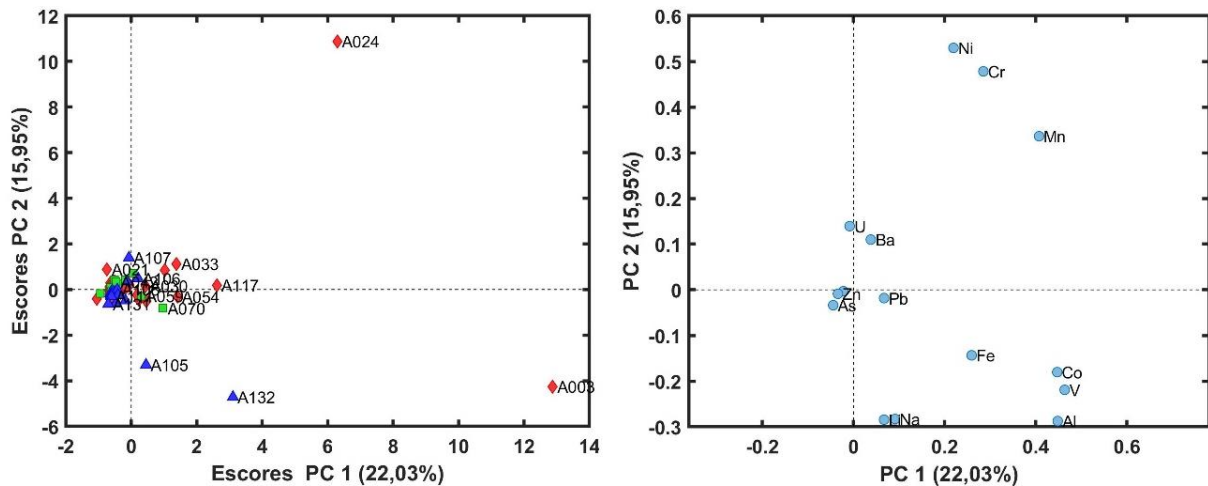


Figura 16 – Modelo PCA: (a) Gráficos dos escores PC1 x PC2 das amostras de água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba: ♦ amostras coletadas em um raio de até 50 km, ■ até 100 km e ▲ acima de 100 km do rompimento da barragem B1. (b) Gráficos dos loadings PC1 x PC2 mostrando a contribuição das variáveis para o gráfico de escores. (Fonte: autora)

A amostra A003 é a mais distinta de todo o conjunto amostral, com grande contribuição para os escores da PC1 e PC2 do modelo PCA, como pode ser observado na Figura 16. Essa amostra apresentou concentrações elevadas de Al, V, Co, Cr, Fe, Mn e V comparada com as demais amostras, como evidenciado pelo gráfico dos pesos. A amostra foi coletada na cidade de Betim, uma região impactada por atividades antrópicas relacionadas a mineração, lançamento de efluentes domésticos (esgoto) e industriais. A amostra foi coletada em cisterna e apresenta coliformes totais igual a 1.203 UFC. A amostra apresenta-se visivelmente turva, com coloração alaranjada, possivelmente por ressuspensão da lama, contribuindo para os elevados valores de concentração de Al, Fe e Mn.

A presença de Fe e Mn na água subterrânea depende dos seus estados de oxidação e de condições de pH [SZIKSZAY, 1993]. Os chamados “argilominerais” possuem esses elementos e também Al em sua composição e são reconhecidamente importantes na química de solos e águas por apresentarem uma área superficial grande e na maioria das vezes com carga líquida negativa, agindo como adsorventes de cátions (forma em que se encontram a maioria dos metais no meio ambiente). Dependendo do pH do meio podem adsorver ânions. Quando esses argilominerais são solubilizados (ambientes redutores) liberam os metais e/ou metaloides nele adsorvidos. Portanto, os altos valores de concentração de Cr, Co e V podem estar associados a uma solubilização dos óxidos de Al, Fe e Mn em ambientes redutores, impactados por atividades antrópicas. Além de violar os VMP para Al, Fe e Mn, a

amostra A003 apresentou o mais alto valor de condutividade (351 $\mu\text{S}/\text{cm}$) e de turbidez, igual a 864 NTU, o mais alto valor do conjunto amostral (Tabela 1, Anexo IV) o que corrobora essas hipóteses. Essa amostra apresentava coloração alaranjada, de barro, característica de material em suspensão, destacando-se visivelmente no conjunto das amostras. Essa coloração pode ser associada a águas redutoras, que se reoxidam na coleta quando são retiradas do poço. Essa reoxigenação provoca a precipitação de óxidos de Fe e Mn amorfos, podendo ainda co-precipitar outros cátions. Dessa forma, sugere-se que os elementos estejam ligados a silicatos e/ou colóides, ou ainda na forma de óxidos, ou ainda solúveis.

Além da PC1 e PC2, outros componentes principais foram analisados. A PC3, apresentou contribuição da amostra A024, coletada na cidade de Brumadinho. A amostra apresentou valores de concentração de Ba de 65,50 $\mu\text{g}/\text{L}$ e de Fe de 135,00 $\mu\text{g}/\text{L}$, valores dentro do VMP, no entanto, a amostra viola o VMP para Mn, sendo encontrado um valor de concentração de 327,04 $\mu\text{g}/\text{L}$, como discutido anteriormente.

As amostras A037, A021, A025, A113 e A030 contribuem para a quarta componente principal, apresentando maiores valores de escores. As amostras A037 e A113 foram coletadas na cidade de Brumadinho e a amostra A021 na cidade de São Joaquim de Bicas, a uma distância de cerca de 50 km do rompimento da barragem. A análise dos loadings mostra que as variáveis U e Pb são as que possuem maior peso para estas amostras. A amostra A037 violou o VMP para Pb e U e as amostras A021 e A113 violaram o VMP para U pela resolução CONAMA n° 396 (2008). A amostra A025 apresenta um valor de concentração de As maior que as demais amostras, mas não viola o VMP estabelecido em legislação.

As amostras A025, A037 e A113 foram coletadas em Brumadinho, e a amostra A021 foi coletada em São Joaquim de Bicas, que se distancia em cerca de 27 km de Brumadinho. Para todas estas amostras é evidente a correlação de Pb com U e também com As. Todas as amostras apresentam baixa turbidez, significando ausência de material particulado e/ou colóide e, portanto, a ocorrência desses elementos na forma solúvel. A região do QF é reconhecida como uma área de ocorrência natural de As (como arsenopirita) e de U. A presença de Pb pode ser devido aos processos antrópicos ou ao decaimento natural do U radioativo. Essa relação natural de decaimento não pode ser comprovada nos resultados obtidos neste relatório, pois



somente na amostra A037 observa-se a presença simultânea de U e Pb. De Vicq e colaboradores (2015) estabeleceram valores de referência para vários elementos em amostras de sedimento do QF. Dentre as amostras avaliadas, os autores relataram uma alta incidência de anomalias relacionadas a As e Pb, por altos valores de *background* litológico da região [DE VICQ, 2015].

Na análise dos escores negativos da PC4, as amostras A049, A054, A059, A042 e A062 mostraram maior contribuição. Estas amostras apresentaram os maiores valores de concentração de Fe, Mn e Ba. O VMP para Fe foi violado para as amostras A049, A054 e A059, enquanto para Mn o VMP foi violado para A049. As amostras A042, A059, A062 e A 049 não violaram os VMPs para Ba.

A amostra A065 apresentou maior valor de escore negativo na PC5. Esta amostra se diferencia das demais por apresentar a mais alta concentração de Cu, porém, sem violação. A amostra foi coletada em uma cisterna com bomba na cidade de São José da Varginha, localizada em um raio maior de 50 km do rompimento da barragem. A presença de Cu pode ser atribuída a uma lixiviação natural das rochas do QF pelas águas das chuvas ou pelo cultivo agrícola com utilização de fungicidas contendo o elemento [DE VICQ, 2015].

A amostra A061 também apresentou maior valor negativo na quinta componente do modelo PCA, com grande contribuição da variável Zn. A amostra foi coletada na cidade de São José da Varginha e destaca-se principalmente pela concentração de Zn, o maior em comparação as demais amostras. A amostra A061 apresenta um valor de concentração de Zn igual a 12,4 mg/L e conforme ressaltado anteriormente, esse valor excede em cerca de 2,5 vezes o VMP para consumo humano. Para uso preponderante para dessedentação animal, o valor obtido se enquadra aos limites estabelecidos. A amostra foi coletada em um poço com bomba e apresenta alta condutividade (107,6 $\mu\text{S}/\text{cm}$), STD (53,5 mg/L) e turbidez (110 NTU). O local da coleta é uma zona rural, com área de pastagem para criação de animais, com presença de açude (água represada). Sugere-se que este alto valor seja decorrente de contaminação antrópica, proveniente do uso de suplementos minerais servido aos animais. Suplemento animal mineral é fonte de Zn e Cu, sendo empregado como melhorador de sistema imunológico de suínos [CONDÉ *et al.*, 2014]. Ressalta-se que, em caso de ocorrência natural, o Zn pode substituir o Fe e o Mn em óxidos e silicatos,



aumentando sua concentração consideravelmente em minerais argilosos, óxidos de Fe e substâncias orgânicas, podendo ser encontrado em regiões distantes de sua origem [DE VICQ, 2015].

6. Avaliação de impactos

Os resultados obtidos para as amostras de água subterrânea coletadas no período de 25/01 a 11/03 de 2021 indicam violação principalmente para as concentrações de Al, Fe e Mn. Em alguns pontos específicos, notam-se violações para U nos valores de concentração total e, para a amostra A037, coletada na cidade de Brumadinho, violações para Pb e U. A Tabela 7 apresenta as violações encontradas neste relatório para os valores de concentração dos elementos totais nas amostras de água subterrânea.

Amostra	Parâmetro violado	Uso da Água	Cidade de Coleta
A003	Al	Consumo humano, Recreação	Betim
	Mn	Consumo humano, Dessedentação de animais, Recreação	
	Fe	Consumo humano, Irrigação, Recreação	
A021	U	Consumo humano, Irrigação	S J de Bicas
A024	Mn	Consumo humano, Dessedentação de animais, Irrigação, Recreação	Brumadinho
	U	Irrigação	
A025	U	Irrigação	Brumadinho
A029	Fe	Consumo humano, Recreação	Juatuba
A030	Mn	Dessedentação de animais	Juatuba
	Pb	Consumo humano	
A035	Fe	Consumo humano, Recreação	Pará de Minas
A037	U	Consumo humano, Irrigação	Brumadinho
	Pb	Consumo humano	
A040	Fe	Consumo humano, Recreação	Brumadinho
A049	Fe	Consumo humano, Recreação	Esmeraldas
A053	Fe	Consumo humano, Recreação	Esmeraldas
A054	Fe	Consumo humano, Irrigação, Recreação	Esmeraldas
	Mn	Dessedentação de animais	
A059	Fe	Consumo humano, Irrigação, Recreação	Esmeraldas
A061	Zn	Consumo humano, Irrigação, Recreação	S J Varginha
A065	Fe	Consumo humano, Recreação	S J Varginha
A070	Al	Consumo humano, Recreação	Fortuna
	Fe	Consumo humano, Recreação	
A078	Al	Consumo humano, Recreação	Esmeraldas
A079	Fe	Consumo humano, Recreação	Esmeraldas
A081	Fe	Consumo humano, Recreação	Esmeraldas
A099	Al	Consumo humano, Recreação	Juatuba
	Fe	Consumo humano, Recreação	



	Mn	Consumo humano, Dessedentação de animais, Recreação	
A101	Fe	Consumo humano, Irrigação, Recreação	Juatuba
A104	Mn	Dessedentação de animais	Curvelo
A 105	Fe	Consumo humano, Recreação	Curvelo
A106	Mn	Consumo humano, Dessedentação de animais	Curvelo
A113	U	Consumo humano, Irrigação	Brumadinho
A115	Al	Consumo humano, Recreação	Igarapé
	Fe	Consumo humano, Recreação	
A117	Al	Consumo humano, Recreação	Mário Campos
	Mn	Consumo humano, Dessedentação de animais, Recreação	
A 119	Fe	Consumo humano, Recreação	Pará de Minas
A131	Fe	Consumo humano, Recreação	Felixlândia
A132	Al	Consumo humano, Recreação	Pompéu
	Fe	Consumo humano, Recreação	
A134	Fe	Consumo humano, Recreação	Pompéu

Tabela 7 – Amostras de água subterrânea (concentrações totais) que violaram os VMP da resolução CONAMA n° 396 (2008)

A grande maioria das violações está relacionada ao uso preponderante para consumo humano com elementos associados aos efeitos organolépticos, ou seja, Al, Fe e Mn, CONAMA n° 396 (2008), conferindo sabor desagradável às águas.

Cabe ressaltar que este relatório reporta dados de uma única coleta, mas apresenta resultados ainda pouco explorados na literatura, que têm focado na caracterização das águas superficiais da Bacia do Rio Paraopeba. Dessa forma, os resultados apresentados indicam violações principalmente para Al, Fe e Mn nas águas subterrâneas da Bacia do Rio Paraopeba. A origem das não conformidades demanda uma investigação sistemática e aprofundada da geoquímica e da hidrogeologia da região, em função da composição mineralógica das rochas e solos do QF, ricas nos metais citados acima. Além disso, algumas das violações podem estar associadas à atividades antrópicas realizadas na Bacia, como a mineração de ferro e também lançamento de efluentes domésticos.

A Figura 17 e Figura 18 representam os Mapas 2 e 3, respectivamente, onde são apresentados a Bacia do Rio Paraopeba com destaque para as violações encontradas para os valores de concentração dos elementos totais. Nota-se, que o maior adensamento de violações ocorre na região compreendida entre as cidades de Pará de Minas a Papagaios, em 11 pontos de coleta. Estas cidades se distanciam em cerca de 75 e 134 km, respectivamente de Brumadinho. Para que essa observação de adensamento seja conclusiva, mostra-se necessário que seja realizado um monitoramento desses pontos amostrais e, melhor ainda, uma expansão de número



de pontos, incluindo poços e cisternas não incluídos nos cadastros de outorga da FEAM. Uma vez que a equipe do Subprojeto 10+13 teve dificuldade de obtenção de parâmetros de profundidade do poço (grande maioria não consta nos registros), não foi possível uma discussão quanto a esse parâmetro. Um estudo de monitoramento da região contribuiria para um parecer conclusivo do fato.

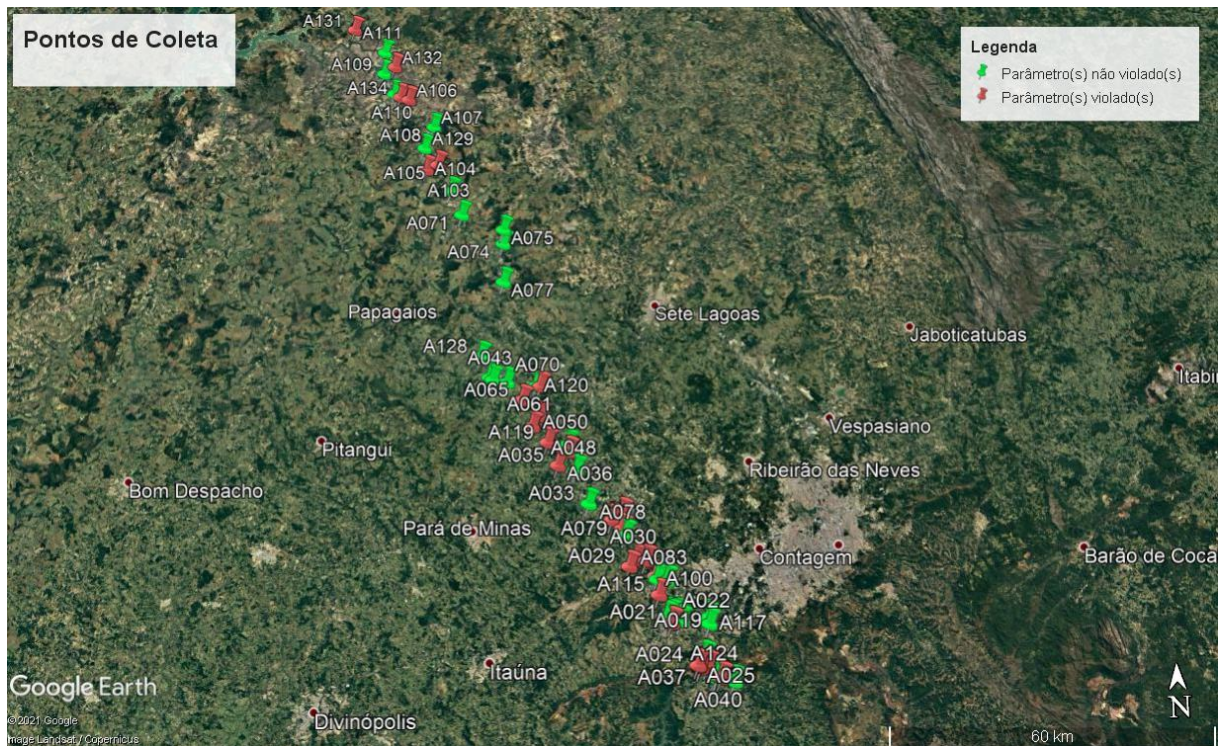


Figura 17 – Mapa 2: Pontos de coleta de amostras de água subterrânea ao longo da Bacia do Rio Paraopeba que apresentaram violação aos valores guias de qualidade da resolução CONAMA n° 396 (2008)





Figura 18 – Mapa 3: Ampliação dos pontos de coleta de água subterrânea ao longo da Bacia do Rio Paraopeba que apresentaram violação aos valores guias de qualidade da resolução CONAMA n° 396 (2008)

7. Considerações finais

De acordo com os dados apresentados, 31 pontos de coleta apresentaram violação nos valores de concentração dos elementos totais, ou seja, 41 % de todas as amostras coletadas. Estas violações estão relacionadas majoritariamente ao uso preponderante de consumo humano, mas ocorreram também violações relacionadas aos usos de dessedentação animal (Mn), irrigação (U) e recreação (Al, Fe e Mn).

Para as amostras analisadas, as concentrações de Ag, Be, Cd, Co, Hg, Mo, Sb e Se ficaram sempre abaixo do LQ estabelecido no procedimento de validação. As, Ba, Cu, Li, Ni e V não apresentaram violação nas águas subterrâneas nos valores de concentração total, observa-se também a presença ostensiva de Li e Ba em toda a calha do Rio Paraopeba.



O estudo realizado e reportado neste relatório mostrou que das amostras de águas subterrâneas analisadas, 66 % apresentaram algum tipo de violação relacionada as concentrações dos metais e/ou metaloides, dentre esses, 17,2 % relacionadas às violações de Mn, considerando os usos preponderantes de consumo humano e dessedentação animal, 7,9 % relacionadas ao U considerando os usos consumo humano e irrigação. Além disso, 11,8 % relacionada às violações para Al, 25 % relacionada às violações de Fe e 2,6 e 1,3 % relacionadas às violações de Pb e Zn, respectivamente, todas para o uso preponderante de consumo humano. Dessa forma, alguns pontos ao longo da Bacia do Rio Paraopeba ainda permanecem impactados por altas concentrações de Al, Fe e Mn, violando os valores máximos permitidos da resolução CONAMA n° 396 (2008) no uso preponderante consumo humano. As concentrações máximas definidas como VMP na resolução CONAMA n° 396 (2008) para os elementos estão associados às suas características organolépticas.

Dados de literatura têm abordado principalmente a caracterização das águas superficiais da Bacia do Rio Paraopeba, e não subterrânea. Portanto, este relatório, embora seja de uma única coleta, apresenta resultados que contribuem para uma avaliação de caracterização química e direcionamentos claros para a necessidade do monitoramento de todos os tipos de utilização de água subterrânea Bacia do Rio Paraopeba, uma vez que o uso desse tipo de fonte foi intensificado após o rompimento da barragem B1 do córrego do Feijão em Brumadinho.

O monitoramento nas águas subterrâneas da Bacia do Rio Paraopeba contribuiria para uma efetiva avaliação da qualidade das águas de cada uma dessas localidades e da região como um todo. Possivelmente, também viabilizaria o estabelecimento de fontes e rotas de exposição aos metais e metaloides preconizados nas legislações estaduais e federais.

Para ser possível uma atribuição da fonte causadora dessas violações, se de origem natural ou antrópica, um monitoramento incluindo sazonalidade, em conjunto com estudos hidrogeológicos e de razão isotópica, se faz necessário.





8. Referências Bibliográficas

ABAS, Associação Brasileira de Águas Subterrâneas. Águas Subterrâneas O que São? São Paulo - SP. Disponível em: <<https://www.abas.org/aguas-subterraneas-o-que-sao/>>. Acesso em: 29 maio 2021

ALKMIM, F. F., MARSHAK, S., Precambrian Research, 90, 29–58, 1998.

ANA, Agência Nacional de Águas, Guia Nacional de Coleta e Preservação de Amostras: Água, Sedimento, Comunidades Aquáticas e Efluentes Líquidos, Brasília 2011

AZEVEDO, U. R., MACHADO, M. M.M., CASTRO, P. T. A., Geoparque Quadrilátero Ferrífero (MG), Geoparques do Brasil, vol. 1, 184-220, 2012.

BRASIL, Conselho Nacional do Meio Ambiente. Resolução n° 396, de 3 de abril de 2008. Publicada no DOU n° 66, de 7 de abril de 2008, Seção 1, páginas 64-68.

BRASIL, Ministério do Meio Ambiente. Águas Subterrâneas: Um Recurso a Ser Conhecido e Protegido. Brasília-DF, Secretaria de Recursos Hídricos e Ambiente Urbano, 2007.

BRASIL, Portaria GM/MS n° 888, de 4 de maio de 2021, Disponível em: <https://www.in.gov.br/en/web/dou/-/portaria-gm/ms-n-888-de-4-de-maio-de-2021-318461562>. Acesso 29 maio 2021.

CETESB, Companhia Ambiental do Estado de São Paulo. Secretaria de Infraestrutura e Meio Ambiente do Estado de São Paulo. Águas Subterrâneas: poluição das águas subterrâneas. 2021. Disponível em: <https://cetesb.sp.gov.br/aguas-subterraneas/informacoes-basicas/poluicao-das-aguas-subterraneas/>. Acesso 29 maio 2021.

CETESB, Apêndice E - Significado Ambiental e Sanitário das Variáveis de Qualidade das Águas e dos Sedimentos e Metodologias Analíticas e de Amostragem, 2017. <https://cetesb.sp.gov.br/aguasinteriores/wpcontent/uploads/sites/12/2017/11/Ap%C3%AAndice-E-Significado-Ambiental-e-Sanit%C3%A1rio-das-Vari%C3%A1veis-de-Qualidade-2016.pdf>. Acesso 22 maio 2021.

CETESB, Qualidade das águas subterrâneas no estado de São Paulo 2013-2015, Série Relatórios, São Paulo 2016. https://cetesb.sp.gov.br/aguas-subterraneas/wp-content/uploads/sites/13/2013/11/Cetesb_QualidadeAguasSubterraneas2015_Web_20-07.pdf. Acesso 20 junho 2021.

CONAMA, Conselho Nacional do Meio Ambiente, Ministério do Meio Ambiente, <http://conama.mma.gov.br/>, Acesso 15 novembro 2021.

CONAMA, 2008, RESOLUÇÃO CONAMA n° 396, de 3 abril de 2008, <http://pnqa.ana.gov.br/Publicacao/RESOLU%C3%87%C3%83O%20CONAMA%20n%C2%BA%20396.pdf>. Acesso 15 novembro 2021.



CONDÉ, M.S, PENA, S.M., HOMEM, B.G.C. e outros. Revista Eletrônica Nutritime – ISSN 1983-9006, Artigo 260 Volume 11 - Número 04– p. 3547- 3565– Julho/Agosto 2014, Minerais quelatados na nutrição de suínos. Acesso 12 agosto 2021.

CPRM – COMPANHIA DE PESQUISA DE RECURSOS MINERAIS – Superintendência Regional de Belo Horizonte. Regionalização de vazões sub-bacias 40 e 41, Convênio 015/2000 ANEEL – 013/CPRM/2000, Relatório Final. Belo Horizonte, 2001.

DALLA VECCHIA, A.M., RODRIGUES, P. C. H., RIOS, F. J., LADEIRA, A. C. Q., Investigations into Pb isotope signatures in groundwater and sediments in uranium-mineralized area, Manuscript ID: 20160100, DOI: 10.1590/2317-4889201720160100.

DE VICQ, R., MATSCHULLAT, J., LEITE, M. G. P., NALINI JR., H. A., MENDONÇA, F. P. C., Environ. Earth Sci., (2015), DOI 10.1007/s12665-015-4508-2.

DURÃES, M. F., Caracterização e avaliação do estresse hidrológico da Bacia do Rio Paraopeba, por meio de simulação chuva-vazão de cenários atuais e prospectivos de ocupação e uso do solo utilizando um modelo hidrológico distribuído, Mestrado, Programa de Pós-Graduação em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos, UFMG, 2010.

FEAM, Fundação Estadual de Meio Ambiente, <http://feam.br/recuperacao-ambiental-da-bacia-do-rio-paraopeba>, Junho, 2021. Acesso 15 novembro 2021.

FEITOSA, F. A. C. Hidrogeologia: Conceitos e aplicações. 3ª Edição Revisada e Ampliada. Serviço Geológico do Brasil – CPRM, LABHID. Rio de Janeiro. 812 p. 2008.

FREITAS, C. M.; BARCELLOS, C.; ASMUS, C. I. R. F.; DA SILVA, M. A.; XAVIER, D. R. Da Samarco em Mariana à Vale em Brumadinho: desastres em barragens de mineração e Saúde Coletiva. Cad. Saúde Pública, Rio de Janeiro v. 35, n. 5, e00052519, 2019. DOI: <http://dx.doi.org/10.1590/0102-311x00052519>, acesso 2 fevereiro 2021

GOOGLE MAPS, <https://www.google.com/maps/dir/Brumadinho/Pompeu/@-19.6398419,-45.2013093,9z/data=!3m1!4b1!4m13!4m12!1m5!1m1!1s0xa6cdbaf09cbc8d:0x1978fa76715f9eaf!2m2!1d-44.2015777!2d20.1444039!1m5!1m1!1s0x94b2d2bc0d93022f:0xdc6ede019a86bf95!2m2!1d-45.0027443!2d-19.2246879>, acesso 21 maio 2021.

IGAM, Instituto Mineiro das Águas, Avaliação da qualidade da água e sedimentos do Rio Paraopeba, Acompanhamento da Qualidade das Águas do Rio Paraopeba Após 1 ano do Rompimento da Barragem da Mina Córrego Feijão da Mineradora Vale/SA – Brumadinho/MG, 2020.

KUCHENBECKER, M., <http://recursomineralmg.codemge.com.br/substancias-minerais/minerais-energeticos/>, acesso 16 maio 2021.

LAMOUNIER, W.L., CARVALHO, V. L. M., SALGADO, A. A. R., MARENT, B. R., A influência da litologia na distribuição da cobertura vegetal e no uso do solo na Serra



doGandarela, Quadrilátero Ferrífero – MG, Geografias, Belo Horizonte 06(1) 152-165 janeiro-junho de 2010.

LAURINO, B. I.; PRETO, C. T. de J. O.; FERREIRA JUNIOR, C. do P. Análise do acidente em Brumadinho/Minas Gerais: Utilização de rejeitos de barragens na construção civil. Brazilian Journal of Natural Sciences, [S. l.], v. 3, n. 1, p. 231, 2020. DOI: 10.31415/bjns.v3i1.86. Disponível em: <https://bjns.com.br/index.php/BJNS/article/view/86>. Acesso 2 fevereiro 2021.

MATOS, F. e DIAS, R., Espacios. Vol. 32 (4) 2011. Pág. 25.

NEVES, O., MACHETE, I., MARQUES, J. M., DA SILVA, J. A. L., COUTO, F. S., Lítio em águas engarrafadas e de abastecimento público portuguesas, Comunicações Geológicas (2015) 102, Especial I, 103-106.

NÓBREGA, J. A., Apostila do curso em Análise Química – Plasma em Química Analítica e Preparo de Amostras, PPG-Q, DQ/UFSCar, 2001.

NRIAGU, J., NAM, D., AYANWOLA, T. A., DINH, H., ERDENECHIMEG, E., OCHIR, C., BOLORMAA, T., High levels of uranium in groundwater of Ulaanbaatar, Mongolia, Science of the Total Environment 414 (2012) 722–726.

PINHEIRO, V. B. Calibração de um modelo chuva-vazão em bacias sem monitoramento fluviométrico a partir de curvas de permanência sintéticas. 2009. 271 p. Dissertação (Mestrado em Saneamento, Meio Ambiente e Recursos Hídricos) – Universidade Federal de Minas Gerais, Belo Horizonte, 2009.

QUEIROZ, H.M., YING, S.C., ABERNATH, M., BARCELLOS, D., et al., Manganese: The overlooked contaminant in the world largest mine tailings dam collapse, Environ. International, 146 (2021) 106284.

REI, F., LIGUORI, C.; LEVY, D. R., Brumadinho: Da ciência à realidade. 1ª ed. São Paulo - SP. LiberArs, 2020. 166 p.

SES-MG, 2021, Secretaria do Estado da Saúde de Minas Gerais, Governo de Minas Gerais, Boletim Informativo - Qualidade da água para consumo humano e soluções alternativas de abastecimento em municípios atingidos pelo desastre da Vale S.A. em Brumadinho, Minas Gerais (2019 – 2020). <https://saude.mg.gov.br/cidadao/banco-de-noticias/story/14145-boletim-informativo-brumadinho?layout=print>. Acesso, 15 agosto 2021.

STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTEWATER, Part 3000 – Metals, American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation, 1999.

SZIKSZAY, M., Geoquímica das águas, Revista USP, SP, 1993, <https://www.revistas.usp.br>, acesso 16 maio 2021

THOMAS, R. A., Beginner's Guide to ICP-MS. Spectroscopy, 16 (4), p. 38-54, 2001.





Anexo I – Resposta aos quesitos formulados pelas partes

I.1 – Resposta aos quesitos formulados pela Advocacia Geral do Estado de Minas Gerais (documento id 112356261 de 17 de abril de 2020)

1. Considerando que já foi demandado à Vale S.A. o estudo de background natural da região com delimitação dos diferentes tipos de aquíferos existentes na bacia, objetivando a caracterização hidrogeológica e hidroquímica natural, e o consequente diagnóstico dos possíveis impactos ambientais ocasionados pelo rompimento da Barragem B1 da Mina Córrego do Feijão nas águas subterrâneas, recomenda-se ao ilustre Perito Oficial sejam esses resultados compatibilizados com os resultados obtidos pela Chamada.

R. Os documentos citados acima não foram disponibilizados para comparação. As informações referentes ao estudo de background e caracterização hidrogeológica e hidroquímica foram obtidos da literatura e são listados abaixo.

- Fernando F. Alkmim, Stephen Marshak, Precambrian Research, 90 (1998) 29–58.
- Úrsula Ruchkys de Azevedo et al., GEOPARQUE QUADRILÁTERO FERRÍFERO (MG), <https://rigeo.cprm.gov.br/xmlui/handle/doc/17149>, acesso 20/06/2021.
- Raphael de Vicq, Jorg Matschullat, Mariangela Garcia P. Leite et al., Environ. Earth Sci., (2015), DOI 10.1007/s12665-015-4508-2.

2. Recomenda-se ao ilustre Perito Oficial considerar em seu trabalho a Resolução CONAMA nº 396/2008 e a Portaria de Consolidação nº 05/2017 do Ministério da Saúde.

R. As recomendações foram atendidas. Foi considerada a Portaria GM/MS nº 888, de 4 de maio de 2021, que altera o Anexo XX da Portaria de Consolidação 05/2017.

3. O laboratório que irá realizar as análises químicas de metais e metaloides tóxicos possui acreditação INMETRO?

R. O laboratório onde foram realizadas as análises está em fase de implantação do sistema de gestão da qualidade para acreditação segundo a norma ABNT NBR ISO/IEC 17025 pela CGCRE do INMETRO.

4. Quais parâmetros de qualidade de água para caracterização hidrogeológica dos sistemas aquíferos e análise de background natural da região serão utilizados?



R. O objetivo do Subprojeto é de avaliação da caracterização química das águas subterrâneas de poços ou cisternas outorgadas ou em processo de outorga pelo IGAM, com relação as concentrações de metais e metaloides apresentadas na resolução CONAMA n° 396 (2008) e pela Portaria GM/MS n° 888, de 4 de maio de 2021, que altera o Anexo XX da Portaria de Consolidação 05/2017. Isso não inclui uma avaliação sistemática de caracterização hidrogeológica dos sistemas aquíferos e análise de *background* natural da região.

5. Considerando a preocupação com a potabilidade e o aumento de consumo humano das águas subterrâneas pós-rompimento da Barragem B1 da Vale S.A., recomenda-se ao ilustre Perito Oficial que as análises sejam avaliadas de acordo com a Portaria de Consolidação n° 05/2017 do Ministério da Saúde.

R. A recomendação foi atendida

6. Será avaliado o fluxo das águas subterrâneas?

R. Os objetivos do subprojeto não incluem avaliação de parâmetros de fluxo das águas subterrâneas.

7. Como será determinada a rota geoquímica dos parâmetros analisados?

R. O objetivo do Subprojeto é de avaliação da caracterização química das águas subterrâneas de poços ou cisternas outorgadas ou em processo de outorga pelo IGAM, com relação as concentrações de metais e metaloides apresentadas na resolução CONAMA n° 396 (2008) e pela Portaria GM/MS n° 888, de 4 de maio de 2021, que altera o Anexo XX da Portaria de Consolidação 05/2017. Isso não inclui uma avaliação sistemática de caracterização hidrogeológica dos sistemas aquíferos da região, o que seria necessário para a determinação da rota geoquímica dos parâmetros analisados.

8. Haverá distinção entre a distribuição dos parâmetros analisados provenientes do rejeito e das características naturais da geologia da região?

R. O objetivo do Subprojeto é de avaliação da caracterização química das águas subterrâneas de poços ou cisternas outorgadas ou em processo de outorga pelo IGAM, com relação as concentrações de metais e metaloides apresentadas na resolução CONAMA n° 396 (2008) e pela Portaria GM/MS n° 888, de 4 de maio de 2021, que altera o Anexo XX da Portaria de Consolidação 05/2017. Isso não inclui uma avaliação sistemática de caracterização hidrogeológica dos sistemas aquíferos e análise de *background* natural da região.



9. Como será estipulada a rota geoquímica da pluma de contaminação nas águas subterrâneas e diferenciada dos pontos em que há naturalmente concentrações elevadas de Fe, Mn e Al, de forma que estas últimas não oblitarem a rota da contaminação ocasionada pelos rejeitos do rompimento da Barragem B1?

R. O objetivo do Subprojeto é de avaliação da caracterização química das águas subterrâneas de poços ou cisternas outorgadas ou em processo de outorga pelo IGAM, com relação as concentrações de metais e metaloides apresentadas na resolução CONAMA n° 396 (2008) e pela Portaria GM/MS n° 888, de 4 de maio de 2021, que altera o Anexo XX da Portaria de Consolidação 05/2017. Isso não inclui uma avaliação sistemática de caracterização hidrogeológica dos sistemas aquíferos e análise de *background* natural da região.

10. Como será tratada a diferença de análise das águas coletadas em período chuvoso ou seco?

R. Como foi realizada somente uma coleta de amostra, originalmente prevista no Subprojeto 10+13, no período compreendido entre 25/01/2021 a 11/03/2021, não foi feita essa distinção.

Fundação Estadual do Meio Ambiente - FEAM

1. Considerando que já foi demandada à Vale S.A. a realização de uma avaliação de risco à saúde humana, com base na metodologia da US.EPA, visando o diagnóstico dos impactos ambientais ocasionados pelo rompimento da Barragem B1 da Mina Córrego do Feijão, a avaliação dos potenciais riscos de estressores químicos à saúde humana e a definição de estratégias para a proteção à saúde humana e reabilitação do meio ambiente, a ser desenvolvido nos moldes do método GAISMA (Gestão Ambiental Integrada para Saúde e Meio Ambiente), que prevê, para fins de diagnóstico ambiental, a coleta de amostras das matrizes ambientais solo, sedimento, água superficial, água subterrânea, poeira e alimentos, sendo as análises químicas realizadas por empresa acreditada pelo INMETRO, recomenda-se ao ilustre Perito Oficial compatibilizar os resultados obtidos pela Chamada.

R. O objetivo do Subprojeto é de avaliação da caracterização química das águas subterrâneas de poços ou cisternas outorgadas ou em processo de outorga pelo IGAM, com relação as concentrações de metais e metaloides apresentadas na resolução CONAMA n° 396 (2008) e pela Portaria GM/MS n° 888, de 4 de maio de 2021, que altera o Anexo XX da Portaria de Consolidação 05/2017. Os dados aqui gerados poderão ser utilizados também em outros estudos, guardadas as



possibilidades de comparação de planos de amostragem, período de coleta, analitos determinados e outros.

2. Recomenda-se ao ilustre Perito Oficial que os procedimentos para a avaliação de água subterrânea sigam o estabelecido nas legislações nacional – Resolução CONAMA nº 420/2009 e estadual – Deliberação Normativa Conjunta COPAM/CERH nº 02/2010.

R. Uma vez que a CONAMA nº 420 refere-se a gestão de áreas contaminadas, no caso, a avaliação da água subterrânea é justamente de águas sob área classificada como contaminada ou sob investigação, quando o uso da água subterrânea é em geral interrompido até que seja avaliada a qualidade da água. Entende-se que, no caso em estudo, que ocorreu justamente o aumento do uso das águas subterrâneas, para fins de consumo humano, irrigação e dessedentação animal, sob o pressuposto de que estas são menos impactadas do que as superficiais, a legislação mais adequada de ser utilizada seja a resolução CONAMA nº 396 (2008) e a portaria GM-MS nº 888, de 4 de maio de 2021, que substitui a portaria de Consolidação nº 05/2017 do Ministério da Saúde.

3. Considerando o disposto na Resolução CONAMA nº 420/2009 e na Deliberação Normativa Conjunta COPAM/CERH nº 02/2010, os procedimentos para realização de estudos irão considerar as normas ABNT/CEE 68 da Comissão de Estudo Especial de Avaliação da Qualidade do Solo e Água para Levantamento de Passivo Ambiental e Análise de Risco à Saúde Humana?

R. As referidas portarias não foram consideradas na discussão dos resultados, por não fazerem parte dos objetivos propostos neste Subprojeto, mas poderão ser considerados caso se avalie como pertinente em trabalhos futuros.

4. Os procedimentos de coleta e análise serão desenvolvidos por empresa ou laboratório acreditado pelo INMETRO ou cadastrado na Rede Metrológica de Minas Gerais conforme Deliberação Normativa COPAM nº 216/2017?

R. O laboratório onde foram realizadas as análises está em fase de implantação do sistema de qualidade para acreditação INMETRO.

Secretaria de Estado de Saúde - SES

1. Recomenda-se ao ilustre Perito Oficial considerar em seu trabalho a Resolução CONAMA nº 396 (2008)?

R. Sim, a recomendação foi aceita.



2. Estão sendo considerados os critérios e parâmetros estabelecidos na portaria vigente de potabilidade da água para consumo humano no Anexo XX da Portaria de Consolidação nº 05/2017 do Ministério da Saúde?

R. Sim, foi considerada a Portaria GM/MS nº 888, de 4 de maio de 2021, que altera o Anexo XX da Portaria de Consolidação 05/2017.

3. Estão sendo considerados os parâmetros microbiológicos (coliformes totais e E. coli), parâmetros organolépticos (alumínio, ferro, manganês, zinco, cor aparente e turbidez) e substâncias químicas que representam riscos à saúde (antimônio, arsênio, bário, cádmio, chumbo, cobre, cromo, mercúrio, níquel e selênio)?

R. Com exceção dos parâmetros coliformes fecais, cor aparente e turbidez, que foram avaliados no Subprojeto 10+13, todos os demais parâmetros foram considerados neste subprojeto.

4. Como compatibilizar os poços com coleta prevista pela Chamada com plano de amostragem que definiu pontos situados até 100 metros da calha do rio Paraopeba, nos municípios a jusante do ponto de confluência entre o ribeirão Ferro-Carvão e o rio Paraopeba, em Brumadinho/MG, até o município de Três Marias, considerando as características de baixa mobilidade dos contaminantes presentes no rejeito?

R. O objetivo do Subprojeto foi a avaliação da caracterização química das águas subterrâneas de poços ou cisternas outorgadas ou em processo de outorga pelo IGAM, com relação as concentrações de metais e metaloides apresentadas na resolução CONAMA nº 396 (2008) e a Portaria GM/MS nº 888, de 4 de maio de 2021, que altera o Anexo XX da Portaria de Consolidação 05/2017. A única relação direta que as informações obtidas no subprojeto guardam com o evento do rompimento da barragem é o aumento da demanda de uso de água subterrânea e, portanto, a necessidade de avaliação das características dessas águas.

5. Como compatibilizar os 147 poços com coleta prevista com os 97 poços que já estão passando por análise quinzenal, listados em documento anexo?

R. Os dados obtidos neste subprojeto foram comparados com os apresentados no Boletim Informativo SES-MG de janeiro de 2021. Ressalta-se novamente, que os pontos amostrais e a distância da margem do rio foram diferentes. Porém, o perfil de violação foi similar, com o Fe sendo o elemento que sofreu maior violação.



I.2 – Resposta aos quesitos formulados pelo Ministério Público do Estado de Minas Gerais (documento id 116369459 de 19 de maio de 2020)

1. Pede-se esclarecer como se dará a complementaridade do escopo proposto na Chamada de Projeto 16 com o projeto de Monitoramento já em desenvolvimento pela Vale, Arcadis, e pelos laboratórios Bioagri e SGS, de forma a garantir que não há a sobreposição dos dois projetos.

R. O objetivo da Chamada 16 foi a determinação de metais e metaloides em água subterrânea. Quando pertinente serão utilizados os arquivos disponíveis no processo em juízo, para minimizar sobreposição de projetos. Importante ressaltar que, para uma avaliação ambiental abrangente e consistente, monitoramentos independentes são não apenas desejáveis como muito importantes de serem elaborados.

2. Pede-se esclarecer a metodologia que será utilizada no programa para estabelecer o nexso causal entre os resultados obtidos durante as campanhas e o rompimento das barragens B-I, B-IV e B-IV A.

R. O objetivo da Chamada 16 foi a determinação de metais e metaloides em água subterrânea de poços outorgados e em processos de outorga pelo IGAM, da Bacia do Rio Paraopeba. Foram obtidos resultados iniciais que servirão de subsídio para outras chamadas, com adição de informações mais robustas, como monitoramento sazonal, hidrogeológico e estudos de razão isotópica, em função de algumas violações.

3. Pede-se esclarecer como se dará a interação com o IGAM e a ANA para a execução do projeto.

R. O IGAM forneceu a listagem de localidades com poços e/ou cisternas outorgados ou em processo de outorga; no caso da ANA não houve interação.

4. Pede-se esclarecer como se dará a consideração dos dados já produzidos e a serem produzidos pela Vale no âmbito do Plano de Monitoramento de Qualidade de Água Subterrânea, tendo em vista a abrangência e aprofundamento técnico do Plano de Trabalho proposto pela Vale.

R. Os arquivos já disponibilizados foram consultados e a atualização dos dados do monitoramento proposto pela Vale será requisitada ao Juiz.

5. Pede-se esclarecer para qual agência será feita a transferência de propriedade dos dados que serão gerados ao longo do projeto.

R. Os dados serão entregues ao juízo e disponibilizados na Plataforma Brumadinho, assim que autorizada a sua publicidade pelo juízo.



6. Pede-se esclarecer com o se dará a consideração dos grupos de parâmetros que possam estar relacionados ao rejeito extravasado das referidas barragens.

R. O objetivo do Subprojeto foi a determinação de metais e metaloides na água subterrânea de poços ou cisternas outorgadas ou em processo de outorga pelo IGAM, ao longo do Rio Paraopeba. Os valores máximos permitidos foram avaliados de acordo com a resolução CONAMA n° 396 (2008) e a Portaria de Consolidação GM/MS n° 888/2021 do Ministério da Saúde. A única relação direta que as informações obtidas no subprojeto guardam com o evento do rompimento da barragem é o aumento da demanda de uso de água subterrânea e, portanto, a necessidade de avaliação das características dessas águas.

7. Pede-se detalhar o dimensionamento das equipes de laboratório, análise, avaliação e emissão de relatórios para o cumprimento do prazo apresentado de 6,5 (seis e meia) semanas

R. Em função da pandemia do novo coronavírus este prazo não foi cumprido. Foi necessário realizar um pedido de prorrogação. Além disso, o equipamento utilizado para a quantificação dos metais e metaloides, o ICP-MS, passou por várias intervenções técnicas, atrasando ainda mais a emissão final dos resultados.



I.3 – Resposta aos quesitos formulados pela Defensoria Pública do Estado de Minas Gerais (documento id 120005501 de 15 de junho de 2020)

1. Tendo em vista a urgência das pessoas atingidas 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?

R. A pandemia do novo coronavírus foi decisiva para o atraso dos prazos inicialmente estabelecidos.

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?

R. O objetivo da Chamada 16 foi a determinação de metais e metaloides em água subterrânea de poços outorgados e em processos de outorga pelo IGAM, da Bacia do Rio Paraopeba. Os pontos de coleta se estenderam pela Bacia do Rio Paraopeba, de Brumadinho até Felixlândia. Foram obtidos resultados iniciais que servirão de subsídio para outras chamadas, com adição de informações mais robustas, como monitoramento sazonal das análises, hidrogeológicas e estudos de razão isotópica, em função de algumas violações.

3. Como a determinação de metais e metaloides em amostras de água subterrânea da Bacia hidrográfica do rio Paraopeba será modelada e integrada a outras variações de qualidade e quantidade também analisadas por outras chamadas propostas pelo perito?

R. Neste Subprojeto foram obtidos resultados iniciais que servirão de subsídio para outros subprojetos de pesquisa. Destaca-se a importância da necessidade de mais informações, como monitoramento sazonal de maior número de pontos amostrais, estudos hidrogeológicos e de razão isotópica. Também poderão ser consultados para discussão de resultados de outros Subprojetos, que trabalharam com determinação dos mesmos analitos em matrizes diversas ambientais e da biota.



4. Como serão dimensionadas as possibilidades e riscos atuais e futuros de contaminação por metais e metaloides para os sistemas ecológicos e seus impactos para os diferentes usos das águas?

R. Os resultados obtidos na chamada 16 são relativos a uma única coleta, realizada no período de 25/01 a 11/03 de 2021. Os dados podem ser utilizados como indicativos para continuidade de estudos mais aprofundados, ou ainda em conjunto com outros dados, para avaliação de risco ecológico e da saúde humana. O atendimento à demanda emergencial de avaliação da qualidade das águas subterrâneas, que aumentou muito após o rompimento da Barragem do Córrego do Feijão, é o principal objetivo deste Subprojeto.

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 lânticos do reservatório de Retiro Baixo e de Três Marias?

R. O objetivo da Chamada 16 foi a determinação de metais e metaloides em água subterrânea de poços outorgados e em processos de outorga pelo IGAM, da Bacia do Rio Paraopeba. Foram obtidos resultados iniciais que servirão de subsídio para outros subprojetos de pesquisa. Destaca-se a importância da necessidade de mais informações, como monitoramento sazonal de maior número de pontos amostrais, estudos hidrogeológicos e de razão isotópica. Também poderão ser consultados para discussão de resultados de outros Subprojetos, que trabalharam com determinação dos mesmos analitos em matrizes diversas ambientais e da biota. Esses novos estudos poderão subsidiar modelos de etapas de ciclos biogeoquímicos que incluam os reservatórios mencionados.

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?

R. Os dados obtidos no subprojeto 16 foram avaliados considerando a resolução CONAMA 396 e a portaria GM/MS n° 888 de 04 maio de 2021 para uma única amostragem. Para um estudo de mais abrangente sobre saúde humana faz-se necessário um monitoramento prolongado, possibilitando estudos sazonais e ainda um maior número de amostras, incluindo mais propriedades rurais e os produtos agropecuários produzidos nelas.

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 da

barragem? Há algum risco de contaminação para a população que se utiliza dessa água?

R. Considerando que os resultados aqui obtidos mostraram violações, segundo resolução CONAMA 396 e a portaria GM/MS nº 888 de 04 maio de 202, tanto de parâmetros considerados organolépticos como parâmetros relacionados a toxicidade (Pb, Zn, Mn, U), para consumo humano e outros fins, recomenda-se a continuidade do monitoramento dessas águas para que um planejamento de uso de tecnologias de remoção desses contaminantes possam ser estabelecidas.



I.4 – Resposta aos quesitos formulados pela Vale S. A. (documento id 113859831 de 4 de maio de 2020)

1. Queira o Sr. Perito esclarecer se a avaliação da “rota de exposição e potabilidade das águas subterrâneas com relação a metais e metaloides da Norma CONAMA 396” a ser realizada considerará as ações que se encontram em desenvolvimento pela VALE, com a participação da Secretaria de Saúde do Estado de Minas Gerais, por meio das quais são realizadas amostras mensais de poços situados ao longo da bacia, de modo a evitar a sobreposição de escopos e dados;

R. A realização de monitoramentos independentes é desejável e relevante para avaliações ambientais consistentes. A Chamada 16 realizou a determinação de metais e metaloides em água subterrânea de poços outorgados da Bacia do rio Paraopeba, de uma única coleta. Nesta chamada foram obtidas informações iniciais que poderão ser utilizados como subsídio para o planejamento de outras chamadas, com adição de informações mais robustas, como monitoramento sazonal e ainda considerando-se a hidrogeoquímica e estudos de razão isotópica, das não conformidades encontradas.

2. Queira o Sr. Perito se utilizar em suas análises de laboratórios devidamente acreditados, conforme NBR 17.025, tendo em vista que todos os levantamentos a serem realizados pela UFMG, conforme determinado por esse MM. Juízo, devem contar com o mais elevado grau de credibilidade, de modo que, efetivamente, possa cumprir a finalidade à qual se destinam;

Caso negativo, queira o Sr. Perito esclarecer como se dará a confiabilidade do resultado final das análises, se os laboratórios utilizados não são acreditados;

R. Os laboratórios onde foram realizadas as análises (Centro de Referência Ambiental-UFMG) possui um sistema de gestão de qualidade e as adequações da documentação para atender os quesitos das normas de qualidade NBR ISO 17025 esteve sendo feita durante todo o projeto.

3. Queira o Sr. Perito esclarecer por qual razão a equipe técnica eleita para este trabalho - avaliação de rota de exposição e potabilidade das águas subterrâneas – é composta exclusivamente por químicos e farmacêuticos, sem a presença de pesquisador que tenha conhecimento do meio físico, notadamente em relação à geologia, hidrogeologia e geoquímica;

R. O objetivo da Chamada 16 foi a determinação de metais e metaloides em água subterrânea de poços outorgados e em processos de outorga pelo IGAM, da Bacia do Rio Paraopeba. Os pontos de coleta se estenderam pela Bacia do Rio Paraopeba, de Brumadinho até Felixlândia. O aumento do uso da água subterrânea da região para



diversos fins após o rompimento da Barragem do Córrego do Feijão justifica a atenção com a qualidade dessa água e portanto estudos mais aprofundados com equipes interdisciplinares ou multidisciplinares seria uma etapa posterior a este subprojeto.

4. Queira o Sr. Perito apresentar uma análise dos dados estatísticos, a luz do conhecimento do meio físico, incluindo disciplinas de geologia, hidrogeologia e geoquímica;

R. Para o tratamento de dados foram aplicadas ferramentas de classificação não supervisionadas, como a análise de componentes principal (PCA), considerando o resultado das concentrações dos metais e metalóides na fração total e alguns parâmetros físico-químicos do Subprojeto de coleta (Subprojeto 10+13). Foram selecionadas 9 componentes principais, que possuem autovalor maior do que 1 e explicaram 90,93 % da variância total dos dados. De forma geral, as variâncias das componentes principais foram baixas, demonstrando a baixa correlação entre as amostras, ou seja, as concentrações dos elementos são bem distintas ao longo da calha do Rio Paraopeba. Ou seja, as amostras analisadas se mostraram bastante distintas entre si, com algumas claramente discrepantes das demais. Na Figura 15 do relatório, observa-se que as amostras A003, A024, A105 e A132 apresentaram maior contribuição na PC1, frente as demais amostras de águas subterrâneas. Estas amostras possuem as maiores concentrações de Al, Co, Cr, Fe, Li, Mn, Na, Ni e V em comparação com as outras amostras.

5. Queira o Sr. Perito identificar e caracterizar a área e ambientes de estudo, na qual foram coletadas ou consideradas as amostras, incluindo áreas de controle, fora da área impactada;

R. Este subprojeto não ficou responsável pela coleta de amostras e sim pela quantificação dos metais e metalóides por ICP-MS e ICP OES.

6. Queira o Sr. Perito identificar os eventuais impactos diretos causados pelos rejeitos na água subterrânea da Bacia do Rio Paraopeba, considerando dados pretéritos sobre a situação imediatamente anterior, ou, na ausência destes, dados de áreas controle;

R. Os únicos dados pretéritos encontrados e aqui discutidos foram os divulgados pela Secretaria de Estado de Saúde de Minas Gerais no Boletim Informativo sobre a qualidade da água para consumo humano e soluções alternativas de abastecimento em municípios atingidos pelo desastre da Vale S.A. em Brumadinho, Minas Gerais (2019-2020) [SES-MG, 2021], após monitoramento por quase dois anos na Bacia do Rio Paraopeba. Esse Boletim mostrou como principais violações na Bacia, Al, Fe, Mn e turbidez, como parâmetros organolépticos e Ba e Pb, como metais potencialmente tóxicos à saúde. Cabe ressaltar que, os pontos de coleta do monitoramento estavam



localizados a 100 m de distância da calha do Rio Paraopeba e não são os mesmos deste relatório. Apesar disso, os resultados obtidos com este Subprojeto e o Boletim quanto aos parâmetros organolépticos foram bastante semelhantes. Neste Subprojeto, Al, Fe e Mn estão violando os VMP da portaria de potabilidade em várias regiões da Bacia. No Boletim, as maiores violações ocorreram para Fe, somaram 25 % do total de dados. Vale destacar que as violações de Al e Fe conferem às águas subterrâneas sabor desagradável, de difícil palatabilidade, tornando seu consumo inadequado.

Anexo II – Relatório Financeiro Fundep

O relatório financeiro da Fundep será anexado ao final deste arquivo, logo após o Anexo V, devido ao vasto número de páginas.



Projeto **Brumadinho UFMG**

Anexo III – Tabela com identificação das amostras, ponto de coletas e características físico-químicas

A Tabela abaixo foi extraído relatório de coleta intitulado “Coleta de amostras de água subterrânea”, Subprojeto 10+13.

Tabela 1. Localização dos pontos de coletas e parâmetros físico-químicos

Amostr a	Localidade	Tipo de Poço (origem)	Distânci a	Profu n	Diâ m	Vazã o	Temp. ar/ °C	Temp. °C	pH	Condut uS/cm	STD/ mg/L	Turb /NT U	Col totais	E. Coli
A123	Brumadinho	Poço com bomba	689	178	150	16,56	25,3	23,2	5,59	44	22	2,9	<1	<1
A113	Brumadinho	Poço com bomba	636	150	150	20,16	31,37	24,63	6,29	70,2	35,1	0,7	3,1	<1
A040	Brumadinho	Poço com bomba	229	66	150	4	33,2	24,28	6,22	140,6	70,3	15,7	2	<1
A124	Brumadinho	Poço com bomba	143	NCS	NCS	NCS	26,52	22,89	6,2	54	27	2,2	6,3	<1
A020	Brumadinho	Poço com bomba	126	NC	NC	1	33,62	26,25	7,31	112,2	56,1	0,0	<1	<1
A114	Brumadinho	Poço com bomba	860	142	150	8,89	30,91	24,71	5,78	47,1	23,5	0,2	<1	<1
A037	Brumadinho	Poço com bomba	781	70	150	5	34,9 °C	24,3 °C	6,05	55,5	27,8	0,3	<1	<1
A025	Brumadinho	Poço com bomba	175	150	150	7,4	36,26	22,82	6,81	105,2	52,5	5,1	3,1	<1
A024	Brumadinho	Poço com bomba	787	150	100	2	33,98	23	6,47	80,9	40,5	5,0	<1	<1
A041	Brumadinho	Poço com bomba	306	70	150	2,5	26,95	22,43	5,7	22,1	11	1,7	<1	<1
A022	Mário Campos	Poço com bomba	705	NC	NC	1	35,9	29,52	7,14	160,5	80,2	0,6	<1	<1
A117	Mário Campos	Cisterna	666	NC	NC	1	31,18	24,96	5,12	172,6	86,3	4,1	1414	<1
A006	Betim	Poço com bomba	626	NC	NC	0,9	32,37	26,14	6,14	32,5	16,3	5,9	<1	<1
A019	Betim	Poço com bomba	10	120	6	0,6	32,93	25,11	7,06	95,8	47,9	2,6	<1	<1
A018	Betim	Poço com bomba	347	80	150	2	34,08	23,77	6,91	63,5	31,7	3,2	*	*



Projeto Brumadinho UFMG

A021	S. J. de Bicas	Poço com bomba	874	NCS	NCS	NCS	29,7	24,83	4,93	9,7	4,9	2,2	1	<1
A086	Betim	Poço com bomba	219	78	150	2,4	31,85	25	6,71	82,6	41,3	0,3	144	<1
A017	S. J. de Bicas	Poço com bomba	240	63	150	5,2	30,1	25,65	6,52	86	43,1	1,4	3,1	<1
A085	S. J. de Bicas	Poço com bomba	900	NC	NC	1	41,14	27,81	6,48	96	48	7,4	1120	2
A098	S. J. de Bicas	Poço com bomba	188	180	150	2	24,3	23,8	7,01	92,2	46,1	0,0	<1	<1
A115	Igarapé	Cisterna	329	NCS	NCS	NCS	36,99	23,06	6,08	146	73	44,3	>2420	>2420
A083	Betim	Poço com bomba	626	150	152,4	2,9	37,61	27,16	6,85	129,8	64,9	5,7	<1	<1
A099	Juatuba	Poço com bomba	305	NC	NC	7,2	24,9	23,6	6,59	130,4	65,2	48,6	>2420	613
A100	Juatuba	Poço com bomba	628	NC	NC	0,5	24,4	23	7,15	188,2	94,1	1,4	90,5	<1
A005	Betim	Poço com bomba	489	102	23,87	5	32,94	23,43	6,46	100,7	50,4	3,1	<1	<1
A101	Juatuba	Poço com bomba	662	NCS	NCS	NCS	24,7	24,7	5,95	148,5	74,3	0,3	82	13,2
A102	Juatuba	Poço com bomba	36	100	150	7,6	24,7	23,7	6,49	113,9	57	0,6	<1	<1
A003	Betim	Cisterna	725	NCS	NCS	NCS	34,33	25,6	5,93	14,1	7	864,0	1203	<1
A030	Juatuba	Poço com bomba	187	80	152	3,28	32,6	23,5	7,35	183,6	91,3	2,4	2	<1
A031	Juatuba	Poço com bomba	217	NC	NC	14	33,6	24,6	6,32	226,9	113,8	0,7	5,2	<1
A029	Juatuba	Poço com bomba	883	NCS	NCS	NCS	29,5	24,5	6,24	61	30,5	4,4	3	<1
A078	Esmeraldas	Poço com bomba	865	NCS	NCS	NCS	28,35	24,51	6,05	86,2	43,1	22,9	*	*
A079	Esmeraldas	Poço com bomba	487	NCS	NCS	NCS	29,2	25,05	6,31	63,5	31,7	10,8	*	*
A053	Esmeraldas	Poço com bomba	924	NC	NC	0,72	23,6	24,3	6,18	89,1	44,5	23,6	1046	1
A054	Esmeraldas	Poço com bomba	370	NC	NC	1,5	25	24,03	6,71	156,4	78,2	36,7	816	10,8



Projeto Brumadinho UFMG

A080	Esmeraldas	Poço com Bomba	221	NCS	NCS	NCS	31,59	24,54	6,06	69,1	34,5	0,3	<1	<1
A081	Esmeraldas	Poço com bomba	150	NCS	NCS	NCS	27,2	24,02	6,42	121	60,4	23,6	1	<1
A033	Florestal	Poço com bomba	804	NC	NC	2	30,41	23,88	6,18	95,4	47,7	3,6	102	<1
A034	Florestal	Poço com bomba	782	NC	NC	1,5	28,82	25,03	6,54	93,2	46,6	2,3	104	7,3
A048	Esmeraldas	Poço com bomba	209	100	27	12	24,8	23,3	6,41	100	50,1	0,6	96	<1
A035	Pará de Minas	Poço com bomba	923	NC	NC	0,41	31,48	25,62	6,45	80	40	6,7	261	<1
A036	Pará de Minas	Cisterna	792	NC	NC	0,9	28,9	23,04	6,5	69,4	34,7	2,0	>2420	<1
A118	Pará de Minas	Poço com bomba	488	NCS	NCS	NCS	25	26	6,2	220,1	110	1,5	4,1	<1
A049	Esmeraldas	Poço com bomba	199	NC	NC	0,5	24,61	24,15	6,8	190,6	95,3	5,0	225	<1
A058	Esmeraldas	Poço com bomba	40	NCS	NCS	NCS	27,47	23,88	5,97	61,5	30,7	9,2	345	4,1
A050	Esmeraldas	Poço com bomba	855	NC	NC	0,95	25,85	23,91	6,51	72,6	36,3	0,6	<1	<1
A119	Pará de Minas	Nascente	440	NCS	NCS	NCS	28,37	25,51	5,53	29,3	14,6	4,1	>2420	46,4
A060	S. J. da Varginha	Poço com bomba	464	NC	NC	0,9	31,39	26,15	5,82	47,8	23,9	0,0	201	8,6
A061	S. J. da Varginha	Poço com bomba	402	NC	NC	0,9	31,54	26,3	6,7	107,6	53,5	110,0	<1	<1
A059	Esmeraldas	Poço com bomba	146	NCS	NCS	NCS	34,51	24,78	6,3	67,1	33,6	106,0	71,2	<1
A065	S. J. da Varginha	Cisterna com bomba	852	NC	NC	2	30,77	24,13	6,11	60,2	30,1	9,2	Clorada	clorada
A120	Fortuna	Poço com bomba	201	NCS	NCS	NCS	24,3	24,8	5,62	48,4	24,2	3,1	1	<1
A070	Fortuna	Cisterna com bomba	935	NC	NC	1	26,19	26,31	6,46	89,6	44,8	125,0	>2420	1986



Projeto Brumadinho UFMG

A062	S. J. da Varginha	Poço com bomba	405	NC	NC	0,9	25,81	25,19	6,33	78,2	39,1	0,3	816	<1
A043	Pequi	Cisterna com bomba	582	18	1200	0,33	31,22	26,15	6,35	51,7	25,9	2,2	<1	<1
A042	Pequi	Poço com bomba	973	NC	NC	2,2	34,24	24,68	6,2	75,1	37,7	30,1	77,6	8,4
A128	Pequi	Poço com bomba	1000	NC	NC	0,26	29,12	25,79	6,24	84,8	42,4	7,0	<1	<1
A077	Paraopeba	Cisterna com bomba	120	NC	NC	0,3	29,64	24,24	5,07	31	14,6	7,3	>2420	238
A074	Paraopeba	Cisterna com bomba	485	NCS	NCS	NCS	27,76	24,92	5,81	103,4	51,7	4,7	>2420	>2420
A075	Paraopeba	Cisterna com bomba	455	NC	NC	0,5	26,76	23,45	6,68	146,9	73,6	28,7	2420	33,2
A071	Papagaios	Cisterna	670	NCS	NCS	NCS	24,2	24,94	5,25	20,7	10,3	5,7	461	<1
A103	Curvelo	Poço com bomba	552	60	24	6	28,59	25,39	7,17	228,7	114,4	0,0	3,1	<1
A105	Curvelo	Poço com bomba	155	NCS	NCS	NCS	26,14	25,83	7,02	309	154	12,8	7,5	<1
A104	Curvelo	Cisterna	80	NC	NC	1,8	28,42	24,66	5,8	59,7	29,9	1,2	>2420	66,3
A130	Curvelo	Poço com bomba	1480	NCS	NCS	NCS	23,82	25,51	6,87	204,2	102,1	0,1	3,1	<1
A129	Curvelo	Poço com bomba	206	NCS	NCS	NCS	26,87	25,7	6,97	133,7	66,9	0,7	17,3	1
A107	Curvelo	Poço com bomba	260	NC	NC	0,45	25,12	24,38	6,33	90,8	45,5	1,9	>2420	16
A108D	Curvelo	Poço com bomba	250	NC	NC	0,45	25,12	24,69	5,29	25	12,5	0,7	461	<1
A106	Curvelo	Poço com bomba	119	42	150	12,96	27,73	25,15	7,2	240,5	120,4	0,0	1	<1
A133	Pompéu	Poço com bomba	698	NCS	NCS	NCS	27,32	27,1	7,27	336	168	0,2	488	3,1
A134D	Pompéu	Poço com bomba	712	NCS	NCS	NCS	29,12	25,81	7,25	371	186	12,7	2	<1
A110	Pompéu	Poço com bomba	273	NCS	NCS	NCS	33,49	28,44	6,7	296,9	148,4	0,4	41,4	<1



Projeto **Brumadinho UFMG**

A109D	Pompéu	Poço com bomba	275	NCS	NCS	NCS	33,23	28,09	6,93	307	154	0,3	<1	<1
A132D	Pompéu	Poço com bomba	305	150	15	10	31,34	29,3	9,34	351	176	4,1	7,5	<1
A111	Pompéu	Poço com bomba	128	52	150	8	35,25	28,04	6,4	136,8	68,4	0,6	<1	<1
A131	Felixlândia	Poço com bomba	203	NCS	NCS	NCS	25,2	25,6	7,08	186,4	93,2	3,7	1203	2



Projeto Brumadinho UFMG

Anexo IV – Tabela com as concentrações dos elementos totais nas amostras de água subterrânea

Tabela 1: Concentrações médias de metais e metaloides totais nas amostras de água subterrânea (µg/L).^a

Amostra	Concentração média total de metais e metaloides (µg/L)														
	Li	Al	V	Cr	Mn	Co	Ni	Cu	As	Ba	Pb	U	Fe	Zn	Na
A123	3,21	27,25	<2	<2	<15	<2	<2	14,10	<2	30,20	<2	<2	<100	<100	<10000
A113	9,75	32,24	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	24,79	<100	<100	<10000
A040	<2	22,61	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	42,24	<2	<2	2365	<100	<10000
A124	5,54	50,52	<2	<2	<15	<2	<2	11,25	<2	<15	<2	3,08	166,5	<100	<10000
A020	15,35	<15	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000
A114	6,56	<15	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	13,95	<100	<100	<10000
A037	5,41	<15	<2	<2	<15	<2	<2	3,06	<2	17,94	13,78	25,54	<100	<100	<10000
A025	14,24	<15	<2	<2	<2	<2	<2	<2	4,36	<15	<2	11,62	111	<100	<10000
A024	4,09	<15	<2	25,88	373,01	<2	17,87	2,98	<2	72,67	<2	12,10	177,6	<100	<10000
A041	<2	<15	<2	<2	<15	<2	<2	34,10	<2	<15	7,52	<2	<100	<100	<10000
A022	9,81	<15	<2	2,71	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000
A117	<2	306,39	<2	<2	142,01	3,66	2,98	<2	<2	74,02	<2	<2	<100	<100	11854,8
A006	<2	23,05	<2	<2	<15	<2	<2	4,88	<2	44,02	<2	<2	<100	<100	<10000
A019	5,40	<15	<2	3,18	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000
A018	2,81	<15	2,47	4,92	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000
A021	<2	<15	<2	<2	<15	<2	<2	8,91	<2	<15	<2	45,07	<100	<100	<10000
A086	2,85	<15	<2	3,63	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000



Projeto Brumadinho UFMG

A017	3,82	<15	<2	3,80	<15	<2	<2	<2	<2	15,26	<2	<2	<100	<100	<10000
A085	<2	125,82	<2	<2	19,26	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	159,5	<100	<10000
A098	2,84	29,34	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000
A115	<2	748,94	<2	<2	24,64	<2	<2	<2	<2	31,46	<2	<2	450	<100	<10000
A083	6,31	80,66	<2	<2	<15	<2	<2	32,41	<2	<15	<2	<2	143	748	<10000
A099	<2	336,15	<2	<2	182,58	<2	<2	<2	<2	43,47	<2	<2	456,5	<100	<10000
A100	9,59	<15	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	55,16	<2	<2	105,45	133,2	<10000
A005	5,85	<15	<2	<2	<15	<2	<2	3,94	<2	28,30	<2	<2	<100	<100	<10000
A101	<2	20,09	<2	<2	28,30	<2	<2	<2	<2	24,75	<2	<2	7659	<100	<10000
A102	6,13	<15	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000
A003	<2	3192,13	12,16	5,38	199,89	5,20	<2	5,80	<2	27,72	7,13	<2	8085	<100	<10000
A030	7,42	<15	<2	<2	83,03	<2	<2	<2	<2	25,63	38,77	<2	<100	<100	<10000
A031	4,57	<15	<2	3,78	<15	<2	<2	<2	<2	28,67	<2	<2	<100	<100	<10000
A029	5,12	<15	<2	<2	<15	<2	<2	4,50	<2	25,99	<2	<2	905	<100	<10000
A078	<2	222,49	<2	<2	58,63	<2	<2	<2	<2	58,24	<2	<2	225,5	<100	<10000
A079	2,37	23,12	<2	<2	17,28	<2	<2	4,35	<2	48,19	<2	<2	968	<100	<10000
A053	2,65	181,46	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	137,48	<2	<2	1595	<100	<10000
A054	2,85	56,61	<2	<2	84,04	<2	<2	2,79	<2	64,79	<2	<2	11000	<100	<10000
A080	<2	27,78	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	34,51	<2	<2	<100	<100	<10000
A081	6,28	<15	<2	<2	45,59	<2	<2	<2	<2	23,59	<2	<2	4455	<100	<10000
A033	6,22	<15	4,85	9,37	<15	<2	3,77	2,40	<2	36,43	<2	<2	<100	<100	<10000
A034	<2	<15	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	31,97	<2	<2	<100	<100	<10000
A048	5,36	22,63	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	46,85	<2	<2	225	<100	<10000
A035	<2	<15	<2	<2	<15	<2	<2	5,65	<2	46,10	<2	<2	462	<100	<10000
A036	<2	<15	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	64,11	<2	<2	40	<100	<10000



Projeto Brumadinho UFMG

A118	11,33	33,44	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	95,33	<2	<2	144,3	<100	11006
A049	<2	40,69	<2	<2	71,49	<2	<2	<2	<2	168,66	<2	<2	847	<100	<10000
A058	<2	67,04	<2	<2	32,09	<2	<2	3,13	<2	89,84	<2	<2	<100	<100	<10000
A050	5,18	17,55	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	56,22	<2	<2	<100	<100	<10000
A119	<2	33,22	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	40,67	3,57	<2	283	<100	<10000
A060	2,70	<15	<2	<2	<15	<2	<2	3,06	<2	49,29	<2	<2	<100	<100	<10000
A061	3,69	20,22	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	176	13475	<10000
A059	2,35	<15	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	99,74	<2	<2	6710	<100	<10000
A065	<2	84,20	<2	<2	29,62	<2	<2	61,86	<2	<15	<2	<2	1595	<100	<10000
A120	<2	<15	<2	<2	<15	<2	<2	2,53	<2	46,84	<2	<2	<100	<100	<10000
A070	<2	1316,37	<2	<2	30,36	<2	<2	<2	<2	38,51	4,71	<2	821,4	<100	<10000
A062	<2	20,68	<2	<2	<15	<2	<2	5,24	<2	169,62	<2	<2	<100	<100	<10000
A043	<2	<15	<2	<2	<15	<2	<2	4,38	<2	61,41	<2	<2	<100	<100	<10000
A042	<2	80,05	<2	<2	<15	<2	<2	8,39	<2	156,12	<2	<2	<100	<100	<10000
A128	5,53	37,70	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	33,26	<2	<2	<100	<100	<10000
A077	<2	96,41	<2	<2	20,90	<2	<2	<2	<2	25,49	<2	<2	<100	<100	<10000
A074	3,31	86,79	<2	<2	50,86	<2	2,99	<2	<2	29,68	2,01	<2	<100	<100	<10000
A075	<2	126,50	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	132	<100	<10000
A071	<2	57,22	<2	<2	20,09	<2	<2	<2	<2	17,01	<2	<2	<100	<100	<10000
A103	7,99	16,96	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000
A105	75,47	211,79	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	377,4	<100	45016
A104	<2	128,65	<2	<2	64,13	<2	<2	5,50	<2	68,15	<2	<2	<100	<100	<10000
A130	11,73	<15	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000
A129	14,20	<15	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000
A107	<2	23,60	<2	<2	<15	<2	7,27	8,06	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000




Projeto Brumadinho UFMG

A108	5,40	60,48	<2	<2	38,34	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000
A106	9,63	27,88	<2	<2	123,71	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000
A133	6,45	30,46	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	24,31	<2	<2	<100	<100	11475
A134	4,86	34,17	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	1815	<100	<10000
A110	25,80	<15	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	38,06	<2	<2	<100	<100	13730
A109	28,22	21,26	<2	<2	37,13	<2	<2	<2	<2	100,21	<2	<2	<100	<100	16739
A132	103,56	1505,78	3,70	3,49	45,32	<2	<2	<2	<2	31,37	<2	<2	1082	<100	47719
A111	14,88	<15	<2	<2	<15	<2	<2	<2	<2	<15	<2	<2	<100	<100	<10000
A131	20,12	<15	<2	<2	<15	<2	<2	2,67	3,53	18,09	<2	<2	720	<100	<10000

^a As concentrações de Be, Se, Mo, Ag, Cd, Sb e Hg não foram apresentadas na Tabela, pois todas as amostras apresentaram valores menores que o LQ (0,7 µg/L para o Hg e 2,0 µg/L para os demais elementos).



Anexo V– FP-050 Relatório de Verificação e Validação de Métodos para Metais Totais

	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Ag Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente (ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de prata em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

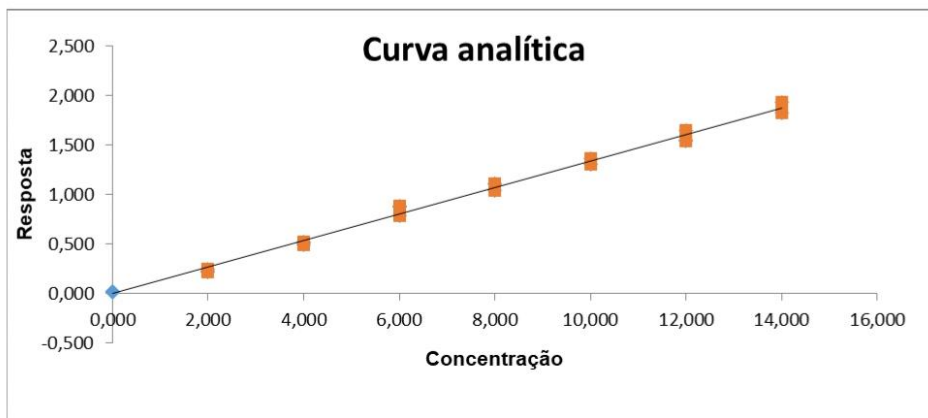


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,1337x - 0,0019$, $R^2=0,995$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, dois valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 10,0 e 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

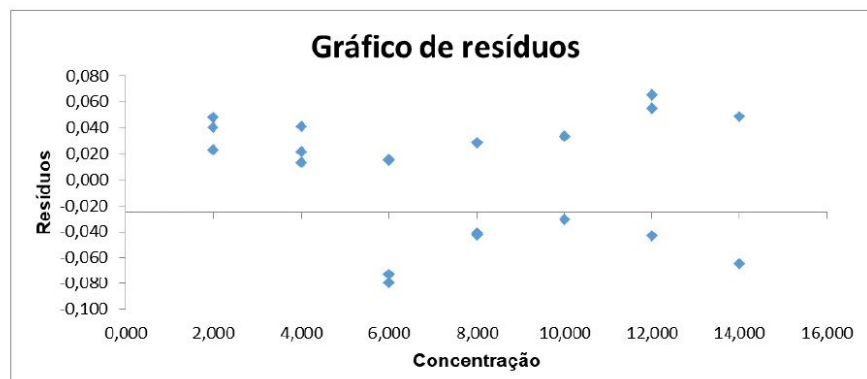



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% foram

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

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 2,14% a 12,46% com valores de HERRAT 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,422 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de prata total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos	Data: 17/05/2021
Aprovação: Letícia Malta Costa	Data: 17/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Alumínio Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de alumínio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 15,0; 30,0; 45,0; 60,0; 75,0; 90,0 e 105,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 15,0 a 105,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

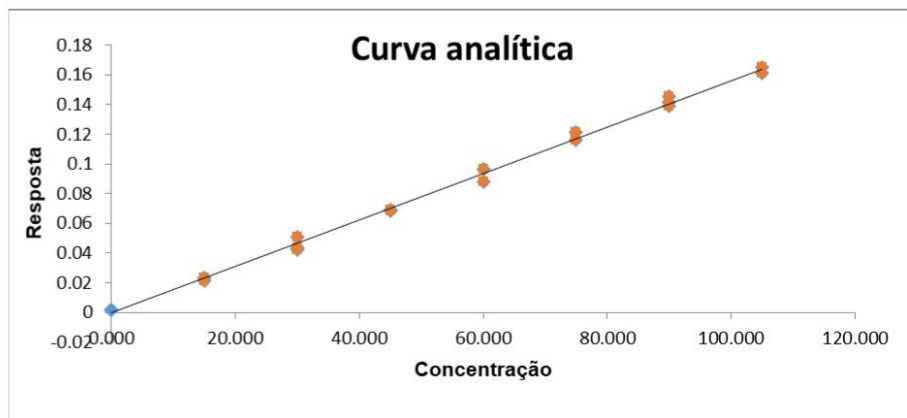


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 15,0 na 105,0 µg/L. Equação $y=0,0016x - 0,0001$, $R^2=0,9973$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, quatro valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 45,0; 60,0; 75,0 e 105,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

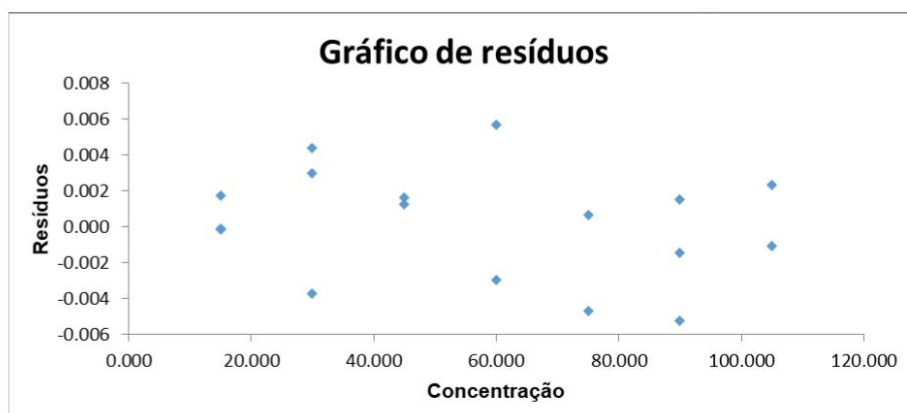



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 15,0; 45,0 e 90,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, 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 4,02% a 12,77% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 2,199 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 15,000 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de alumínio total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Arsênio Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item		Código	
ICP-MS		ESP-001	
Destilador de ácidos		DEA-001	
Purificador de água		PUR-001	
Micropipetas		MIP-001	
		MIP-002	
		MIP-003	
Pipeta eletrônica		REL-002	
Balão Volumétrico 10 mL		BLI-754 a BLI763	
Balão Volumétrico 50 mL		D-4871	
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de arsênio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

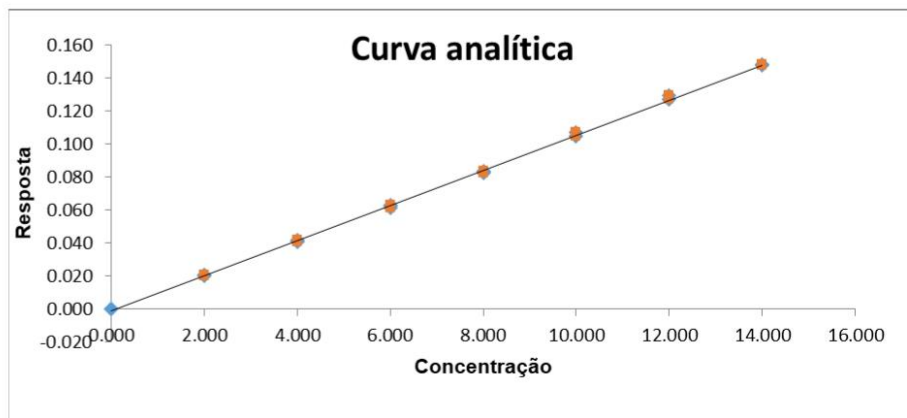


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0106x - 0,0007$, $R^2=0,9996$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, um valor extremo foi detectado e removido da curva analítica no nível de 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica, como mostrado na Figura 2.

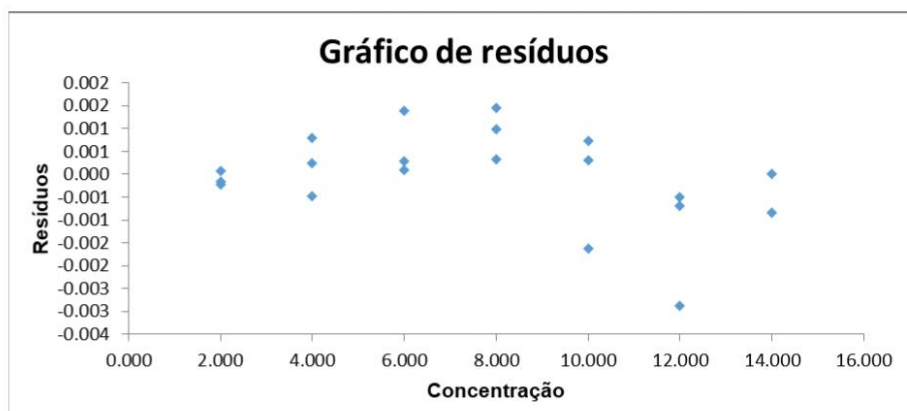



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% foram

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

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 1,09% a 3,39% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,085 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de arsênio total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Leticia Malta Costa	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Boro Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de boro em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

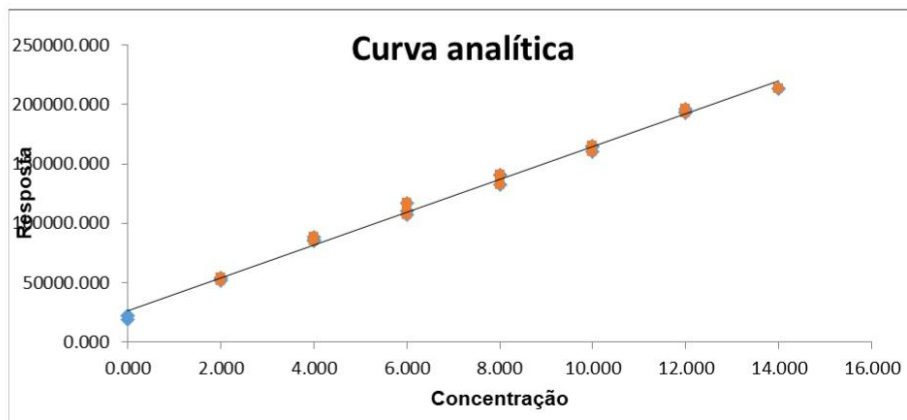


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=13837,1820x + 26025,2850$, $R^2=0,995$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, um valor extremo foi detectado e removido da curva analítica no nível de 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

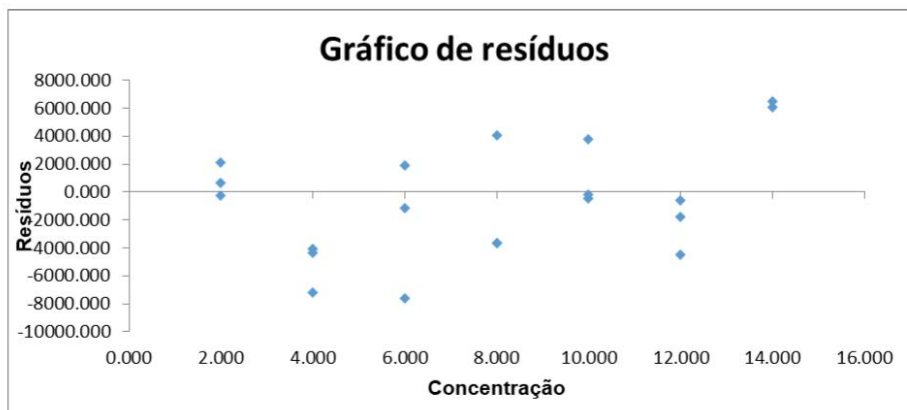



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% foram consideradas aceitáveis. Médias de recuperação dentro dos critérios de aceitação foram obtidas para os níveis médio e alto de concentração avaliados. No entanto, não foi alcançada a recuperação para o nível baixo. Para os três níveis de concentração foram observados valores de desvio padrão relativo entre 3,33% a 66,24% 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 há falta de exatidão, mas foi alcançada a precisão do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,314 µg/L. O limite de quantificação não foi determinado.

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. CONCLUSÃO

O método empregado não é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de boro total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente não foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Bário - 137 Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de bário em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 15,0; 30,0; 45,0; 60,0; 75,0; 90,0 e 105,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 15,0 a 105,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

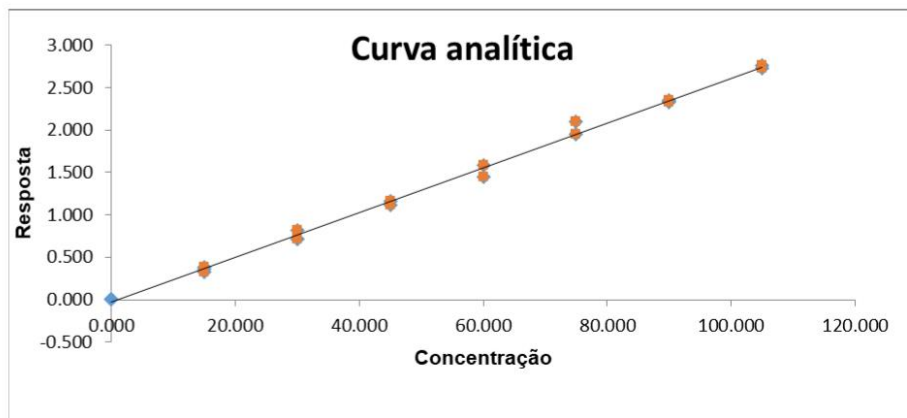


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 15,0 na 105,0 µg/L. Equação $y=0,0260x - 0,0230$, $R^2=0,9970$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, quatro valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 45,0; 60,0; 75,0 e 105,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

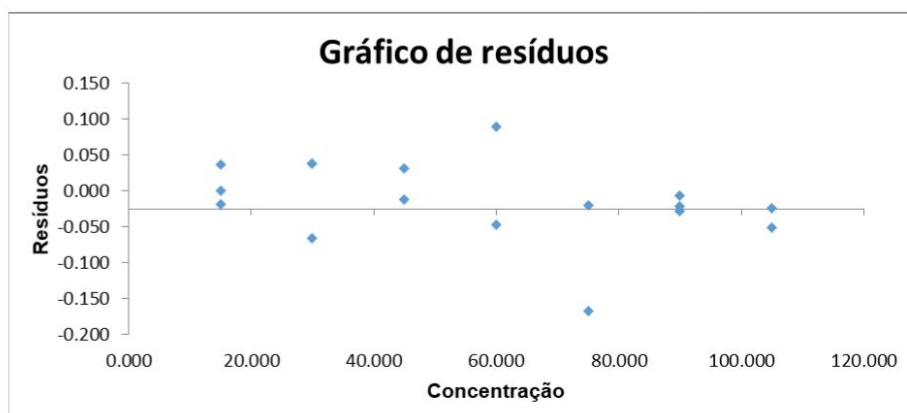



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 15,0; 45,0 e 90,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, 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 3,20% a 11,66% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 1,467 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 15,000 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de bário - 137 total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Berílio Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de berílio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050		
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
				Página 3 de 4

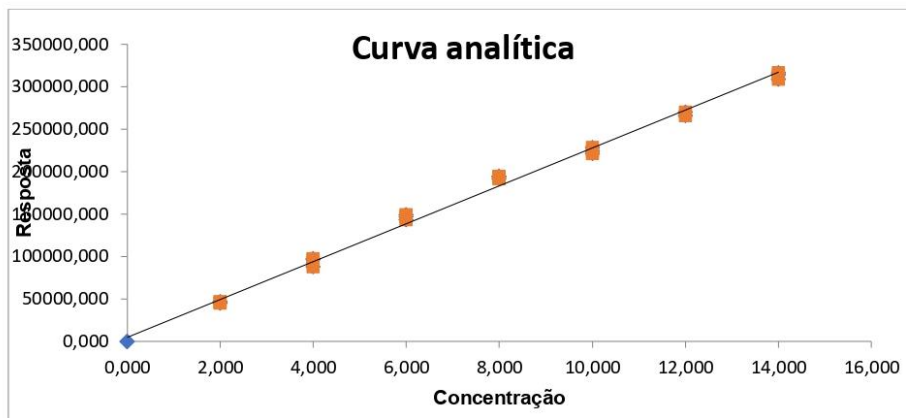


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y = 22304,5760x + 4802,1560$, $R^2 = 0,996$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{critico}$, um valor extremo foi detectado e removido da curva analítica no nível de 12,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

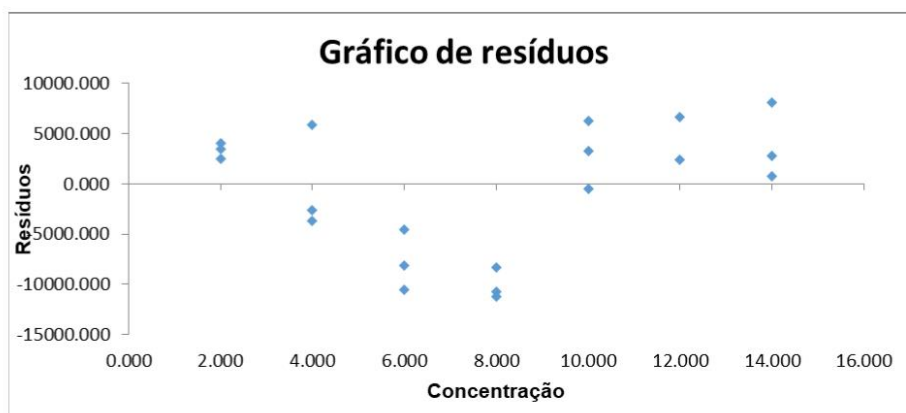



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 0,63% a 5,60% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,003 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de berílio total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Cádmio Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

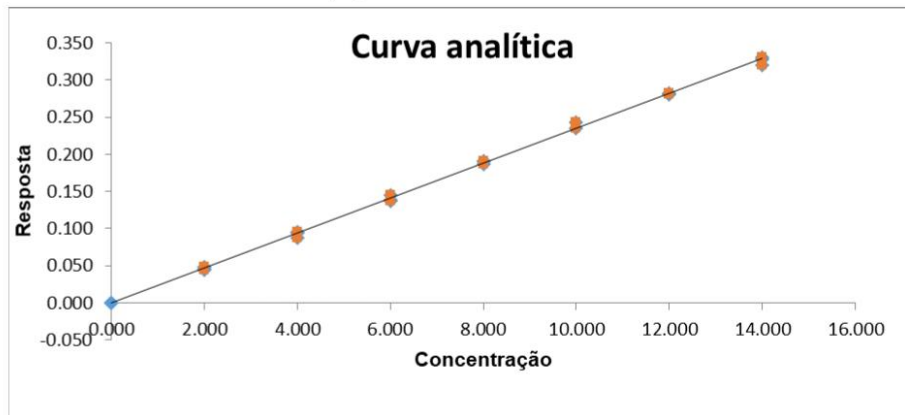
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de cádmio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.



Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------




	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0230x$, $R^2=0,999$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, um valor extremo foi detectado e removido da curva analítica no nível 10,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.


A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 1,01% a 2,72% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,009 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 4 de 4	

encontram-se os dados brutos e as informações de rastreabilidade dos dados usados na verificação do método.


4. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de cádmio total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Cobalto Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de cobalto em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

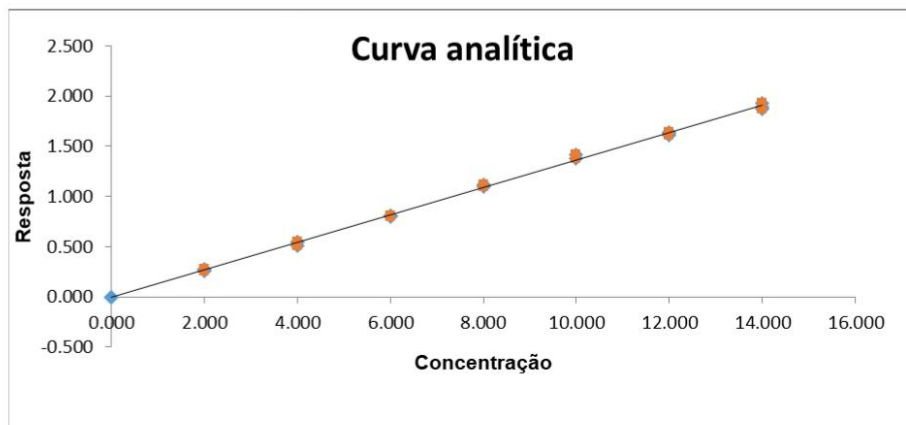


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,1360x$, $R^2=0,999$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, um valor extremo foi detectado e removido da curva analítica no nível de 10,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

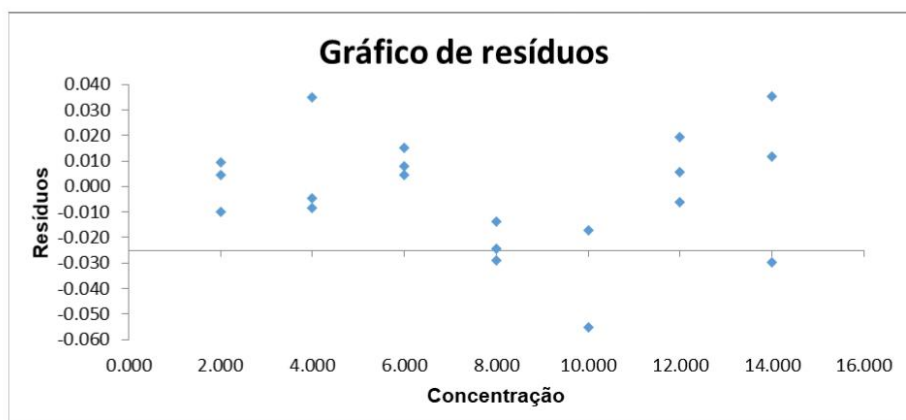



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 0,94% a 2,81% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,005 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de cobalto total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Crômio Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de cromo em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

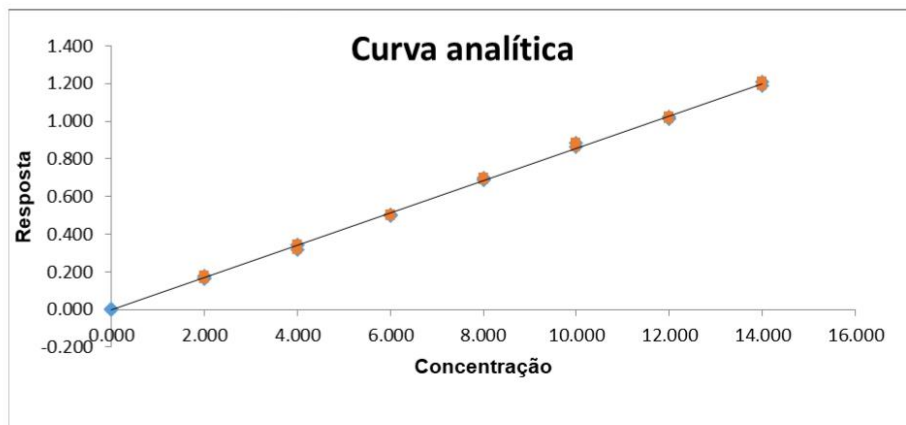


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0856x - 0,0020$, $R^2=0,9991$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, dois valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 10,0 e 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

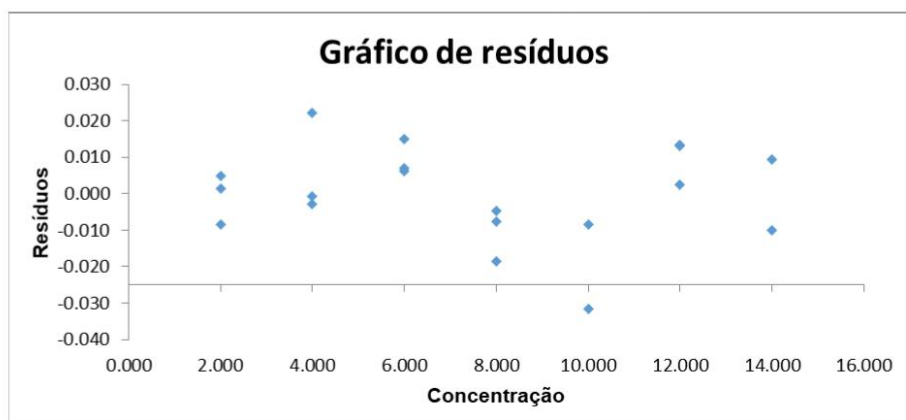



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 1,55% a 2,29% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,040 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de crômio total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Cobre Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de cobre em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

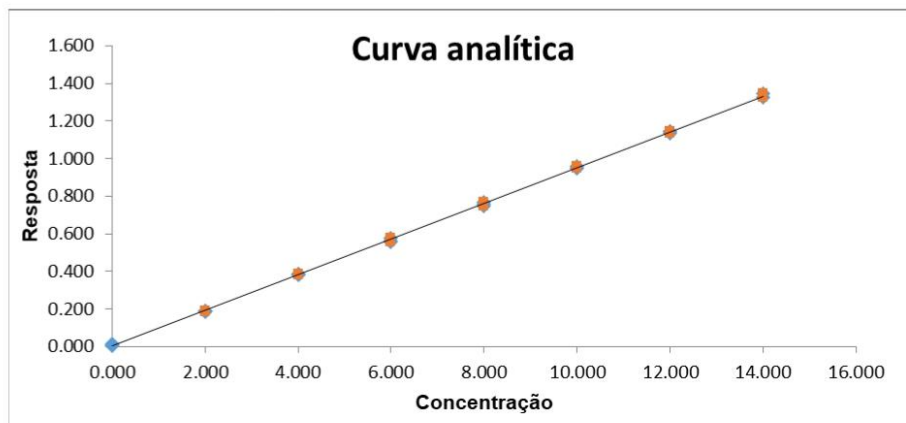


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0949x + 0,0021$, $R^2=0,9997x'$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{critico}$, um valor extremo foi detectado e removido da curva analítica no nível 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

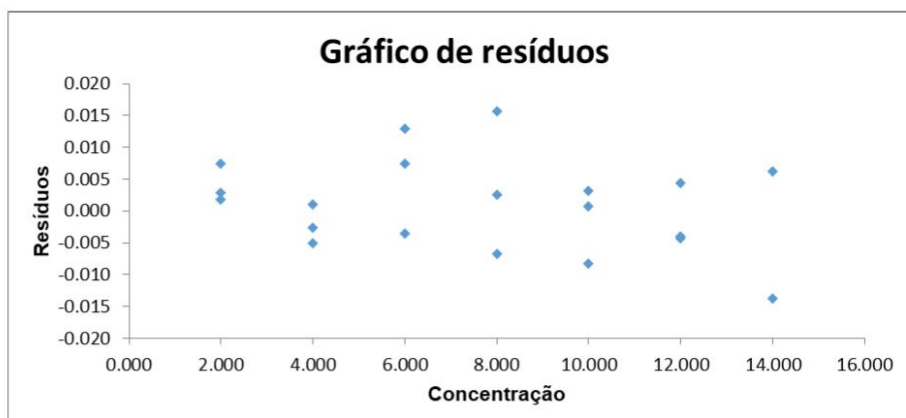



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 1,25% a 2,72% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,369 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de cobre total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Fe Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de emissão óptica por plasma acoplado indutivamente, ICP-OES

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO


FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Multielementar	Inorganic Ventures	RP-177/21	12/12/2025
MRC Monoelementar Na	Inorganic Ventures	RP-188/21	13/06/2024
MRC Monoelementar Na	Merck	RP-235/21	31/05/2022
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-OES	ESP-002		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		

3. RESULTADOS

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de ferro em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50; 0,60 e 0,70 mg/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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 0,10 a 0,70 mg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

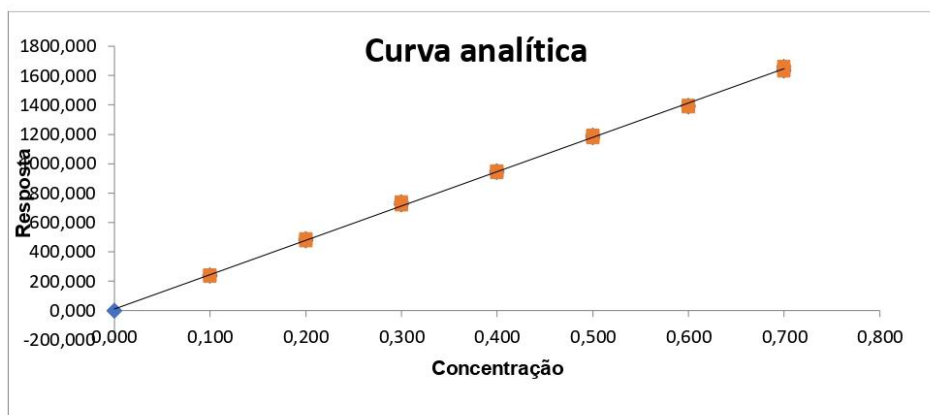



Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,10 a 0,70 mg/L. Equação $y=2338,20x + 1058$, $R^2=0,999$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, um valor extremo foi detectado e removido da curva analítica no nível de 0,60 mg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

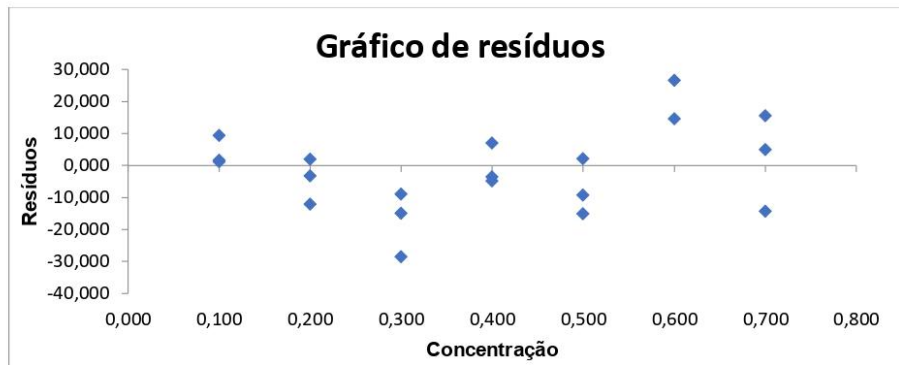


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 0,10; 0,40 e 0,60 mg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, 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 1,62% a 2,80% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,003 mg/L. O limite de quantificação foi o nível de 0,10 mg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de ferro total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de emissão óptica por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------




	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 4 de 4	

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Mercúrio total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente (ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar Hg	Inorganic Ventures	RP-278/21	10/05/2023
MRC Monoelementar Hg	Merck	RP-231/21	31/10/2021
MRC Monoelementar Au	Sigma Aldrich	RP-166/21	08/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847		

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837
-------------------------	--

3. RESULTADOS

Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de mercúrio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação. Foi medido o isótopo ²⁰²Hg.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 0,7; 1,4; 2,1; 2,8; 3,5; 4,2; e 4,9 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 0,7 a 4,9 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990,

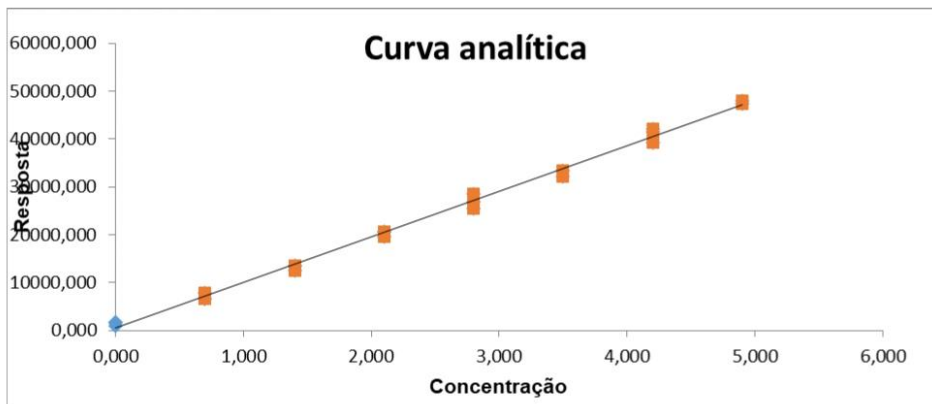



Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,7 na 4,9 $\mu\text{g/L}$. Equação $y=9502,96x+493,62$, $R^2=0,996$.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, dois valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 3,5 e 4,9 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

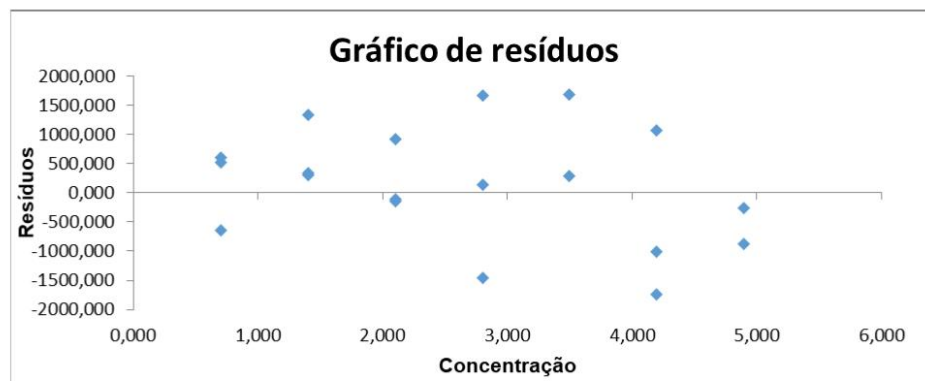


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.


A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 1,0; 2,8 e 4,2 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, 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 5,94% a 16,14% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,22 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 0,7 µg/L, menor concentração em que se obteve 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.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4			


4. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de mercúrio em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Mariana Ramos	Data: 04/05/2021
Aprovação: Letícia Malta Costa	Data: 04/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Lítio Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837
-------------------------	--

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de lítio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

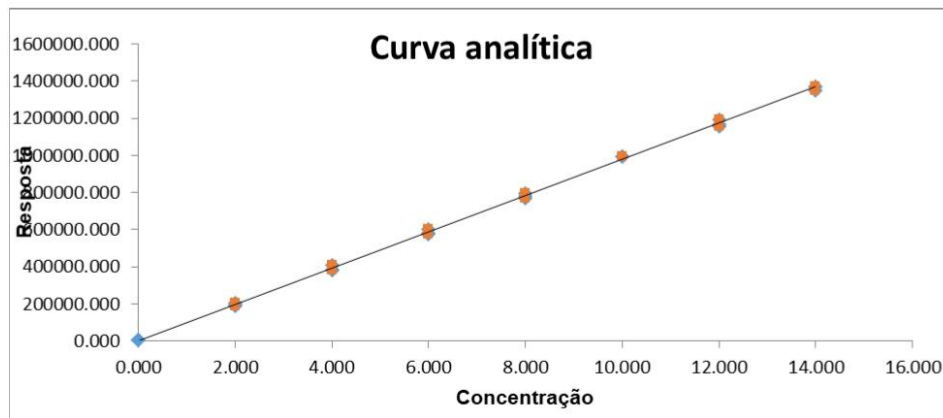


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y = 97507,1610x + 3151,8890$, $R^2 = 0,999$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, um valor extremo foi detectado e removido da curva analítica no nível 10,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

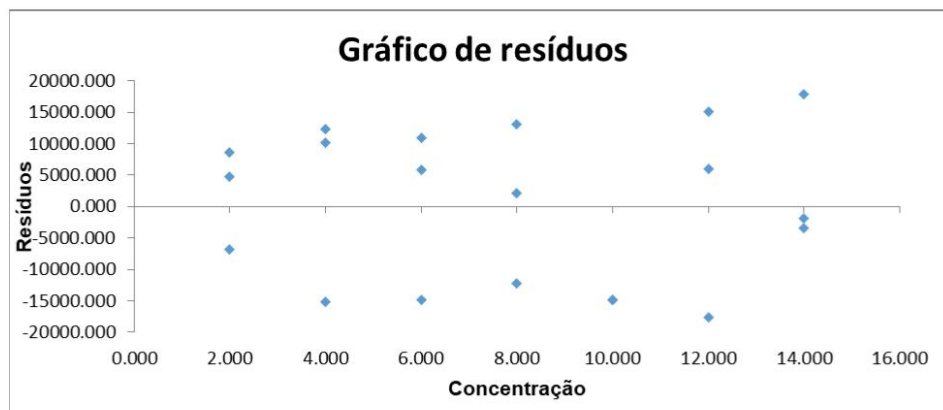



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% foram

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

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 1,38% a 4,64% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,024 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de lítio total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Manganês Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa com configuração tandem e plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de manganês em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 15,0; 30,0; 45,0; 60,0; 75,0; 90,0 e 105,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 15,0 a 105,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

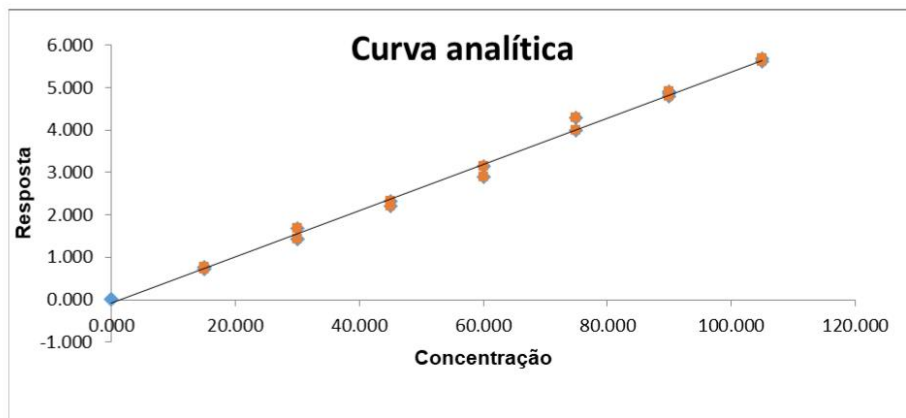


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 15,0 a 105,0 µg/L. Equação $y=0,0540x - 0,0720$, $R^2=0,9960$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, quatro valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 45,0; 60,0; 75,0 e 105,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

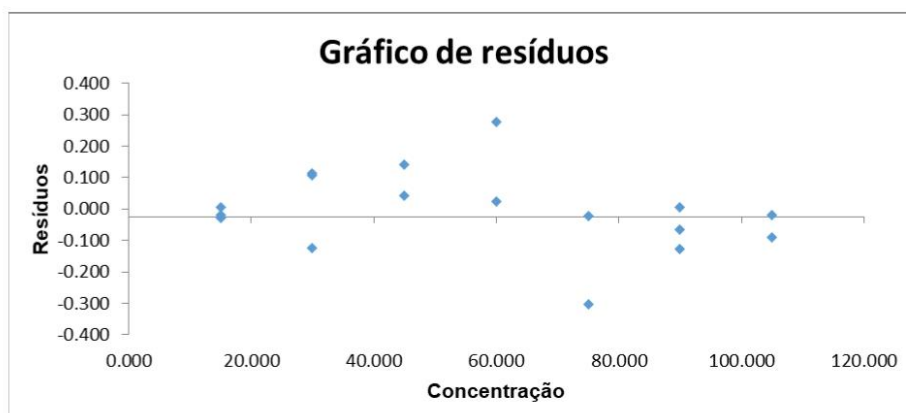



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 15,0; 45,0 e 90,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, 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 3,36% a 16,80% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 1,396 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 15,000 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de manganês total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa com configuração tandem e plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Molibdênio Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa com configuração tandem e plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837
-------------------------	--

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de molibdênio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

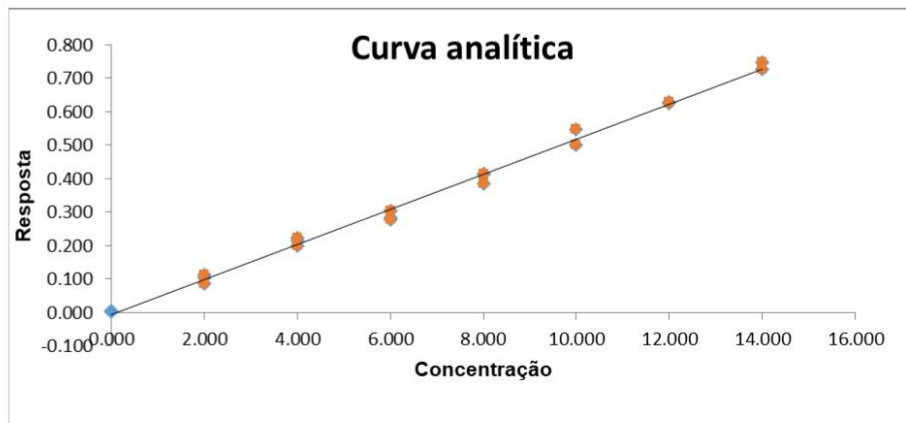


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 a 14,0 µg/L. Equação $y=0,0520x - 0,0050$, $R^2=0,9950$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, três valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 10,0; 12,0 e 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

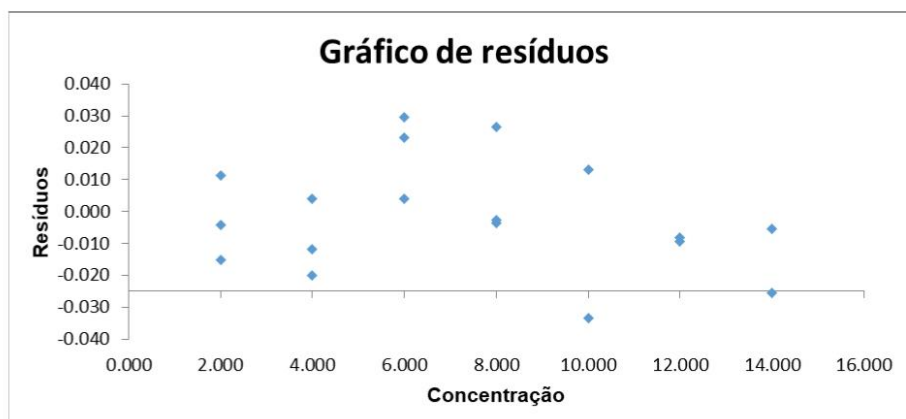



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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% a 16,61% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,696 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,000 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de molibdênio total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa com configuração tandem e plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Níquel - 58 Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de níquel em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

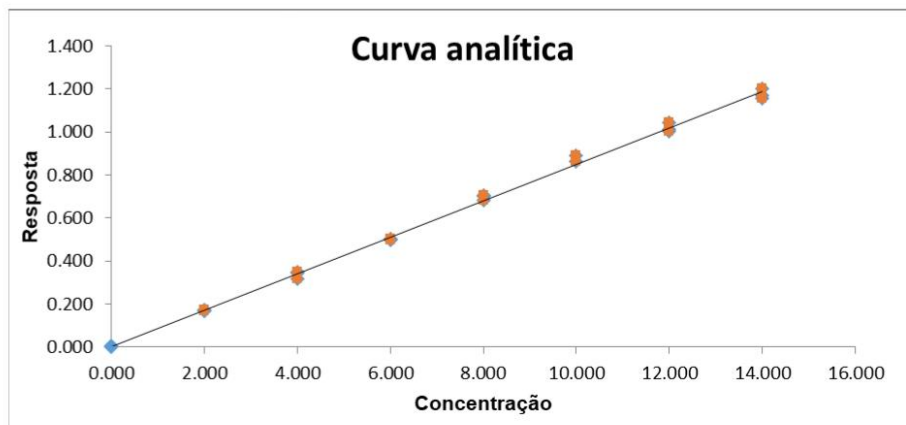


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0846x + 0,0042$, $R^2=0,9983$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{critico}$, um valor extremo foi detectado e removido da curva analítica no nível 10,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

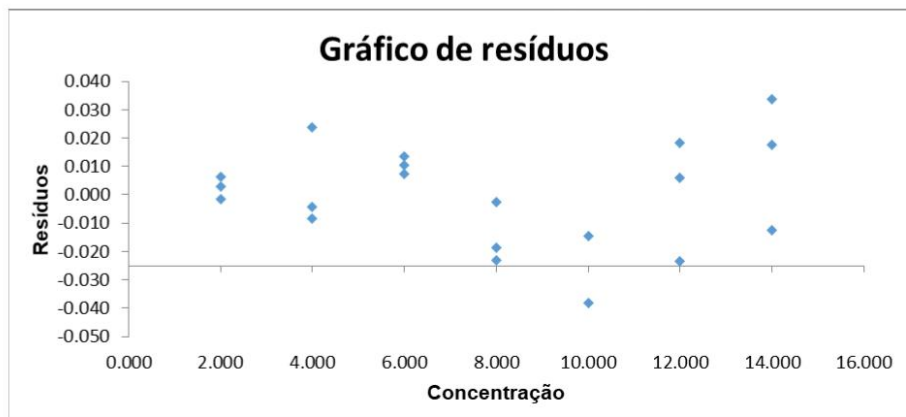



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 1,33% a 2,51% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,020 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de níquel-58 total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Níquel - 60 Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de níquel em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

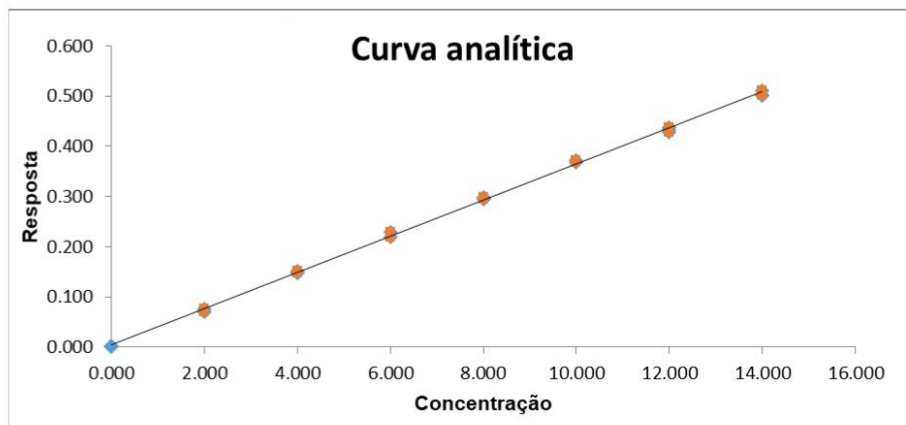


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0360x + 0,0041$, $R^2=0,9992$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, dois valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 6,0 e 10,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

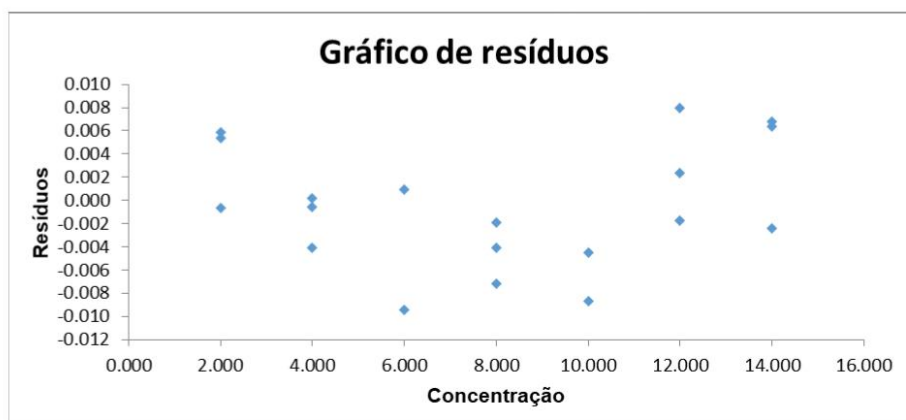



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 1,27% a 5,61% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,022 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de níquel-60 total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Chumbo Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de chumbo em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

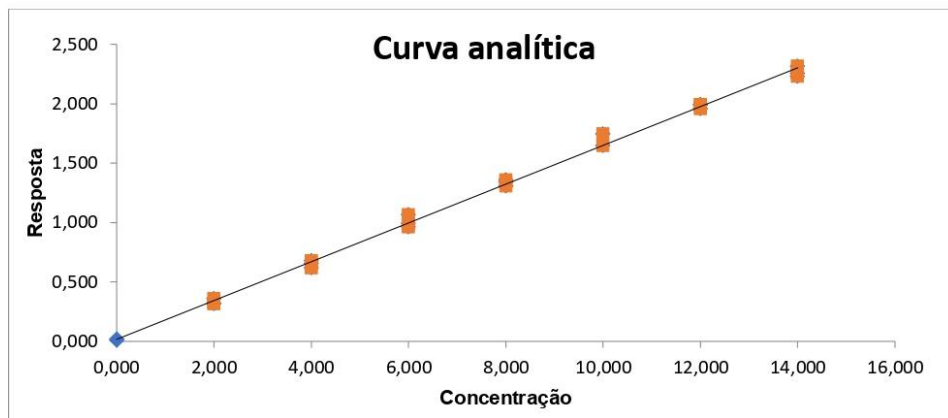


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,163x + 0,017$, $R^2=0,998$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, um valor extremo foi detectado no nível de 10,0 µg/mL e removido da curva analítica. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

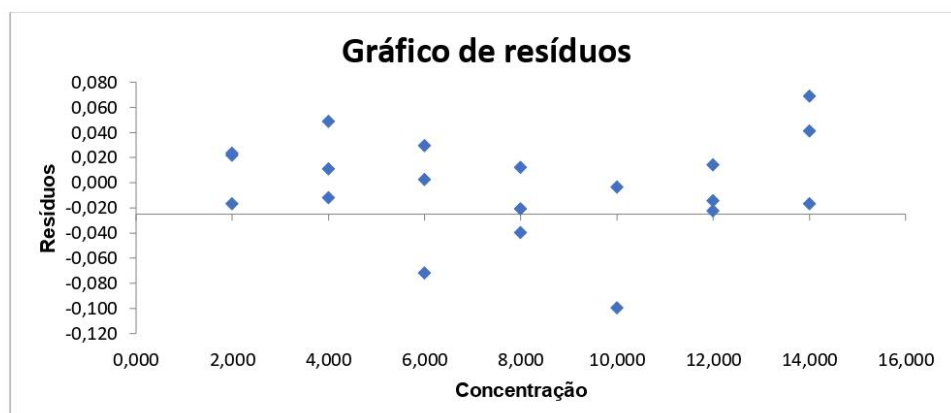



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 1,69 a 5,25% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,022 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de chumbo total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Antimônio Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de antimônio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

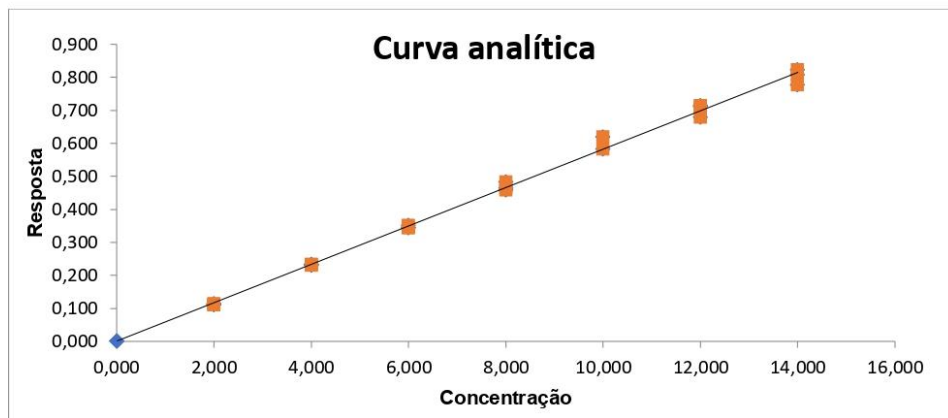


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,058x + 0,001$, $R^2=0,997$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, um valor extremo foi detectado no nível de 10 µg/mL e removido da curva analítica. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

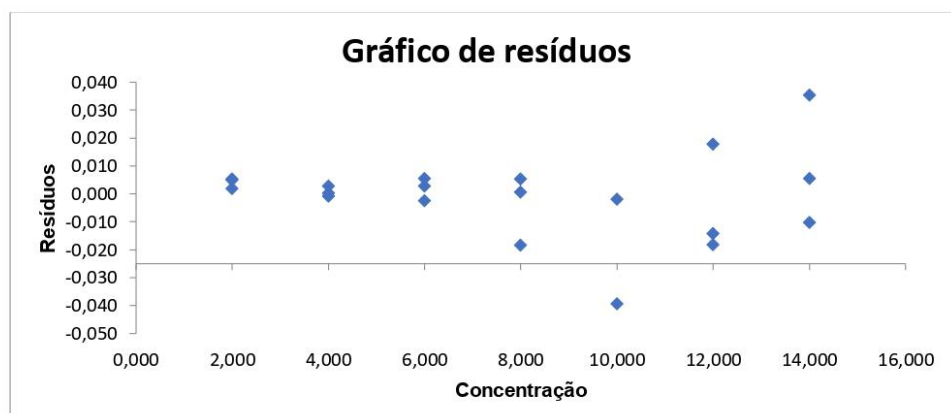



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 2,36% a 5,28% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,021 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de antimônio total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Selênio Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de selênio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

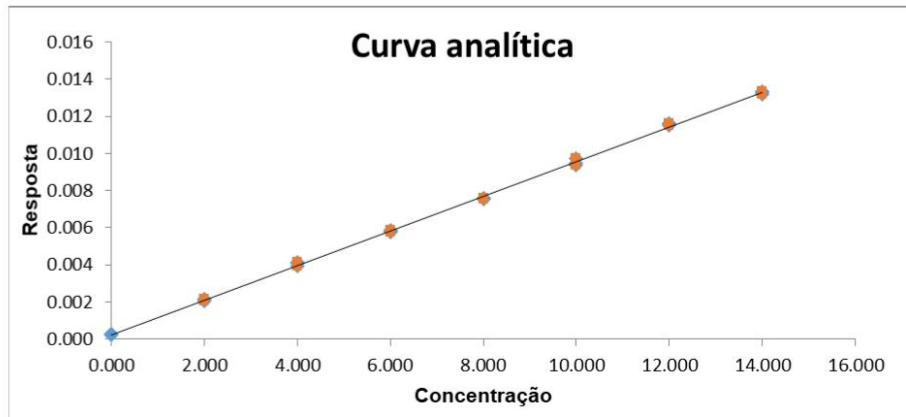


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,009x + 0,0003$, $R^2=0,9993$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jacknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, nenhum valor extremo foi detectado e removido da curva analítica. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

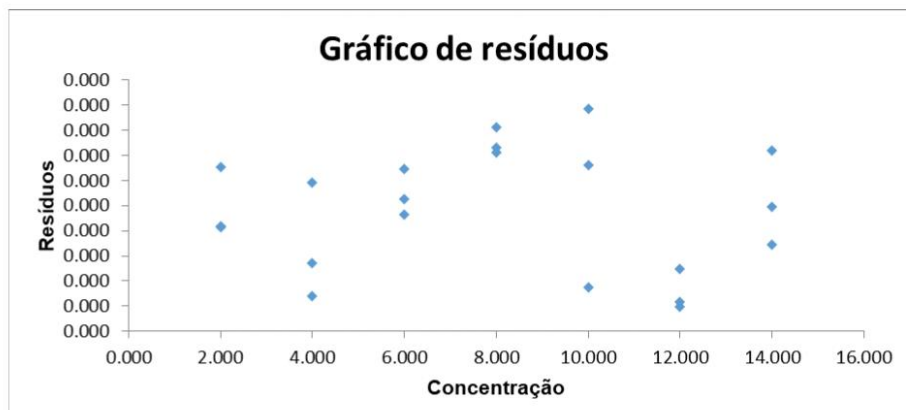



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% foram

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

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 2,33% a 5,89% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,148 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de selênio total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Urânio Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item		Código	
ICP-MS		ESP-001	
Destilador de ácidos		DEA-001	
Purificador de água		PUR-001	
Micropipetas		MIP-001	
		MIP-002	
		MIP-003	
Pipeta eletrônica		REL-002	
Balão Volumétrico 10 mL		BLI-754 a BLI763	
Balão Volumétrico 50 mL		D-4871	
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de urânio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

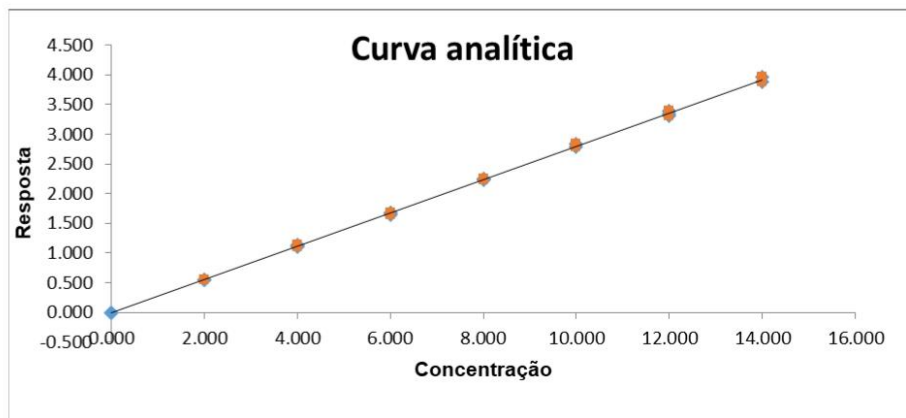


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,2800x - 0,0040$, $R^2=0,9997$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, dois valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 10,0 e 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

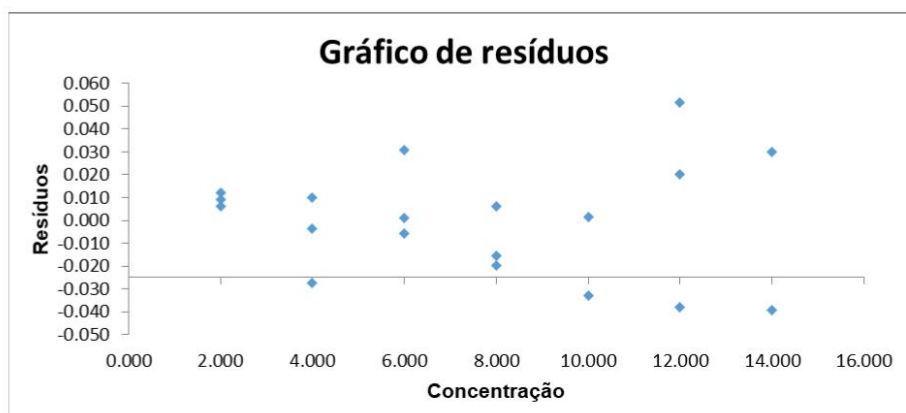



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 1,24% a 3,74% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,018 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de urânio total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 1 de 4	

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Vanádio Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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				
Elemento	Marca	Lote	Validade	
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023	
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2023	
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023	
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024	
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/001/2025	
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022	
Equipamentos e Materiais				
Item	Código			
ICP-MS	ESP-001			
Destilador de ácidos	DEA-001			
Purificador de água	PUR-001			
Micropipetas	MIP-001			
	MIP-002			
	MIP-003			
Pipeta eletrônica	REL-002			
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763			
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871			
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga	



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de vanádio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050		
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
				Página 3 de 4

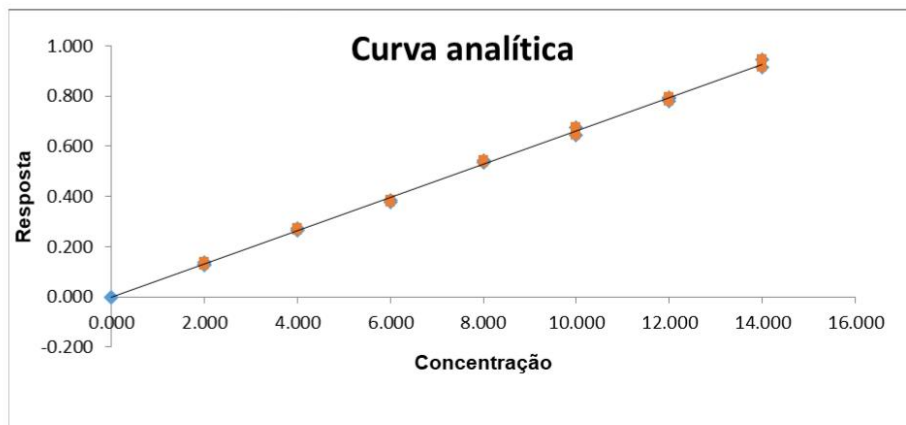


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0661x - 0,0001$, $R^2=0,9989$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, três valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 6,00, 10,0 e 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

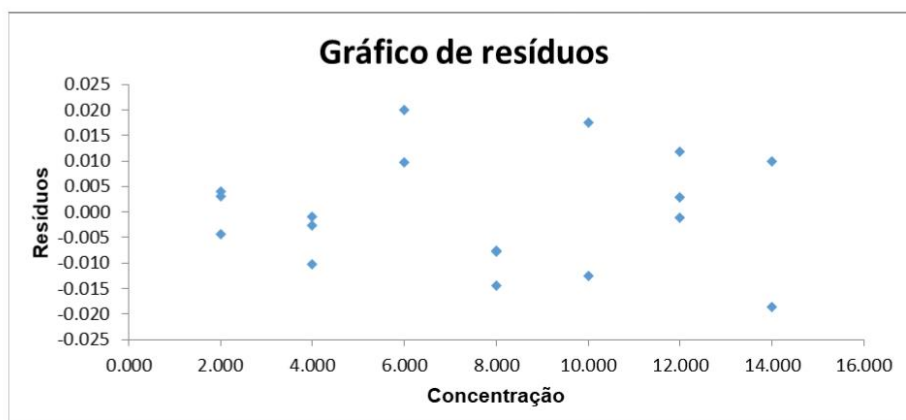



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 1,06% a 2,48% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,005 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de vanádio total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 18/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 18/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Zn Total

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de emissão óptica por plasma acoplado indutivamente, ICP-OES

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO


FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Multielementar	Inorganic Ventures	RP-177/21	12/12/2025
MRC Monoelementar Na	Inorganic Ventures	RP-188/21	13/06/2024
MRC Monoelementar Na	Merck	RP-235/21	31/05/2022
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-OES	ESP-002		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		

3. RESULTADOS

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de zinco em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50; 0,60 e 0,70 mg/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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 0,10 a 0,70 mg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

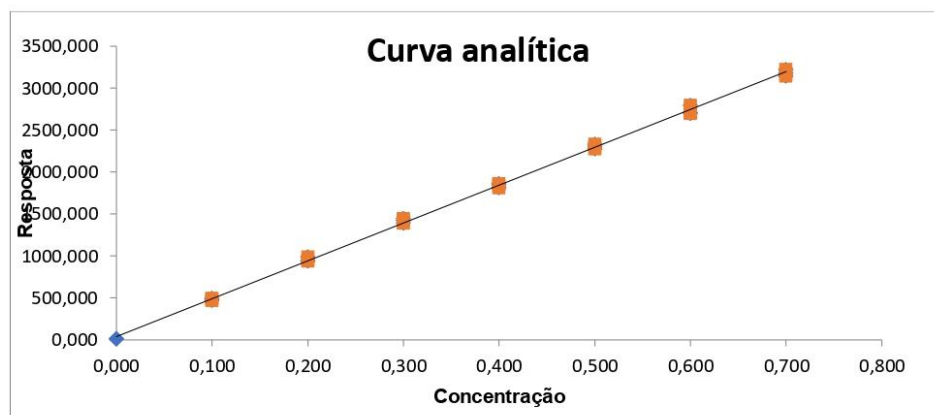



Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,10 na 0,70 mg/L. Equação $y=4511,65x + 39,89$, $R^2=0,999$.

Os valores extremos para cada nível de concentração não foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

de forma gráfica e não foi observada tendências após o tratamento dos valores extremos, como mostrado na Figura 2.

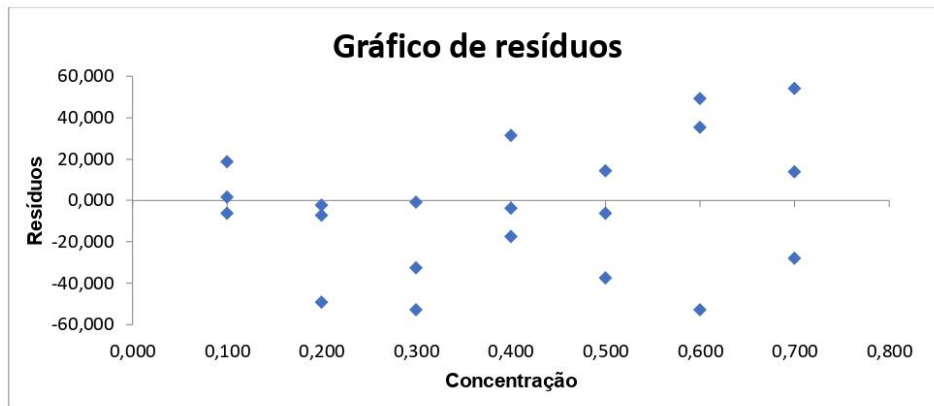


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 0,10; 0,40 e 0,60 mg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, 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 1,01% a 2,32% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.


O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,001 mg/L. O limite de quantificação foi o nível de 0,10 mg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 4 de 4	


O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de zinco total em águas subterrâneas empregando Espectrometria de emissão óptica por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



Anexo VI – FP-050 Relatório de Verificação e Validação de Métodos para Metais Dissolvidos

	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 1 de 4	

1. ESCOPO

1.1. ANALITO/PARÂMETRO

Prata Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de prata em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

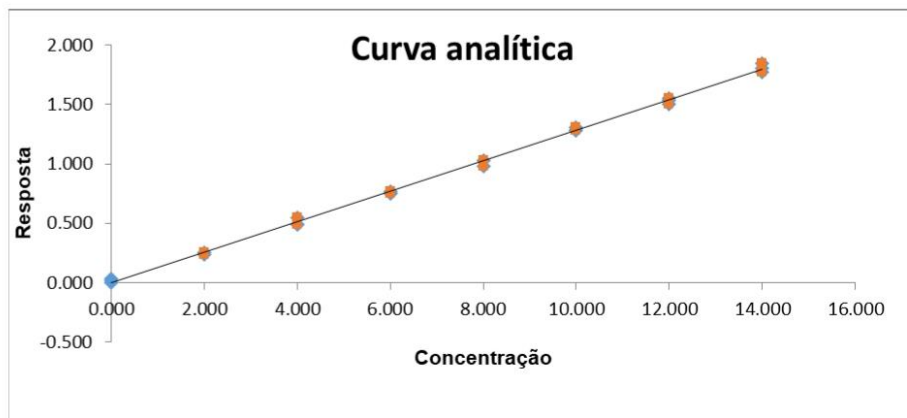


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,1280x$, $R^2=0,9980$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, dois valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 2,0 e 8,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

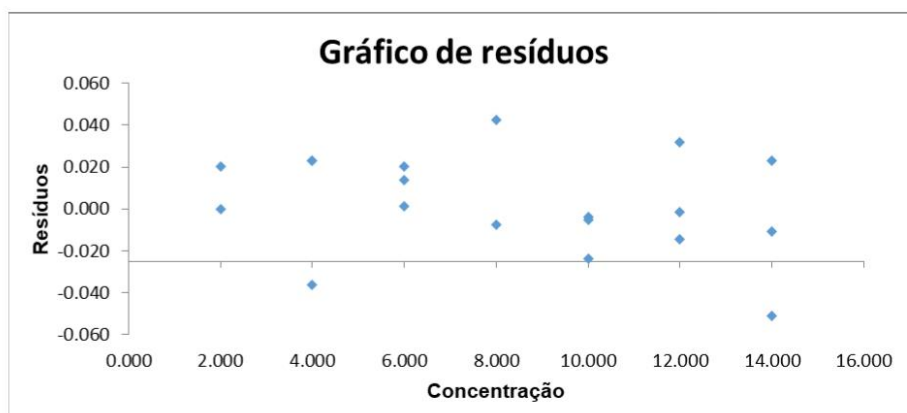



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 3,04% a 14,51% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,370 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de prata dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 27/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 27/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Alumínio Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de alumínio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 15,0; 30,0; 45,0; 60,0; 75,0; 90,0; 105,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 15,0 a 105,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

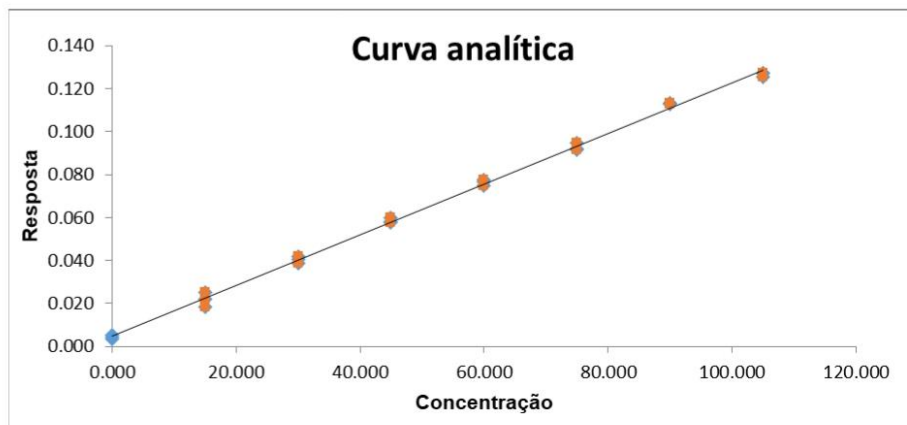


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 15,0 a 105,0 µg/L. Equação $y=0,0012x + 0,0048$, $R^2=0,9981$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram verificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{critico}$, nenhum valor extremo foi detectado. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.




Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 15,0; 45,0 e 90,0 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 80-110% foram

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

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 2,40% a 15,78% com valores de HERRAT 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,722 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 15,000 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de alumínio dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4			

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Arsênio Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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				
Elemento	Marca	Lote	Validade	
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023	
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022	
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023	
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024	
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025	
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023	
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022	
Equipamentos e Materiais				
Item	Código			
ICP-MS	ESP-001			
Destilador de ácidos	DEA-001			
Purificador de água	PUR-001			
Micropipetas	MIP-001			
	MIP-002			
	MIP-003			
Pipeta eletrônica	REL-002			
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga	



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de arsênio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

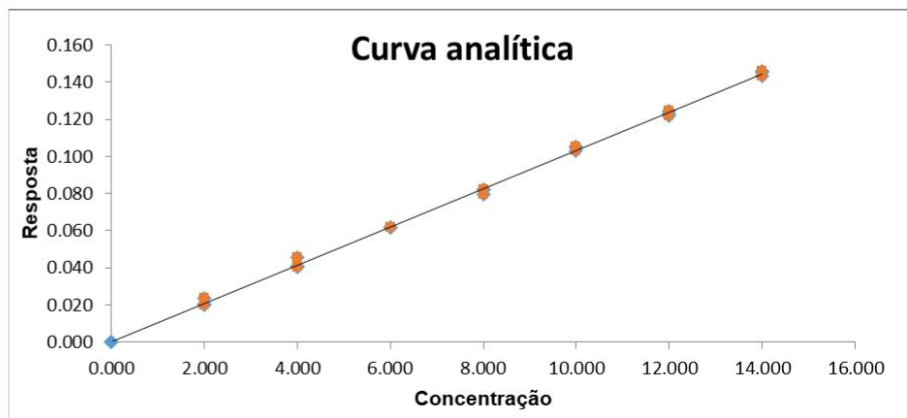


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0100x$, $R^2=0,9990$.

A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

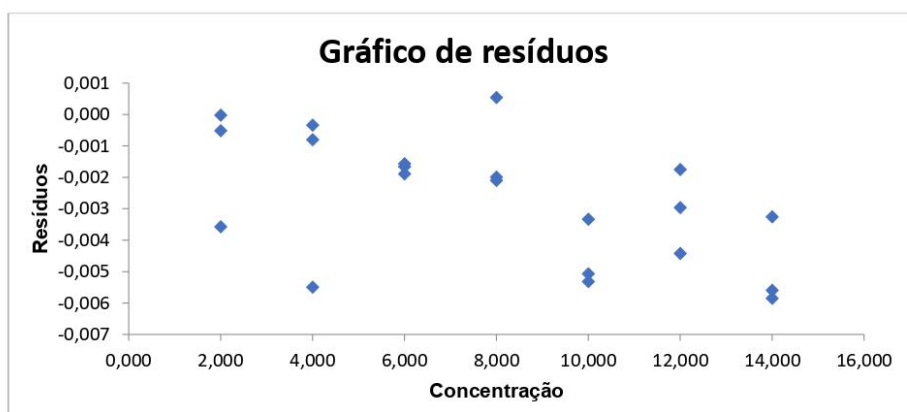



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

valores de desvio padrão relativo entre 2,11% a 8,17% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,037 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de arsênio dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 27/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 27/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Bário - 137 Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de bário em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 15,0; 30,0; 45,0; 60,0; 75,0; 90,0; 105,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 15,0 a 105,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

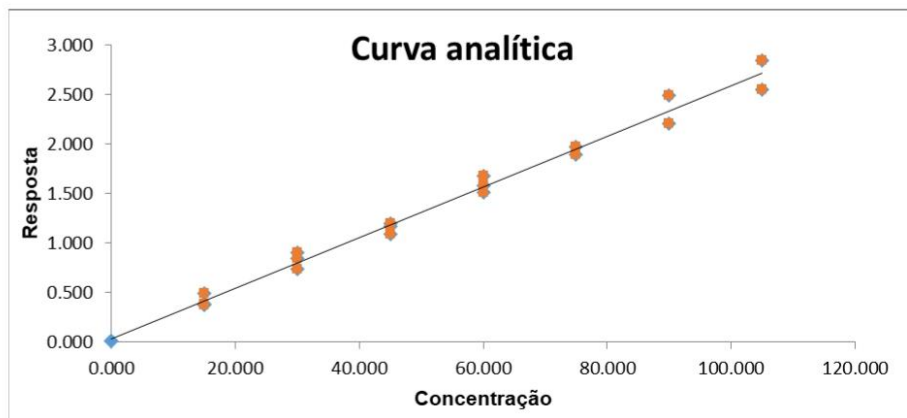


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 15,0 a 105,0 µg/L. Equação $y=0,0255x + 0,0330$, $R^2=0,9911$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, três valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 75,0; 90,0 e 105,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

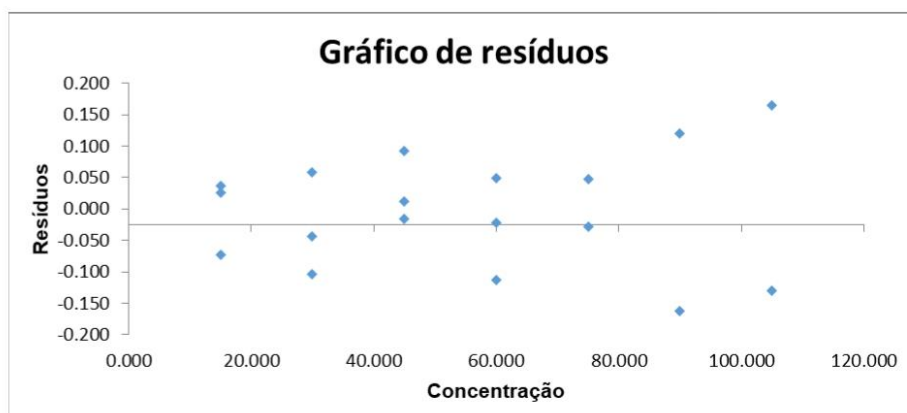



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 15,0; 45,0 e 90,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, 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 3,66% a 11,63% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,133 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 15,000 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de bário - 137 dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Berílio Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de berílio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

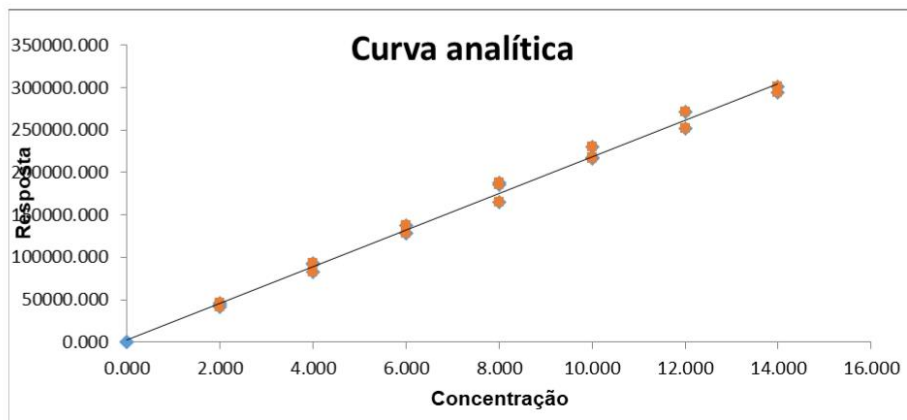


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y = 21600,7450x + 2105,6620$, $R^2 = 0,995$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, dois valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 12,0 e 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

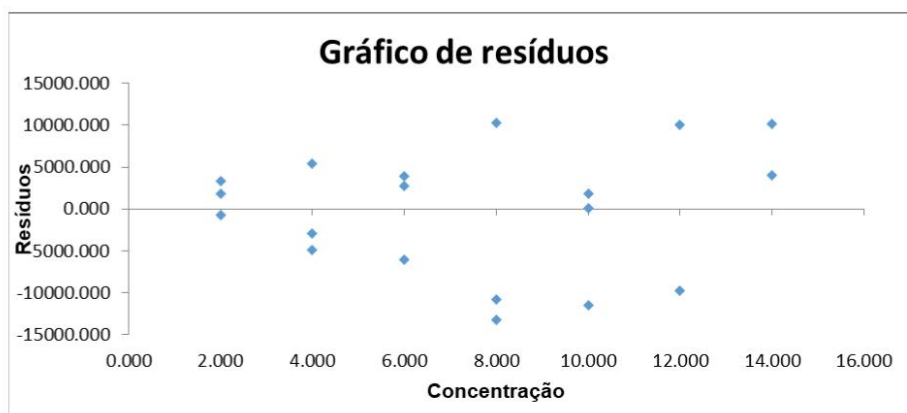



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 1,65% a 2,65% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,005 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de berílio dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 27/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 27/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Cádmio Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de cádmio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050		
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
				Página 3 de 4

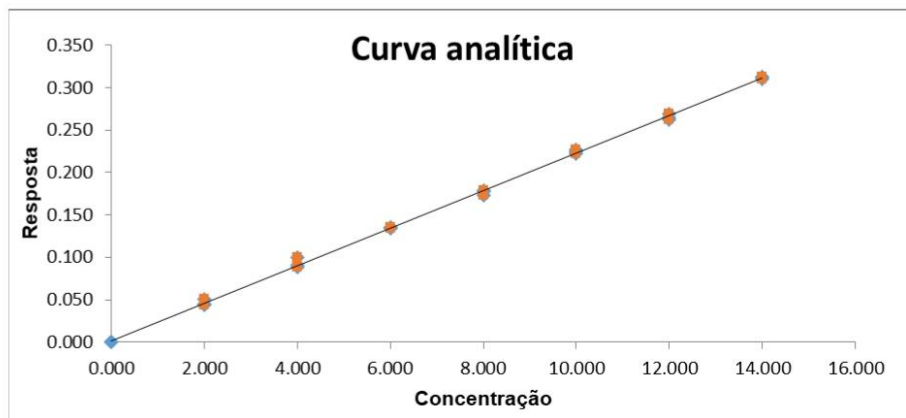


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0220x + 0,0020$, $R^2=0,9990$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram verificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, nenhum valor extremo foi detectado. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

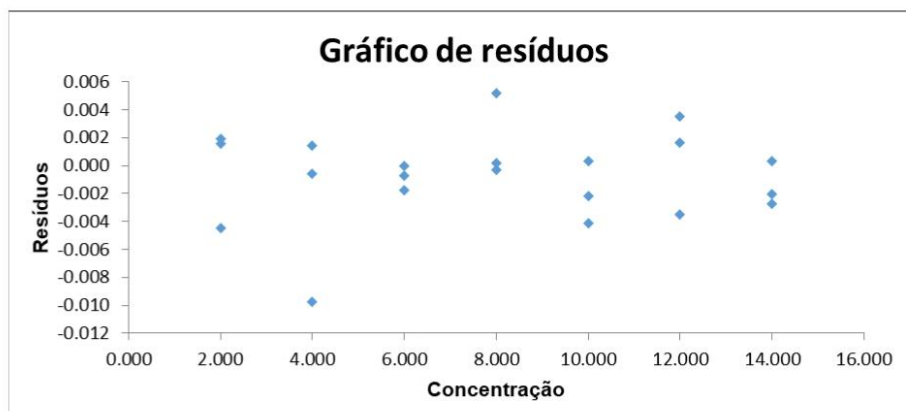



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% foram

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

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 0,83% a 3,54% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,005 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de cádmio dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 27/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 27/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Cobalto Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de cobalto em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

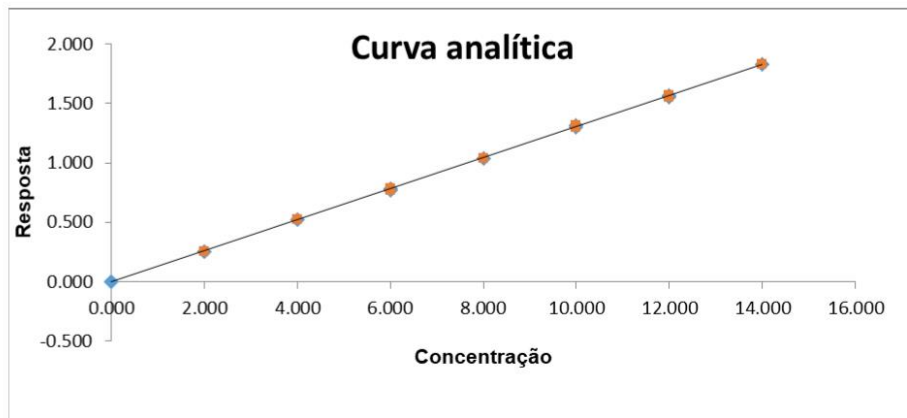


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,1307x - 0,0026$, $R^2=0,9999$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, três valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 4,0, 8,0 e 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

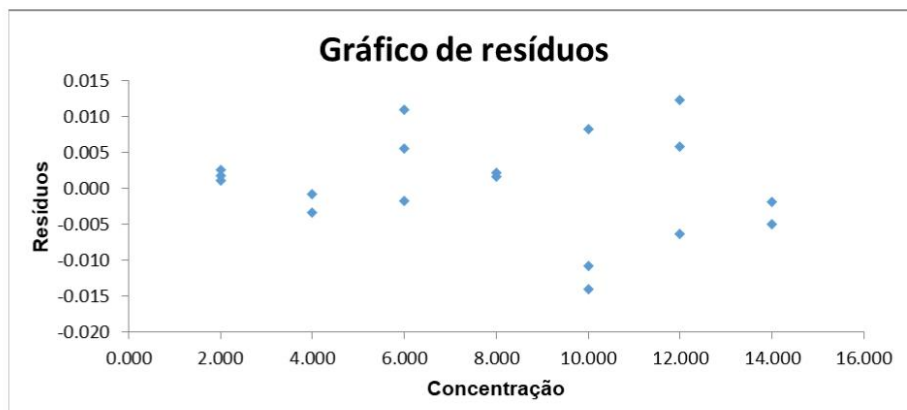



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% foram

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 4 de 4	

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 0,68% a 2,28% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,027 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de cobalto dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 27/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 27/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 1 de 4	

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Cromo Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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				
Elemento	Marca	Lote	Validade	
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023	
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022	
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023	
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024	
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025	
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023	
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022	
Equipamentos e Materiais				
Item	Código			
ICP-MS	ESP-001			
Destilador de ácidos	DEA-001			
Purificador de água	PUR-001			
Micropipetas	MIP-001			
	MIP-002			
	MIP-003			
Pipeta eletrônica	REL-002			
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga	



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de cromo em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

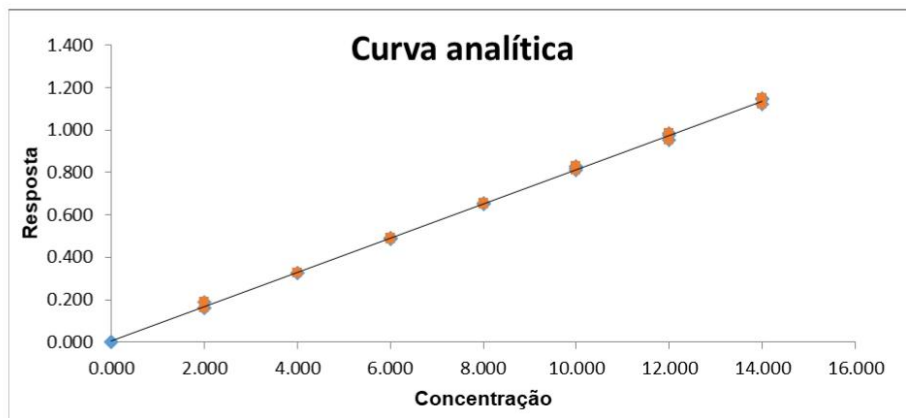


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 a 14,0 µg/L. Equação $y=0,0809x + 0,0039$, $R^2=0,9994$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, dois valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 4,0 e 8,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

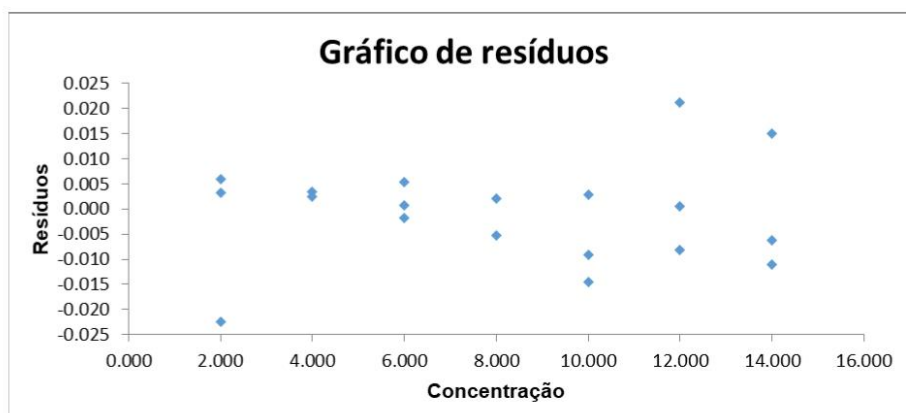



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 0,70% a 3,61% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,006 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de cromo dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 31/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 31/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 1 de 4	

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Cobre Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de cobre em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050		
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
				Página 3 de 4

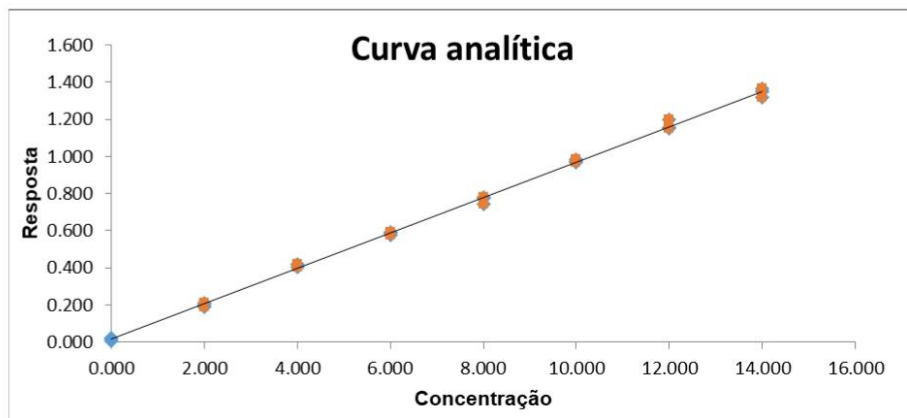


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0950x + 0,0150$, $R^2=0,9990$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram verificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{critico}$, um valor extremo foi detectado e removido da curva analítica no nível 4,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

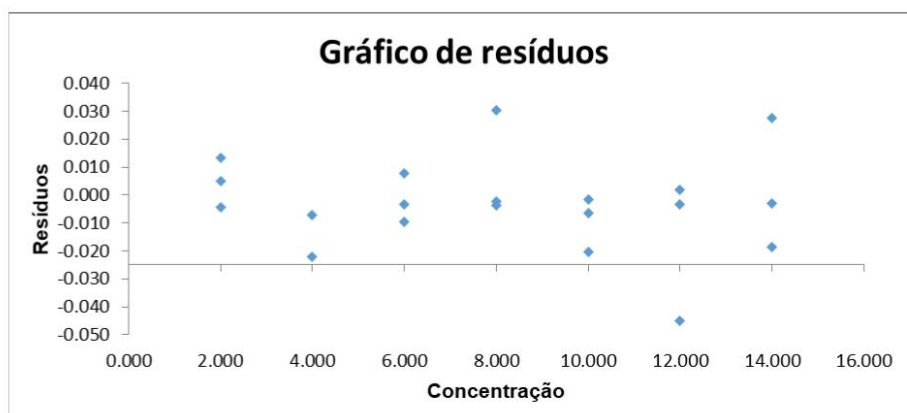



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 1,07% a 3,27% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,104 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de cobre dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 31/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 31/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Ferro Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente, ICP-OES

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO


FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Multielementar	Inorganic Ventures	RP-177/21	12/02/2025
MRC Monoelementar Na	Inorganic Ventures	RP-188/21	13/06/2024
MRC Monoelementar Na	Merck	RP-235/21	31/05/2022
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-OES	ESP-002		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		

3. RESULTADOS

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de ferro em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 e 0,7 mg/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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 0,1 a 0,7 mg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

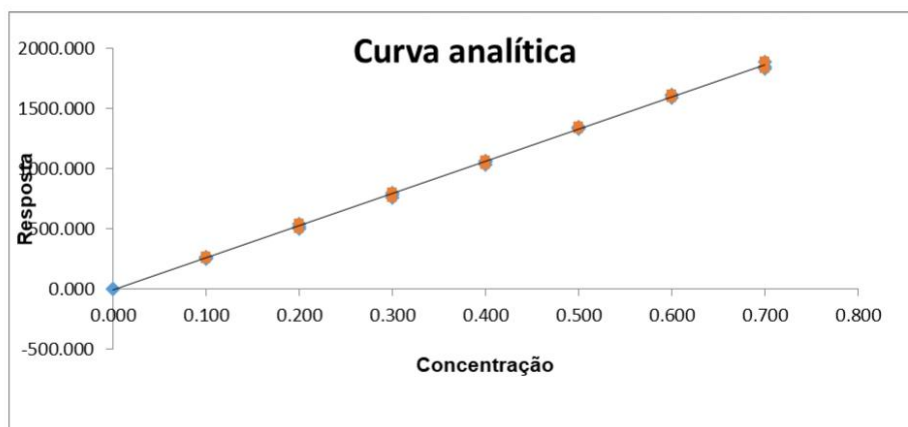



Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,1 a 0,7 mg/L. Equação $y = 2667,4679x - 6,4925$, $R^2=0,9993$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram verificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{critico}$, nenhum valor extremo foi detectado. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. A avaliação dos

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências, como mostrado na Figura 2.

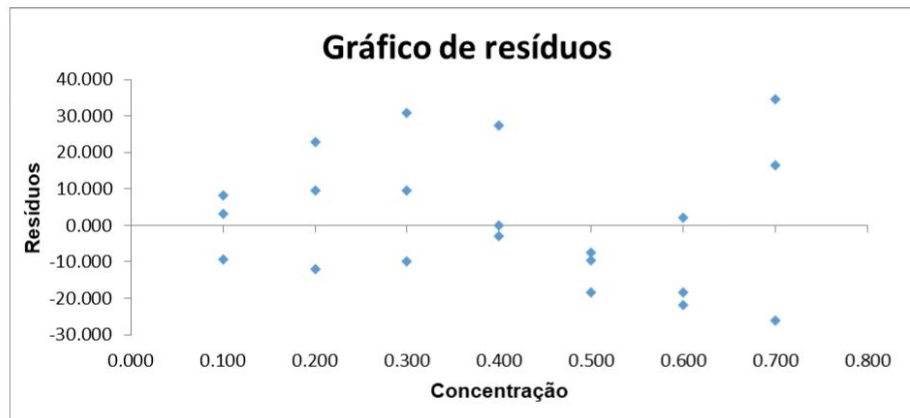


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 0,1; 0,4 e 0,6 mg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, 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 0,96% a 4,25% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.


O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,007 mg/L. O limite de quantificação foi o nível de 0,100 mg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------




	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 4 de 4	

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de ferro dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de emissão óptica por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Lítio Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de lítio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050		
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
				Página 3 de 4

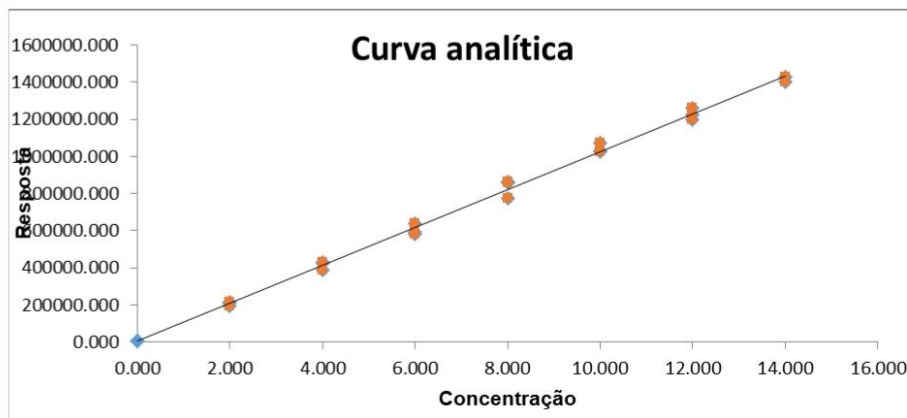


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y = 101936,2820x + 6128,9570$, $R^2 = 0,9970$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{critico}$, um valor extremo foi detectado e removido da curva analítica no nível 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

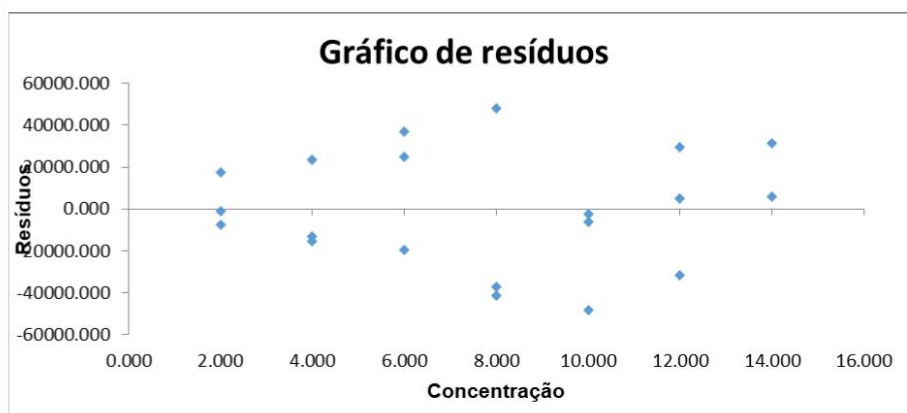



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 1,90% a 3,78% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,007 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de lítio dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 31/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 31/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Manganês Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de manganês em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 15,0; 30,0; 45,0; 60,0; 75,0; 90,0; 105,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 15,0 a 105,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

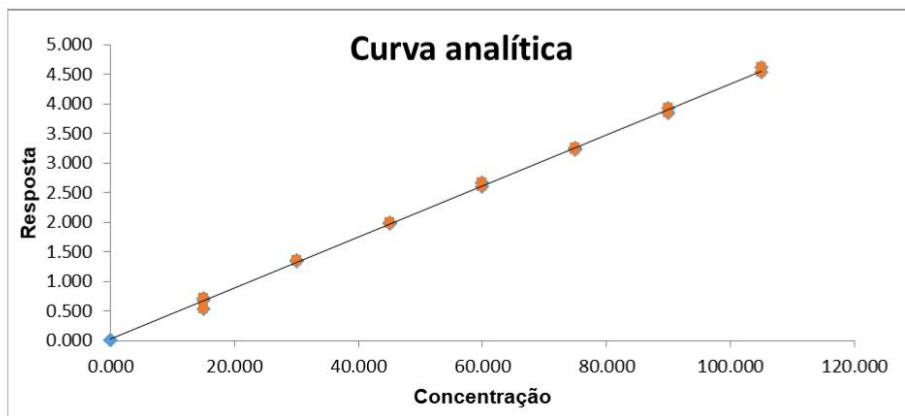


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 15,0 a 105,0 µg/L. Equação $y=0,0430x + 0,0220$, $R^2=0,9990$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, um valor extremo foi detectado e removido da curva analítica no nível de 105,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

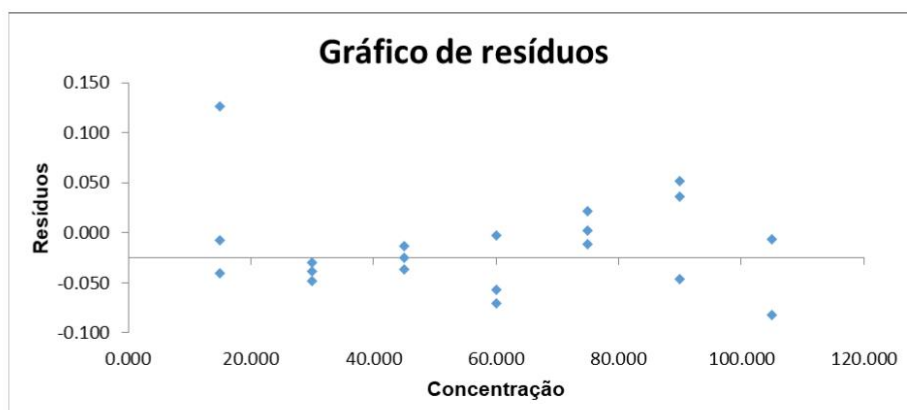



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 15,0; 45,0 e 90,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, 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 2,54% a 10,81% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,066 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 15,000 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de manganês dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Molibdênio Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 2 de 4		

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de molibdênio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050		
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
				Página 3 de 4

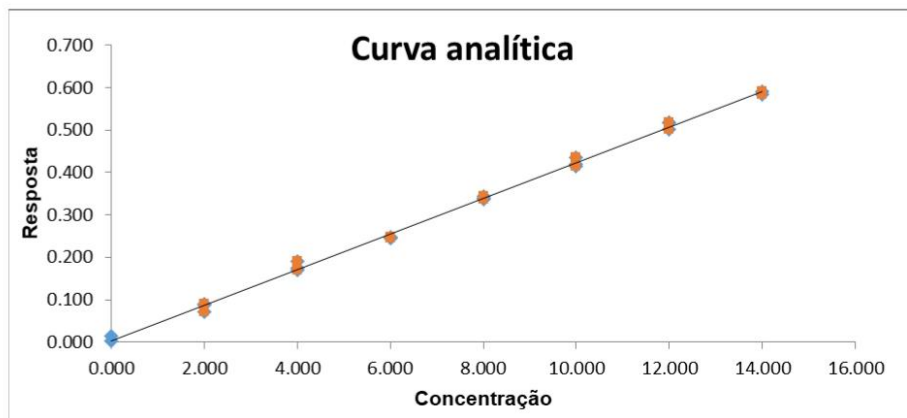


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0419x + 0,0036$, $R^2=0,9978$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{critico}$, um valor extremo foi detectado e removido da curva analítica no nível de 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

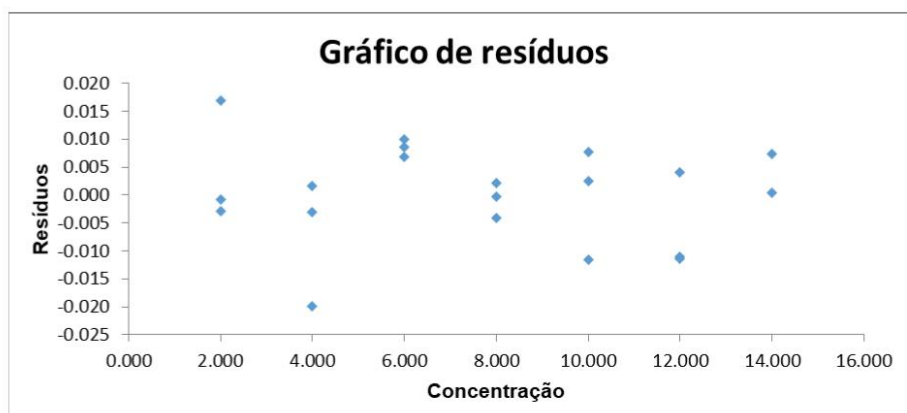



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 4,88% a 10,57% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,938 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 3,500 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de molibdênio dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Níquel – 58 Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de níquel em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050		
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
				Página 3 de 4

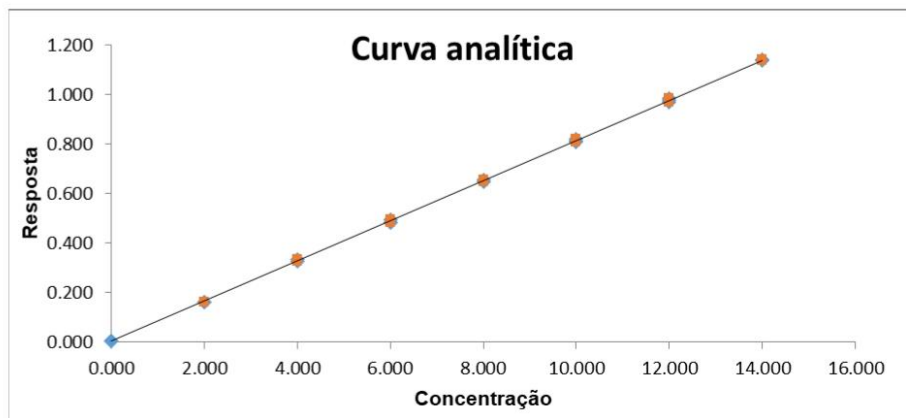


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0810x + 0,0038$, $R^2=0,9998$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, quatro valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 2,0, 4,0, 8,0 e 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

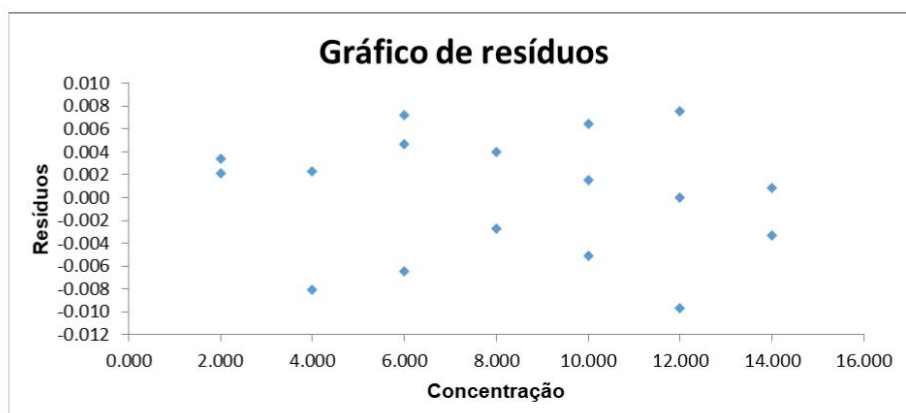



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 0,90% a 3,40% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,057 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de níquel – 58 dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 31/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 31/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Níquel - 60 Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de níquel em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050		
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
				Página 3 de 4

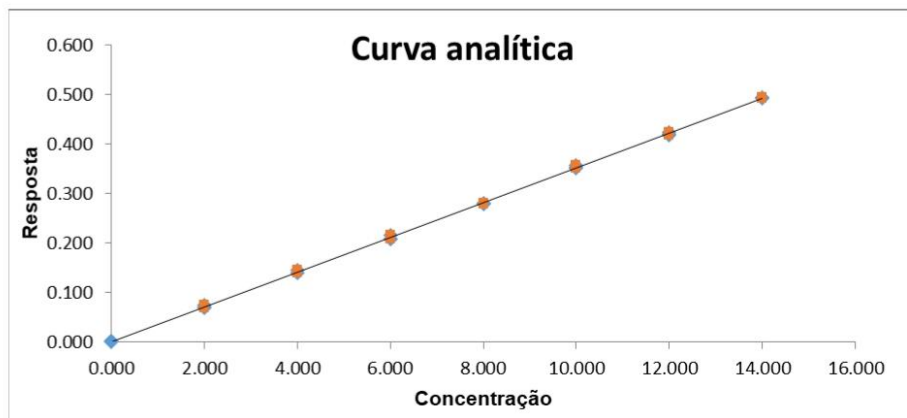


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0350x + 0,0016$, $R^2=0,9997$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, três valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 4,0, 8,0 e 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

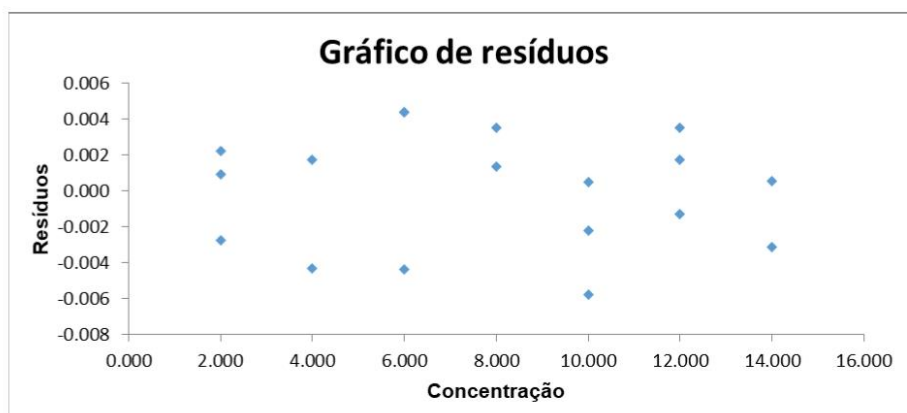



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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% a 3,59% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,060 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,00 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de níquel – 60 dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 31/05/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 31/05/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Chumbo 208 Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de chumbo em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050		
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
				Página 3 de 4

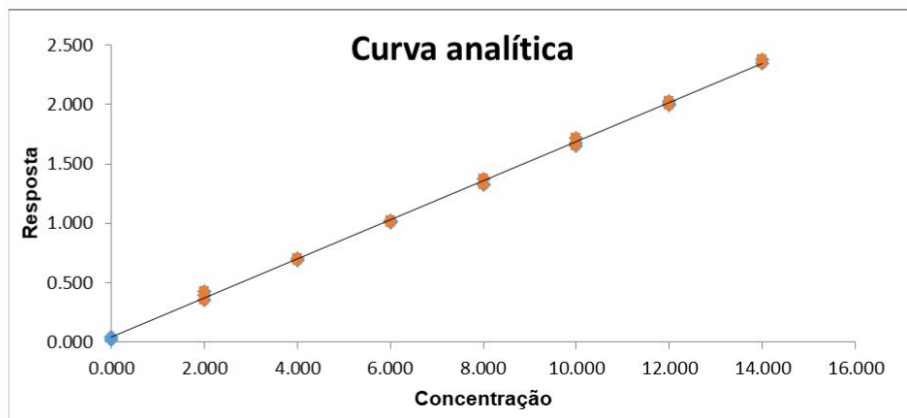


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,1644x + 0,0397$, $R^2=0,9991$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, dois valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 4,0 e 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

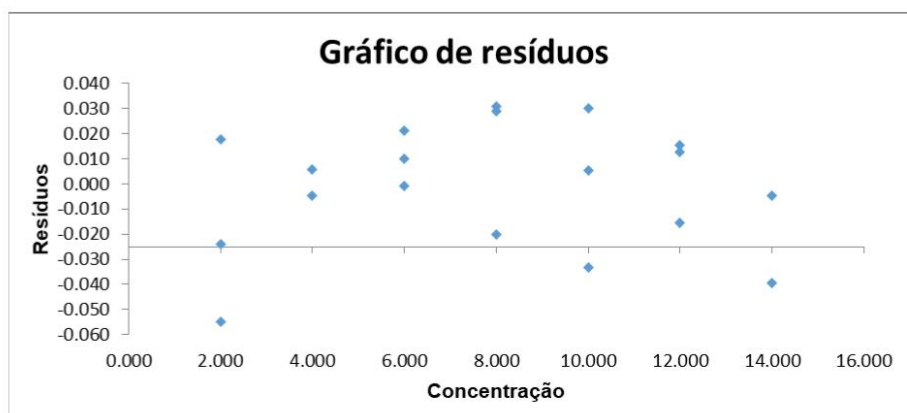



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 0,99% a 5,71% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,126 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,000 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de chumbo 208 dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Antimônio Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 2 de 4

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de antimônio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 3 de 4

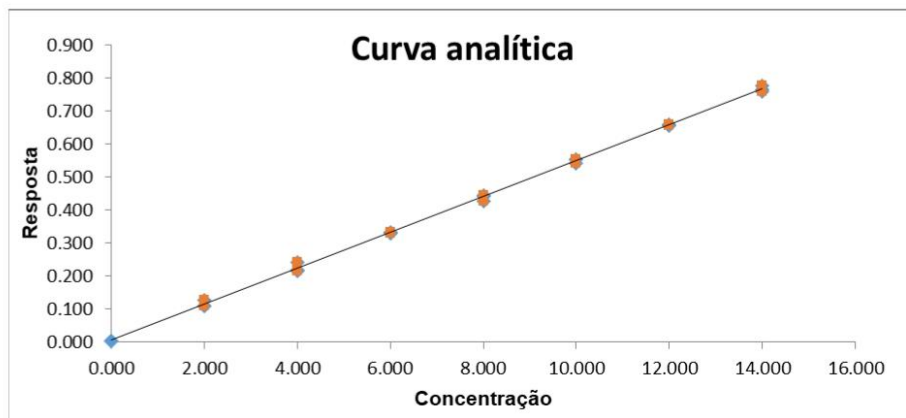


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0540x + 0,0060$, $R^2=0,9990$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram verificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, nenhum valor extremo foi detectado. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

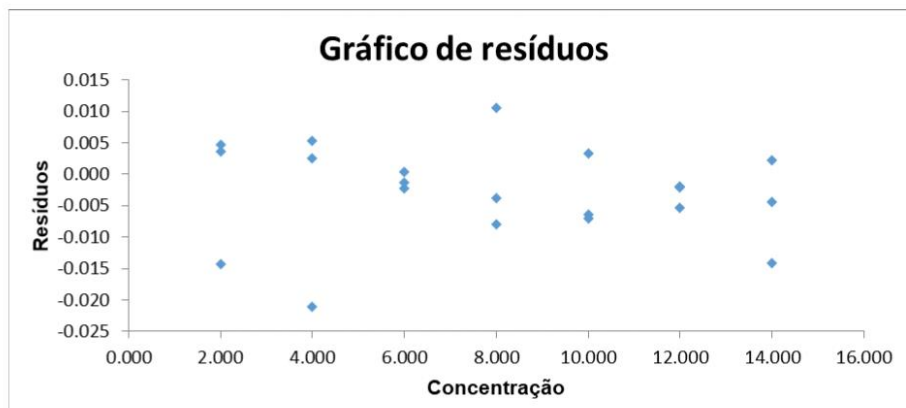



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% foram

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

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 2,27% a 5,07% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,029 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,000 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de antimônio dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00 28/01/2021
		Página 1 de 4

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Selênio Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de selênio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

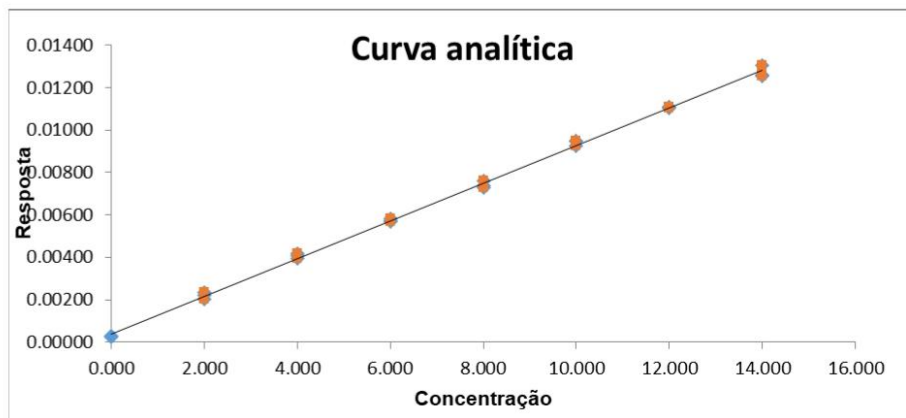


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,0009x + 0,0004$, $R^2=0,9987$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram verificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, nenhum valor extremo foi detectado. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

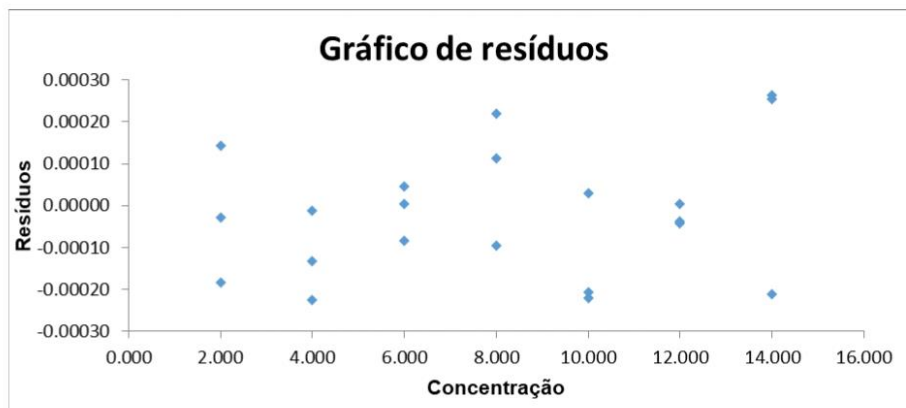



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% foram

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 4 de 4		

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 1,80% a 3,67% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,062 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,000 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de selênio dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Urânio Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de urânio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0 e 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050		
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
				Página 3 de 4

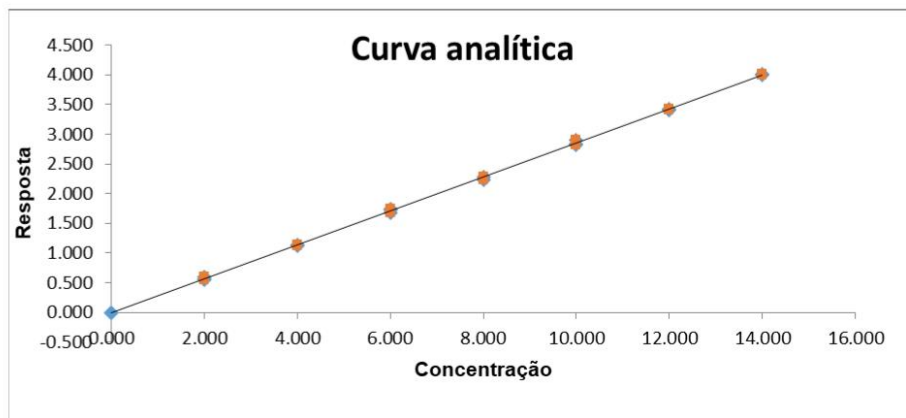


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 na 14,0 µg/L. Equação $y=0,2850x - 0,0018$, $R^2=0,9997$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, três valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 4,0; 8,0 e 14,0 µg/L. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

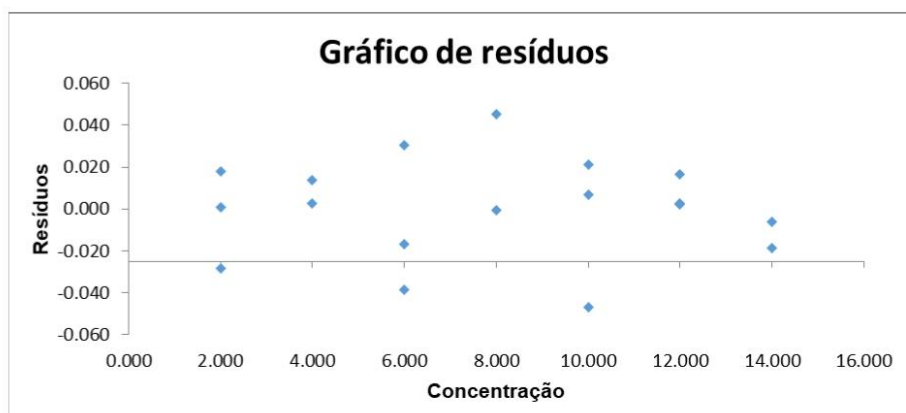



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 4 de 4	

Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% 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 2,10% a 9,39% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,012 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,000 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de urânio dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Vanádio Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente, ICP-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			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	Sigma Aldrich	RP-012/21	07/2023
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Monoelementar U	Inorganic Ventures	RP-173/21	28/09/2023
MRC Monoelementar Sb	Inorganic Ventures	RP-176/21	06/05/2024
MRC Monoelementar Y	Inorganic Ventures	RP-200/21	25/01/2025
MRC Monoelementar Mo	Inorganic Ventures	RP-175/21	30/09/2023
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-MS	ESP-001		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		
Elaboração: Wellington F. Alvarenga		Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Balão Volumétrico 10 mL	BLI-754 a BLI763
Balão Volumétrico 50 mL	D-4871
Balão Volumétrico 100 mL	D-4523, D-4571, D-4847
Balão Volumétrico 25 mL	D-5554, D-5538, D-5540, D-5535, D-5575, D-1676, D-5576, D-5590, D-5580, D-1635, D-5568, D-5531, D-5565, D-5551, C-9849, C-9837

3. RESULTADOS


Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de vanádio em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 12,0; 14,0 $\mu\text{g/L}$ 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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 2,0 a 14,0 $\mu\text{g/L}$, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 3 de 4	

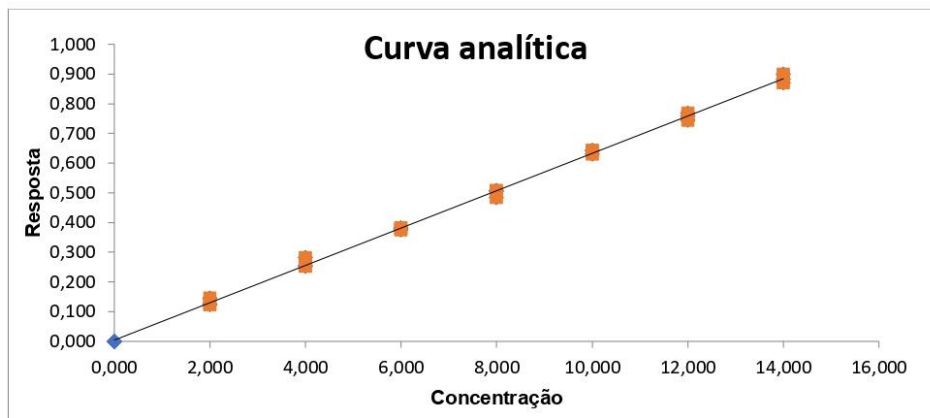


Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 2,0 a 14,0 µg/L. Equação $y=0,0628x + 0,0043$, $R^2=0,999$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram verificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, nenhum valor extremo foi detectado. A homoscedasticidade da distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. 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.

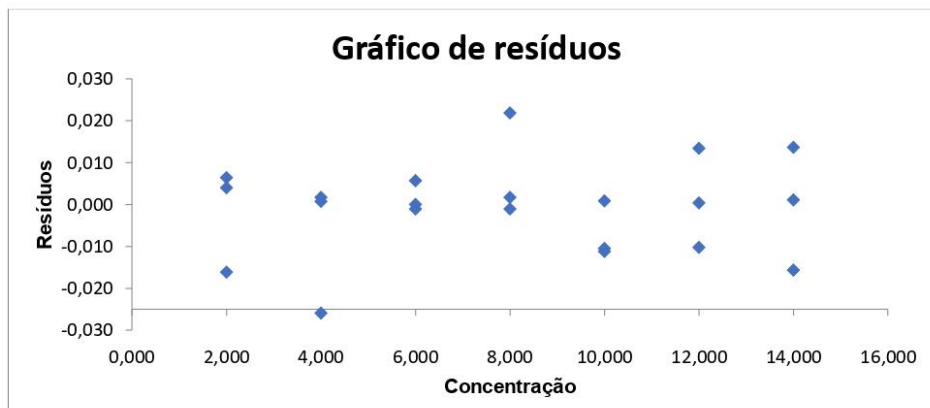



Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 2,0; 6,0 e 12,0 µg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, recuperações entre 60-115% foram

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 4 de 4	

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 0,58% a 3,13% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.

O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,016 µg/L. O limite de quantificação foi o nível de 2,000 µg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de vanádio dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de massa por plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 1 de 4		

1. ESCOPO**1.1. ANALITO/PARÂMETRO**

Zinco Dissolvido

1.2. TÉCNICA

Espectrometria de emissão atômica com plasma acoplado indutivamente, ICP-OES

1.3. MATRIZ

Água subterrânea

2. RASTREABILIDADE DO PROCESSO


FP-048 Rastreabilidade dos Dados de Verificação e Validação de Métodos

Padrões MRC e reagentes			
Elemento	Marca	Lote	Validade
MRC Multielementar	CPA-Chem	RP-167/21	13/03/2022
MRC Multielementar	Inorganic Ventures	RP-177/21	12/02/2025
MRC Monoelementar Na	Inorganic Ventures	RP-188/21	13/06/2024
MRC Monoelementar Na	Merck	RP-235/21	31/05/2022
Ácido Nítrico 65%	Merck	RP-008/21	30/11/2022
Equipamentos e Materiais			
Item	Código		
ICP-OES	ESP-002		
Destilador de ácidos	DEA-001		
Purificador de água	PUR-001		
Micropipetas	MIP-001		
	MIP-002		
	MIP-003		
Pipeta eletrônica	REL-002		

3. RESULTADOS

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
		Página 2 de 4	

Os seguintes parâmetros de desempenho para verificação do método de determinação de zinco em água subterrânea foram analisados: linearidade, precisão em toda faixa de trabalho, tendência/recuperação, limite de detecção e quantificação.

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 $\alpha=0,05$. 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 em solvente contendo o branco e 7 níveis de concentração 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; 0,6 e 0,7 mg/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 e foram incluídos nos cálculos. Foi realizado um ajuste dos dados pelo método dos mínimos quadrados ordinários não ponderados e a linearidade foi confirmada para a curva em solvente na faixa de concentração de 0,1 a 0,7 mg/L, a Figura 1 ilustra a curva analítica obtida, o critério de aceitação para o coeficiente de determinação (R^2) foi estabelecido em 0,990.

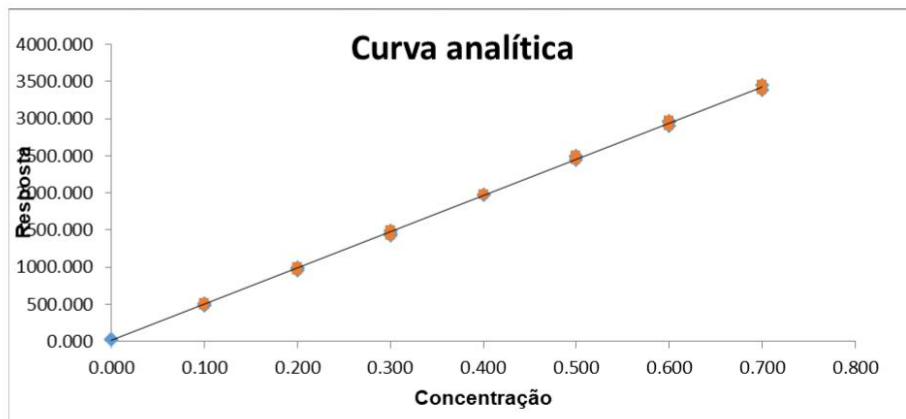



Figura 1: Curva analítica do analito no solvente obtida no ensaio de avaliação da linearidade na faixa de 0,1 a 0,7 mg/L. Equação $y = 4880,2780x + 14,5728$, $R^2 = 0,9995$.

Os valores extremos para cada nível de concentração foram identificados pelo teste dos resíduos padronizados Jackknife seguindo o critério $J_{ei} > J_{crítico}$, dois valores extremos foram detectados e removidos da curva analítica nos níveis de 0,4 e 0,7 mg/L. A homoscedasticidade da

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO	Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS	Revisão 00	28/01/2021
	Página 3 de 4		

distribuição dos dados foi avaliada pelo teste de Cochran. A avaliação dos resíduos da regressão foi realizada de forma gráfica e não foi observada tendências, como mostrado na Figura 2.

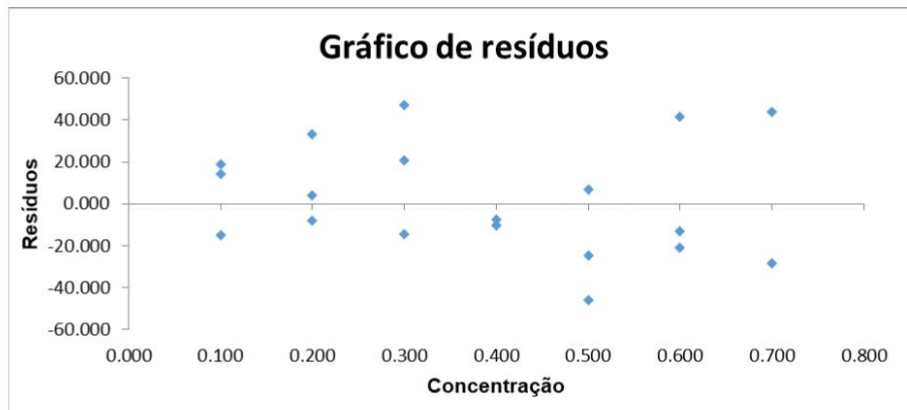


Figura 2: Gráfico dos resíduos da regressão da curva analítica.

A exatidão foi avaliada por brancos fortificados com MRC, foram preparados de forma independente 6 brancos fortificados em 3 níveis de concentração diferentes, 0,1; 0,4 e 0,6 mg/L. Seguindo os critérios de aceitação definido pela AOAC, 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 0,84% a 3,16% 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 precisão adequada do método sob condições de repetibilidade e precisão intermediária.


O limite de detecção foi calculado pelo branco da amostra obtendo valor de 0,003 mg/L. O limite de quantificação foi o nível de 0,100 mg/L, menor concentração em que se obteve 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. CONCLUSÃO

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



	FORMULÁRIO PADRÃO		Código: FP-050	
	RELATÓRIO DE VERIFICAÇÃO E VALIDAÇÃO DE MÉTODOS		Revisão 00	28/01/2021
			Página 4 de 4	

O método é adequado ao uso pretendido, os parâmetros de desempenho necessários para a análise quantitativa para a determinação de zinco dissolvido em águas subterrâneas empregando Espectrometria de emissão atômica com plasma acoplado indutivamente foram alcançados.

Elaboração: Nathália Rodrigues	Data: 09/06/2021
Aprovação: Mariana Ramos	Data: 09/06/2021

Elaboração: Wellington F. Alvarenga	Revisão: Mariana Ramos	Aprovação: Wellington F. Alvarenga
-------------------------------------	------------------------	------------------------------------



PRESTAÇÃO DE CONTAS

FINANCIADOR:	TRIBUNAL DE JUSTICA DO ESTADO DE MINAS GERAIS
PROJETO:	27767- RUMADINHO/FACE/SUBPROJETO - 16 Análise de metais e metaloides em água subterrânea.
PROCESSO:	205/2020 - 23072.213623/2020-54
COORDENADOR:	LETICIA MALTA COSTA
PERÍODO:	07/12/2020 À 21/04/2021

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

D4Sign 65a57ed4-7c3d-4aed-9963-1c08b93590bc - 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: 22072121185404500009553481191
<https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121185404500009553481191>
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:18:54

EXECUÇÃO DA RECEITA E DESPESA

OBJETO: "Análise de metais e metaloides em água subterrânea."

CONTRATANTE/CONTRATADA:		CONTRATO: 205/2020 - PROCESSO: 23072.213623/2020-54	
		REFERÊNCIA FUNDEP: 27767	
UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DQUI-QUIMICA (ICEX-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP		PRESTAÇÃO DE CONTAS FINAL	
		PERÍODO: 07/12/2020 À 21/04/2021	
RECEITA		DESPESA	
SALDO ANTERIOR	0,00	DESPESAS	
RECURSOS RECEBIDOS	196.495,34	MATERIAL DE CONSUMO	75.638,86
LIBERAÇÃO 19/05/2020	196.495,34	EQUIP./MATERIAL PERMANENTE	20.044,90
		CUSTOS ADMINISTRATIVOS	17.700,66
		O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	10.911,96
		RESOLUCAO 10/95-DEPARTAMENTO	14.303,57
		RESOLUCAO 10/95-UNIDADE	3.575,89
		RESOLUCAO 10/95-UFMG	3.575,89
		BOLSA	50.939,80
		TARIFAS BANCARIAS	39,36
		DEVOLUCAO DE SALDO	160,42
TOTAL RECEITAS	196.495,34	TOTAL DESPESAS	196.891,31
RENDIMENTOS NO PERÍODO	395,97	SALDO EM 07/06/2021	0,00
TOTAL	196.891,31	TOTAL	196.891,31
EXECUTOR		RESPONSÁVEL PELA EXECUÇÃO	
Thiago Mariano Ribeiro dos S. de Abreu Analista de Projetos		Wesley Roberto de Paiva Analista de Prestação de Contas	





RELAÇÃO DE PAGAMENTOS

REC.	ITEM	CREDOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DQUI-QUIMICA (ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP						PRESTAÇÃO DE CONTAS			
1- CONC.	OBJETO: "Análise de metais e metaloides em água subterrânea."						PARCIAL	X	FINAL
2 - EXEC.	PROCESSO: 23072.213623/2020-54					PERÍODO: 07/12/2020 À 21/04/2021			
3 - OUTROS	REFERÊNCIA FUNDEP: 27767								
REC.	ITEM	CREDOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
1	1	AMANDA CRISTINA SOARES COELHO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	115.535.816-36	BOLSA	GEFIN 49553/21	14/01/2021	202101	14/01/2021	1.657,62
1	2	FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 49620/21	15/01/2021	743433	15/01/2021	150,69
1	3	IZABELLA FIGUEIREDO GAGLIARDI LAMARI - Ref. BOLSA DE PESQUISA	130.705.486-28	BOLSA	GEFIN 49728/21	20/01/2021	202012	20/01/2021	1.094,04
1	4	IZABELLA FIGUEIREDO GAGLIARDI LAMARI - Ref. BOLSA DE PESQUISA	130.705.486-28	BOLSA	GEFIN 49728/21	20/01/2021	202101	20/01/2021	1.094,03
1	5	ANALITICA LTDA	25.932.088/0001-00	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 49718/21	20/01/2021	000.045.394	12/01/2021	80,00
1	6	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAGAMENTOS	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	20/01/2021	830.201.200.345.966	20/01/2021	2,46
1	7	MARIANA RAMOS DE ALMEIDA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	066.673.886-60	BOLSA	GEFIN 49709/21	21/01/2021	202012	21/01/2021	7.030,08
1	8	LETÍCIA MALTA COSTA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	910.032.886-34	BOLSA	GEFIN 49709/21	21/01/2021	202012	21/01/2021	7.030,08
1	9	LETÍCIA MALTA COSTA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	910.032.886-34	BOLSA	GEFIN 49709/21	21/01/2021	202101	21/01/2021	7.030,07
1	10	MARIANA RAMOS DE ALMEIDA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	066.673.886-60	BOLSA	GEFIN 49709/21	21/01/2021	202101	21/01/2021	7.030,07
1	11	ELIONAI CASSIANA DE LIMA GOMES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	072.601.856-27	BOLSA	GEFIN 49709/21	21/01/2021	202012	21/01/2021	3.515,04
1	12	ELIONAI CASSIANA DE LIMA GOMES - Ref. BOLSA DE PESQUISA	072.601.856-27	BOLSA	GEFIN 49709/21	21/01/2021	202101	21/01/2021	3.515,03
1	13	AMANDA CRISTINA SOARES COELHO - Ref. BOLSA DE PESQUISA	115.535.816-36	BOLSA	GEFIN 49709/21	21/01/2021	202101	21/01/2021	1.657,62
1	14	NATHALIA RODRIGUES DE OLIVEIRA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	088.505.326-52	BOLSA	GEFIN 49709/21	21/01/2021	202012	21/01/2021	2.368,03
1	15	NATHALIA RODRIGUES DE OLIVEIRA - Ref. BOLSA DE PESQUISA	088.505.326-52	BOLSA	GEFIN 49709/21	21/01/2021	202101	21/01/2021	2.368,03
1	16	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAGAMENTOS	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	21/01/2021	890.211.100.012.450	21/01/2021	2,46
1	17	FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 49786/21	22/01/2021	744770	22/01/2021	3.983,37
1	18	DQUI-QUIMICA	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-DEPARTAMENTO	GEFIN 49823/21	25/01/2021	AD	25/01/2021	14.303,57
1	19	ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-UNIDADE	GEFIN 49823/21	25/01/2021	AD	25/01/2021	3.575,89
1	20	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS	17.217.985/0001-04	RESOLUCAO 10/95-UFGM	GEFIN 49823/21	25/01/2021	AD	25/01/2021	3.575,89
1	21	FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 49964/21	29/01/2021	745548	29/01/2021	1.950,48
1	22	BANCO SANTANDER (BRASIL) S.A. - CÂMBIO EM FAVOR DE: EIGENVECTOR RESEARCH I	90.400.888/0001-42	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 50053/2021 GEIMP-PROC. 1362533/17477	03/02/2021	2101222844	03/02/2021	3.916,46
1	23	BANCO SANTANDER (BRASIL) S.A. - CÂMBIO EM FAVOR DE: EIGENVECTOR RESEARCH I - IOF	90.400.888/0001-42	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 50053/2021 GEIMP-PROC. 1362533/17477	03/02/2021	2101222844	03/02/2021	238,38
1	24	FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 50171/21	05/02/2021	746629	05/02/2021	402,80
1	25	ICELTEC LTDA	71.403.927/0001-10	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50102/21	05/02/2021	000.007.275	08/01/2021	276,00
1	26	ANALITICA LTDA	25.932.088/0001-00	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50175/21	09/02/2021	000.045.392	12/01/2021	5.940,00
1	27	ANALITICA LTDA	25.932.088/0001-00	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50175/21	09/02/2021	000.045.396	12/01/2021	1.668,00
1	28	BNT BUSINESS DISTRIBUIDORA HOSPITALAR LTDA	27.330.676/0001-08	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50175/21	09/02/2021	000.002.158	12/01/2021	101,27
1	29	ECONOLAB PRODUTOS PARA LABORATORIO LTDA	15.515.215/0001-12	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50278/21	10/02/2021	7804	05/01/2021	1.940,00
1	30	LUIZ ALBERTO FERREIRA ALVES 90818067691	30.574.622/0001-94	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50321/21	11/02/2021	000.000.008	09/02/2021	136,00

1/5

D4Sign 65a57ed4-7c3d-4aed-9963-1c08b93590bc - 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: 2207212118540450009553481191
<https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=2207212118540450009553481191>
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:18:54

Num. 9557389522 - Pág. 3



RELAÇÃO DE PAGAMENTOS

RECURSOS						PRESTAÇÃO DE CONTAS			
UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DQUI-QUIMICA (ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP									
1- CONC.	OBJETO: "Análise de metais e metaloides em água subterrânea."						PARCIAL	X	FINAL
2 - EXEC.	PROCESSO: 23072.213623/2020-54					PERÍODO: 07/12/2020 À 21/04/2021			
3 - OUTROS	REFERÊNCIA FUNDEP: 27767								
REC.	ITEM	CREADOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
1	31	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	11/02/2021	800.421.100.162.197	11/02/2021	2,46
1	32	FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 50371/21	12/02/2021	747585	12/02/2021	889,80
1	33	NOVA ANALITICA IMPORTAÇÃO E EXPORTAÇÃO LTDA	67.774.679/0001-47	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50357/21	18/02/2021	106958	21/01/2021	4.594,26
1	34	QUIMIGOL IMPORTAÇÃO E COMÉRCIO EIRELI - EPP	28.545.344/0001-03	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50357/21	18/02/2021	000.001.383	20/01/2021	2.041,39
1	35	LOJA DO LABORATORIO PRODUTOS DE PERFUMARIA, COSMETICOS E HIG. PESSOAL EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50408/21	18/02/2021	1453	18/01/2021	82,00
1	36	FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 50521/21	19/02/2021	748846	19/02/2021	610,69
1	37	FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 50725/21	26/02/2021	750166	26/02/2021	201,82
1	38	VICTORIA SILVA AMADOR - Ref. BOLSA DE PESQUISA	105.119.296-09	BOLSA	GEFIN 50670/21	26/02/2021	202012	26/02/2021	1.110,01
1	39	VICTORIA SILVA AMADOR - Ref. BOLSA DE PESQUISA	105.119.296-09	BOLSA	GEFIN 50670/21	26/02/2021	202101	26/02/2021	1.110,01
1	40	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - ESTORNO PARCIAL REF.DESP OCORRIDA EM 25/01/2021	17.217.985/0001-04	RESOLUCAO 10/95-UFMG	DOC 197.838	03/03/2021	AC	03/03/2021	(2.666,40)
1	41	ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG - ESTORNO PARCIAL REF.DESP OCORRIDA EM 25/01/2021	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-UNIDADE	DOC 197.838	03/03/2021	AC	03/03/2021	(2.666,40)
1	42	DQUI-QUIMICA - ESTORNO PARCIAL REF.DESP OCORRIDA EM 25/01/2021	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-DEPARTAMENTO	DOC 197.838	03/03/2021	AC	03/03/2021	(10.665,60)
1	43	VICTORIA SILVA AMADOR - Ref. BOLSA DE PESQUISA	105.119.296-09	BOLSA	GEFIN 50860/21	05/03/2021	202102	05/03/2021	1.110,01
1	44	LOJA DO LABORATORIO PRODUTOS DE PERFUMARIA, COSMETICOS E HIG. PESSOAL EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50412/21	08/03/2021	1637	24/02/2021	48,00
1	45	AIR PRODUCTS BRASIL LTDA	43.843.358/0009-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 50981/21	11/03/2021	000080954	11/02/2021	922,91
1	46	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	11/03/2021	800.701.100.174.900	11/03/2021	2,46
1	47	INTRALAB BRASIL COMERCIO DE PRODUTOS E EQUIPAMENTOS MÉDICO LABORATORIAIS LTDA	19.108.211/0001-70	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51106/21	16/03/2021	4324	03/03/2021	73,85
1	48	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	16/03/2021	800.751.100.139.292	16/03/2021	2,46
1	49	TWO CLOUD SERVICOS DE INFORMATICA EIRELI	35.093.555/0001-00	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 51240/21	22/03/2021	108	12/03/2021	2.336,04
1	50	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	22/03/2021	880.811.100.121.187	22/03/2021	2,46
1	51	DQUI-QUIMICA	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-DEPARTAMENTO	GEFIN 51347/21	24/03/2021	AD	24/03/2021	1.852,50
1	52	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	463,12
1	53	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS	17.217.985/0001-04	RESOLUCAO 10/95-UFMG	GEFIN 51347/21	24/03/2021	AD	24/03/2021	463,12
1	54	AIR PRODUCTS BRASIL LTDA	43.843.358/0009-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51381/21	26/03/2021	81228	26/02/2021	922,91
1	55	BIO RESEARCH DO BRASIL INSTRUMENT.CIENT.LTDA	00.868.405/0001-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51381/21	26/03/2021	18875	26/02/2021	670,00
1	56	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	26/03/2021	860.851.100.263.037	26/03/2021	2,46
1	57	ANALITICA LTDA	25.932.088/0001-00	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51260/21	29/03/2021	45780	01/03/2021	410,00
1	58	ANALITICA LTDA	25.932.088/0001-00	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51453/21	29/03/2021	45907	01/03/2021	1.540,00
1	59	PRO-ANALISE QUIMICA E DIAGNOSTICA LTDA	00.398.022/0002-32	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51441/21	30/03/2021	107530	19/03/2021	1.070,00
1	60	AIR PRODUCTS BRASIL LTDA	43.843.358/0009-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51422/21	31/03/2021	81320	03/03/2021	922,91
1	61	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	31/03/2021	800.901.100.313.844	31/03/2021	2,46
1	62	VIA VAREJO S/A	33.041.260/0652-90	EQUIP./MATERIAL PERMANENTE	GEFIN 51581/21	01/04/2021	002.455.282	31/03/2021	1.613,90
1	63	ALURETEC COMERCIO LTDA	11.916.165/0001-24	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51533/21	01/04/2021	000.003.517	25/03/2021	3.162,25

2/5

D4Sign 65a57ed4-7c3d-4aed-9963-1c08b93590bc - 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: 2207212118540450009553481191
<https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=2207212118540450009553481191>
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:18:54

Num. 9557389522 - Pág. 4



RELAÇÃO DE PAGAMENTOS

REC.	ITEM	CREDOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DQUI-QUIMICA (ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP						PRESTAÇÃO DE CONTAS			
1- CONC.	OBJETO: "Análise de metais e metaloides em água subterrânea."						PARCIAL	X	FINAL
2 - EXEC.	PROCESSO: 23072.213623/2020-54					PERÍODO: 07/12/2020 À 21/04/2021			
3 - OUTROS	REFERÊNCIA FUNDEP: 27767								
1	64	LETÍCIA MALTA COSTA - REEMBOLSO DE DESPESAS - PAGAMENTOS A SABER: QUIMIGOL IMPORTAÇÃO E COMÉRCIO EIRELI - EPP - NF 1447 - R\$ 796,00	910.032.886-34	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51535/2021	01/04/2021	1376579	29/03/2021	796,00
1	65	LETÍCIA MALTA COSTA - REEMBOLSO DE DESPESAS - PAGAMENTOS A SABER: QUIMIGOL IMPORTAÇÃO E COMÉRCIO EIRELI - EPP - NF 1462 - R\$ 648,00	910.032.886-34	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51535/2021	01/04/2021	1376571	29/03/2021	648,00
1	66	LETÍCIA MALTA COSTA - REEMBOLSO DE DESPESAS - PAGAMENTOS A SABER: PRIMER COMERCIO DE SUPRIMENTOS HOSPITALARES EIRELI - NF 173 - R\$ 300,00	910.032.886-34	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51535/2021	01/04/2021	1376581	29/03/2021	300,00
1	67	LETÍCIA MALTA COSTA - REEMBOLSO DE DESPESAS - PAGAMENTOS A SABER: CASA DO LABORATORIO LTDA (CASALAB) - NF 34054 - R\$ 232,00	910.032.886-34	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51535/2021	01/04/2021	1376583	29/03/2021	232,00
1	68	LETÍCIA MALTA COSTA - REEMBOLSO DE DESPESAS - PAGAMENTOS A SABER: Kalunga Comércio e Indústria Gráfica Ltda - NF 036949 - R\$ 222,50	910.032.886-34	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51535/2021	01/04/2021	1376600	29/03/2021	222,50
1	69	LETÍCIA MALTA COSTA - REEMBOLSO DE DESPESAS - PAGAMENTOS A SABER: Kalunga Comércio e Indústria Gráfica Ltda - NF 37450 - R\$ 201,50	910.032.886-34	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51535/2021	01/04/2021	1376603	29/03/2021	201,50
1	70	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	01/04/2021	860.911.100.201.501	01/04/2021	2,46
1	71	VICTORIA SILVA AMADOR - Ref. BOLSA DE PESQUISA	105.119.296-09	BOLSA	GEFIN 51594/21	05/04/2021	202104	05/04/2021	1.110,01
1	72	LETÍCIA MALTA COSTA - REEMBOLSO DE DESPESAS - PAGAMENTOS A SABER: IRMAOS DUARTE CALIBRA OES LTDA (ENGEAL) - NF 2021/346 - R\$ 339,93	910.032.886-34	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 51569/2021	05/04/2021	1376592	29/03/2021	322,93
1	73	BNT BUSINESS DISTRIBUIDORA HOSPITALAR LTDA	27.330.676/0001-08	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51563/21	05/04/2021	000.002.658	25/03/2021	180,00
1	74	AIR PRODUCTS BRASIL LTDA	43.843.358/0009-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51625/21	06/04/2021	81447	09/03/2021	922,91
1	75	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	06/04/2021	820.961.200.264.261	06/04/2021	2,46
1	76	SILVANE CRISTINA DOS SANTOS VICENTE	35.316.374/0001-03	EQUIP./MATERIAL PERMANENTE	GEFIN 51655/21	07/04/2021	220	10/03/2021	5.575,00
1	77	CARVALHAES PRODUTOS PARA LABORATORIOS LTDA	01.530.501/0001-42	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51709/21	08/04/2021	128.991	11/03/2021	4.738,00
1	78	MUNICIPIO DE BELO HORIZONTE - Ref. Retencao S/NF	18.715.383/0001-40	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 51752/21	09/04/2021	2021/346	05/02/2021	17,00
1	79	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 51786/21	09/04/2021	757694	09/04/2021	1.533,29
1	80	SIGMA ALDRICH BRASIL LTDA	68.337.658/0001-27	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51794/21	12/04/2021	000.956.112	15/03/2021	557,10
1	81	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	12/04/2021	821.021.200.434.246	12/04/2021	2,46
1	82	PROTHEUS COMÉRCIO DE PRODUTOS E EQUIPAMENTOS PARA AUTOMAÇÃO LTDA.	22.154.980/0001-10	EQUIP./MATERIAL PERMANENTE	GEFIN 51844/21	13/04/2021	402	16/03/2021	6.906,00
1	83	LOJA DO LABORATORIO PRODUTOS DE PERFUMARIA, COSMETICOS E HIG. PESSOAL EIRELI	31.503.963/0001-31	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51870/21	15/04/2021	1806	31/03/2021	27,78
1	84	FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 51966/21	16/04/2021	759031	16/04/2021	1.089,53
1	85	CARVALHAES PRODUTOS PARA LABORATÓRIO LTDA	01.530.501/0002-23	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51883/21	16/04/2021	41125	01/04/2021	1.166,52
1	86	CIENTEC EQUIPAMENTOS CIENTIFICOS LTDA - EPP	07.368.433/0001-43	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51883/21	16/04/2021	000.005.354	22/03/2021	3.325,00

3/5

D4Sign 65a57ed4-7c3d-4aed-9963-1c08b93590bc - 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: 2207212118540450009553481191
<https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=2207212118540450009553481191>
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:18:54

Num. 9557389522 - Pág. 5



RELAÇÃO DE PAGAMENTOS

REC.	ITEM	CREDOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DQUI-QUIMICA (ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP						PRESTAÇÃO DE CONTAS			
1- CONC.	OBJETO: "Análise de metais e metaloides em água subterrânea."						PARCIAL	X	FINAL
2 - EXEC.	PROCESSO: 23072.213623/2020-54					PERÍODO: 07/12/2020 À 21/04/2021			
3 - OUTROS	REFERÊNCIA FUNDEP: 27767								
1	87	BIOLAB INSTRUMENTOS E MATERIAIS DE LABORATORIO LTDA	37.817.064/0001-90	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 51952/21	19/04/2021	99	31/03/2021	439,00
1	88	SILVANE CRISTINA DOS SANTOS VICENTE	35.316.374/0001-03	EQUIP./MATERIAL PERMANENTE	GEFIN 51952/21	19/04/2021	226	25/03/2021	5.950,00
1	89	TTF INFORMATICA LTDA	05.984.395/0001-28	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 51952/21	19/04/2021	78	30/03/2021	2.699,99
1	90	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	19/04/2021	801.091.100.086.186	19/04/2021	2,46
1	91	AIR PRODUCTS BRASIL LTDA	43.843.358/0009-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	000082369	16/04/2021	2.768,74
1	92	AIR PRODUCTS BRASIL LTDA	43.843.358/0009-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	000082370	16/04/2021	2.768,74
1	93	AIR PRODUCTS BRASIL LTDA	43.843.358/0009-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	82285	14/04/2021	1.494,01
1	94	AIR PRODUCTS BRASIL LTDA	43.843.358/0009-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	82315	15/04/2021	922,91
1	95	AIR PRODUCTS BRASIL LTDA	43.843.358/0009-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	82098	06/04/2021	922,91
1	96	AIR PRODUCTS BRASIL LTDA	43.843.358/0009-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	81821	25/03/2021	922,91
1	97	AIR PRODUCTS BRASIL LTDA	43.843.358/0009-46	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	81655	18/03/2021	922,91
1	98	LABSCIENCE DE MINAS INSTRUMENTOS CIENTIFICOS LTDA	01.520.917/0001-80	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 52043/21	20/04/2021	2021/28	16/04/2021	1.321,22
1	99	LEILIANE DE JESUS DA SILVA 02938428170	23.609.226/0001-90	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	91	19/04/2021	5.500,00
1	100	PORT DISTRIBUIDORA DE INFORMATICA E PAPELARIA LTDA	08.228.010/0005-14	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	000352410	14/04/2021	484,58
1	101	CARVALHAES PRODUTOS PARA LABORATORIOS LTDA	01.530.501/0001-42	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	129038	16/03/2021	6.432,50
1	102	CARVALHAES PRODUTOS PARA LABORATORIOS LTDA	01.530.501/0001-42	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	129657	19/04/2021	4.797,15
1	103	CCL DISTRIBUIDORA EIRELI	05.786.956/0001-84	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	192.830	15/04/2021	122,90
1	104	CIENTEC EQUIPAMENTOS CIENTIFICOS LTDA - EPP	07.368.433/0001-43	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	5509	16/04/2021	576,00
1	105	EPPENDORF DO BRASIL LTDA	03.010.937/0001-36	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	43773	14/04/2021	5.866,04
1	106	EPPENDORF DO BRASIL LTDA	03.010.937/0001-36	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52043/21	20/04/2021	00004580	19/04/2021	180,00
1	107	CIENTEC EQUIPAMENTOS CIENTIFICOS LTDA - EPP	07.368.433/0001-43	MATERIAL DE CONSUMO	GEFIN 52064/21	20/04/2021	5508	16/04/2021	1.053,00
1	108	DQUI-QUIMICA	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-DEPARTAMENTO	GEFIN 52066/21	20/04/2021	AD	20/04/2021	8.869,43
1	109	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS	17.217.985/0001-04	RESOLUCAO 10/95-UFMG	GEFIN 52066/21	20/04/2021	AD	20/04/2021	2.217,35
1	110	ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-UNIDADE	GEFIN 52066/21	20/04/2021	AD	20/04/2021	2.217,35
1	111	FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 52070/21	20/04/2021	759459	20/04/2021	4.296,18
1	112	VICTORIA SILVA AMADOR - Ref. BOLSA DE PESQUISA	105.119.296-09	BOLSA	GEFIN 52019/21	20/04/2021	202104	20/04/2021	1.110,02
1	113	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0001-91	TARIFAS BANCARIAS		20/04/2021	851.101.300.020.551	20/04/2021	2,46
1	114	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR PAG FORNEC	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	20/04/2021	851.101.300.020.551	20/04/2021	7,38
1	115	LETÍCIA MALTA COSTA - Dev. REEMBOLSO DE DESPESAS - ESTORNO TOTAL REF. A DESPESA OCORRIDA EM 01/04/2021.	910.032.886-34	MATERIAL DE CONSUMO	DOC.176.136	28/04/2021	1376600	29/03/2021	(222,50)
1	116	LETÍCIA MALTA COSTA - Dev. REEMBOLSO DE DESPESAS - ESTORNO TOTAL REF. A DESPESA OCORRIDA EM 01/04/2021.	910.032.886-34	MATERIAL DE CONSUMO		28/04/2021	1376583	29/03/2021	(232,00)
1	117	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. TAR MANUT CONTA	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	AVISO BANCARIO	04/05/2021	811.240.700.181.217	04/05/2021	54,95
1	118	MUNICÍPIO DE BELO HORIZONTE - Ref. Retencao S/NF	18.715.383/0001-40	O. SERVS. TERC. PES. JURIDICA	GEFIN 52467/21	05/05/2021	2021/28	16/04/2021	59,94
1	119	BANCO DO BRASIL S.A. - Ref. ESTORNO DE TAR MANUT CONTA OCORRIDA EM 04/05/2021.	00.000.000/0033-79	TARIFAS BANCARIAS	DOC.101.330.800.046.742	13/05/2021	811.240.700.181.217	13/05/2021	(54,95)

4/5

D4Sign 65a57ed4-7c3d-4aed-9963-1c08b93590bc - 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: 2207212118540450009553481191
<https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=2207212118540450009553481191>
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:18:54

Num. 9557389522 - Pág. 6



RELAÇÃO DE PAGAMENTOS

REC.	ITEM	CREDOR	CNPJ/CPF	RUBRICAS	CH/OB	DATA PAGTO	TÍT.CRÉDITO	DATA EMISSÃO	VALOR
UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DQUI-QUIMICA (ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA - FUNDEP						PRESTAÇÃO DE CONTAS			
1- CONC.	OBJETO: "Análise de metais e metaloides em água subterrânea."						PARCIAL	X	FINAL
2 - EXEC.	PROCESSO: 23072.213623/2020-54					PERÍODO: 07/12/2020 À 21/04/2021			
3 - OUTROS	REFERÊNCIA FUNDEP: 27767								
1	120	UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - ESTORNO PARCIAL REF.DESPESA OCORRIDA EM 20/04/2021.	17.217.985/0001-04	RESOLUCAO 10/95-UFMG	DOC.107.979	18/05/2021	AC	18/05/2021	(14,07)
1	121	ICEx-INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG - ESTORNO PARCIAL REF.DESPESA OCORRIDA EM 20/04/2021.	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-UNIDADE	DOC.107.979	18/05/2021	AC	18/05/2021	(14,07)
1	122	DQUI-QUIMICA - ESTORNO PARCIAL REF.DESPESA OCORRIDA EM 20/04/2021.	17.217.985/0004-57	RESOLUCAO 10/95-DEPARTAMENTO	DOC.107.979	18/05/2021	AC	18/05/2021	(56,33)
1	123	FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA	18.720.938/0001-41	CUSTOS ADMINISTRATIVOS	GEFIN 52833/21	18/05/2021	764467	18/05/2021	2.592,01
TOTAL GERAL DE PAGAMENTOS									196.730,89

Thiago Mariano Ribeiro dos S. de Abreu
Analista de Projetos

Wesley Roberto de Paiva
Analista de Prestação de Contas





CONCILIAÇÃO BANCÁRIA

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS - UFMG/DQUI-QUIMICA (ICEx-
INSTITUTO CIENCIAS EXATAS DA UFMG)/FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA
PESQUISA - FUNDEP

PROCESSO: 23072.213623/2020-54

REFERÊNCIA FUNDEP: 27767

FUNTE DO RECURSO	AGENTE FINANCEIRO	CONTA BANCÁRIA	AGÊNCIA Nº	PERÍODO
TRIBUNAL DE JUSTICA DO ESTADO DE MINAS GERAIS	Banco do Brasil S/A	960.379-4	1.615-2	07/12/2020 À 21/04/2021

ITEM	HISTÓRICO	VALOR
1	Saldo bancário em 07/06/2021, conforme extratos bancários em anexo 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

Wesley Roberto de Paiva
Analista de Prestação de Contas

D4Sign 65a57ed4-7c3d-4aed-9963-1c08b93590bc - 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: 22072121185404500009553481191
<https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121185404500009553481191>
Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:18:54

27767 - RELATORIOS PRESTACAO CONTAS pdf
Código do documento 65a57ed4-7c3d-4aed-9963-1c08b93590bc



Assinaturas



WESLEY ROBERTO DE PAIVA
wesleypaiva@fundep.com.br
Assinou

WESLEY ROBERTO DE PAIVA



Thiago Mariano Ribeiro dos Santos de Abreu
ThiagoAbreu@fundep.com.br
Assinou

Thiago Mariano Ribeiro dos Santos de Abreu

Eventos do documento

08 Jun 2021, 11:30:21

Documento número 65a57ed4-7c3d-4aed-9963-1c08b93590bc **criado** por WESLEY ROBERTO DE PAIVA (Conta 60168055-8483-4f73-8cdc-ed4e37f0bd94). Email :wesleypaiva@fundep.com.br. - DATE_ATOM: 2021-06-08T11:30:21-03:00

08 Jun 2021, 11:32:48

Lista de assinatura **iniciada** por WESLEY ROBERTO DE PAIVA (Conta 60168055-8483-4f73-8cdc-ed4e37f0bd94). Email: wesleypaiva@fundep.com.br. - DATE_ATOM: 2021-06-08T11:32:48-03:00

08 Jun 2021, 11:33:00

WESLEY ROBERTO DE PAIVA **Assinou** (Conta 60168055-8483-4f73-8cdc-ed4e37f0bd94) - Email: wesleypaiva@fundep.com.br - IP: 201.17.156.15 (c9119c0f.virtua.com.br porta: 9376) - Documento de identificação informado: 037.328.266-43 - DATE_ATOM: 2021-06-08T11:33:00-03:00

08 Jun 2021, 11:51:23

THIAGO MARIANO RIBEIRO DOS SANTOS DE ABREU **Assinou** (Conta 02813074-7cd2-475f-802c-92c0bf593a9c) - Email: thiagoabreu@fundep.com.br - IP: 186.206.254.114 (bacefe72.virtua.com.br porta: 33356) - [Geolocalização: -19.9416 -43.9438](#) - Documento de identificação informado: 065.429.476-39 - DATE_ATOM: 2021-06-08T11:51:23-03:00

Hash do documento original

(SHA256):56999b747ab852a72c3ae4514dfe931375ddcf34e27ccd28092d70282007bde7
(SHA512):b95b99eb81ea6bacdc9e6f68046f4de60c8c00cf5a704e757a6f8eb0f315ea052ad1286e191b6a936e5a8517fb64aa6b72b16c57edda62ffd40890363d675488

Esse log pertence **única e exclusivamente** aos documentos de HASH acima



Esse documento está assinado e certificado pela D4Sign



EXTRATOS BANCÁRIOS: CONTA CORRENTE





Extrato conta corrente

G338231737672165046
23/02/2021 17:56:30

Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Período do extrato 05 / 2020

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R\$	Saldo
13/02/2020		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
19/05/2020	19/05/2020	0000	14173	900 Resgate Depósito Judicial	47.264.317	196.495,34 C	
19/05/2020	19/05/2020	0000	00000	345 BB RF CP Aut Mais	42	196.495,34 D	0,00 C
31/05/2020		0000	00000	345 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.





Extrato conta corrente

G338231737672165047
23/02/2021 17:57:07

Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Período do extrato 06 / 2020

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R\$	Saldo
19/05/2020		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
30/06/2020		0000	00000	000 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.





Extrato conta corrente

G338231737672165048
23/02/2021 17:57:27

Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Período do extrato 07 / 2020

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R\$	Saldo
19/05/2020		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
31/07/2020		0000	00000	000 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.





Extrato conta corrente

G338231737672165049
23/02/2021 17:57:42

Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Período do extrato 08 / 2020

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R\$	Saldo
19/05/2020		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
31/08/2020		0000	00000	000 S A L D O			0,00 C

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.





Extrato conta corrente

G338231737672165051
23/02/2021 17:58:05

Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Período do extrato 09 / 2020

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R\$	Saldo
19/05/2020		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
30/09/2020		0000	00000	000 S A L D O			0,00 C

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.





Extrato conta corrente

G338231737672165053
23/02/2021 17:58:49

Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Período do extrato 10 / 2020

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R\$	Saldo
19/05/2020		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
31/10/2020		0000	00000	000 S A L D O			0,00 C

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.





Extrato conta corrente

G338231737672165054
23/02/2021 17:59:10

Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Período do extrato 11 / 2020

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R\$	Saldo
19/05/2020		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
30/11/2020		0000	00000	000 S A L D O			0,00 C

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.





Extrato conta corrente

G338231737672165055
23/02/2021 17:59:30

Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Período do extrato 12 / 2020

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R\$	Saldo
19/05/2020		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
31/12/2020		0000	00000	000 S A L D O			0,00 C

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.





Extrato conta corrente

G338231737672165056
23/02/2021 17:59:54

Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Período do extrato 01 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R\$	Saldo
19/05/2020		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
14/01/2021		0000	13134	211 Pagamentos Diversos	5.607	1.657,62 D	
14/01/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.657,62 C	0,00 C
15/01/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	7.508	150,69 D	
15/01/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	150,69 C	0,00 C
20/01/2021		0000	13134	438 Pagamentos Diversos	9.676	2.188,07 D	
20/01/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	10.079	80,00 D	
20/01/2021		0000	13113	310 Tarifa Pagamentos	830.201.200.345.966	2,46 D	
				Cobrança referente 20/01/2021			
20/01/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.270,53 C	0,00 C
21/01/2021		0000	13134	211 Pagamentos Diversos	4.901	36.807,99 D	
21/01/2021		0000	13134	393 Pagamentos Diversos	4.922	4.736,06 D	
21/01/2021		0000	13113	310 Tarifa Pagamentos	890.211.100.012.450	2,46 D	
				Cobrança referente 21/01/2021			
21/01/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	41.546,51 C	0,00 C
22/01/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	5.199	3.983,37 D	
22/01/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	3.983,37 C	0,00 C
25/01/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	5.350	21.455,35 D	
25/01/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	21.455,35 C	0,00 C
29/01/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	12.321	1.950,48 D	
29/01/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.950,48 C	0,00 C
31/01/2021		0000	00000	999 S A L D O			0,00 C

OBSERVAÇÕES:

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.





Consultas - Extrato de conta corrente

G3322511347712341
25/03/2021 11:37:07

Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
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
03/02/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	7.175	4.154,84 D	
03/02/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	4.154,84 C	0,00 C
05/02/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	21.413	402,80 D	
05/02/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	21.578	276,00 D	
05/02/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	678,80 C	0,00 C
09/02/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	6.251	7.709,27 D	
09/02/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	7.709,27 C	0,00 C
10/02/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	7.828	1.940,00 D	
10/02/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	1.940,00 C	0,00 C
11/02/2021		0000	13134	393 TED Transf.Eletr.Disponiv	6.788	136,00 D	
11/02/2021		0000	13113	170 Tarifa Pagto Forneced TED	800.421.100.162.197	2,46 D	
				Cobrança referente 11/02/2021			
11/02/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	138,46 C	0,00 C
12/02/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	10.521	889,80 D	
12/02/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	889,80 C	0,00 C
18/02/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	7.218	6.635,65 D	
18/02/2021		0000	13134	490 Pagamento a Fornecedores	7.570	82,00 D	
18/02/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	6.717,65 C	0,00 C
19/02/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	11.194	610,69 D	
19/02/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	610,69 C	0,00 C
26/02/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	13.124	201,82 D	
26/02/2021		0000	13134	211 Pagamentos Diversos	13.207	2.220,02 D	
26/02/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.421,84 C	0,00 C
28/02/2021		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





Consultas - Extrato de conta corrente

G3321912359255801
19/05/2021 12:45:59

Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4 FUNDAÇÃO 27767 BRUMADINHO
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
03/03/2021		0000	14134 612 Recebimentos Diversos	197.838	15.998,40 C	
FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQ						
03/03/2021		0000	00000 345 BB RF CP Aut Mais	42	15.998,40 D	0,00 C
05/03/2021		0000	13134 211 Pagamentos Diversos	22.324	1.110,01 D	
05/03/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	1.110,01 C	0,00 C
08/03/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	7.304	48,00 D	
08/03/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	48,00 C	0,00 C
11/03/2021		0000	13134 393 TED Transf.Eletr.Disponiv	6.142	922,91 D	
11/03/2021		0000	13113 170 Tarifa Pagto Forneced TED	800.701.100.174.900	2,46 D	
Cobrança referente 11/03/2021						
11/03/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	925,37 C	0,00 C
16/03/2021		0000	13134 393 TED Transf.Eletr.Disponiv	5.080	73,85 D	
16/03/2021		0000	13113 170 Tarifa Pagto Forneced TED	800.751.100.139.292	2,46 D	
Cobrança referente 16/03/2021						
16/03/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	76,31 C	0,00 C
22/03/2021		0000	13134 393 TED Transf.Eletr.Disponiv	7.049	2.336,04 D	
22/03/2021		0000	13113 170 Tarifa Pagto Forneced TED	880.811.100.121.187	2,46 D	
Cobrança referente 22/03/2021						
22/03/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	2.338,50 C	0,00 C
24/03/2021		0000	13134 144 Pagamentos Diversos	5.261	2.778,74 D	
24/03/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	2.778,74 C	0,00 C
26/03/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	6.325	670,00 D	
26/03/2021		0000	13134 393 TED Transf.Eletr.Disponiv	6.326	922,91 D	
26/03/2021		0000	13113 170 Tarifa Pagto Forneced TED	860.851.100.263.037	2,46 D	
Cobrança referente 26/03/2021						
26/03/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	1.595,37 C	0,00 C
29/03/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	8.184	410,00 D	
29/03/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	8.302	1.540,00 D	
29/03/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	1.950,00 C	0,00 C
30/03/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	12.078	1.070,00 D	
30/03/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	1.070,00 C	0,00 C
31/03/2021		0000	13134 393 TED Transf.Eletr.Disponiv	9.855	922,91 D	
31/03/2021		0000	13113 170 Tarifa Pagto Forneced TED	800.901.100.313.844	2,46 D	
Cobrança referente 31/03/2021						
31/03/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	925,37 C	
31/03/2021		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: 22072121185404500009553481191

<https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121185404500009553481191>

Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:18:54

Num. 9557389522 - Pág. 23





Consultas - Extrato de conta corrente

G3321912359255801
19/05/2021 12:46:52

Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4 FUNDAÇÃO 27767 BRUMADINHO
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
01/04/2021		0000	13134 461 Pagamento Eletrôn Boleto	10.914	1.613,90 D	
01/04/2021		0000	13134 393 TED Transf.Eletr.Disponiv	11.027	3.162,25 D	
01/04/2021		0000	13134 211 Pagamentos Diversos	11.072	2.400,00 D	
01/04/2021		0000	13113 170 Tarifa Pagto Forneced TED	860.911.100.201.501	2,46 D	
			Cobrança referente 01/04/2021			
01/04/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	7.178,61 C	0,00 C
05/04/2021		0000	13134 211 Pagamentos Diversos	11.401	1.110,01 D	
05/04/2021		0000	13134 211 Pagamentos Diversos	11.608	322,93 D	
05/04/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	11.627	180,00 D	
05/04/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	1.612,94 C	0,00 C
06/04/2021		0000	13134 393 TED Transf.Eletr.Disponiv	12.083	922,91 D	
06/04/2021		0000	13113 170 Tarifa Pagto Forneced TED	820.961.200.264.261	2,46 D	
			Cobrança referente 06/04/2021			
06/04/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	925,37 C	0,00 C
07/04/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	15.405	5.575,00 D	
07/04/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	5.575,00 C	0,00 C
08/04/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	10.373	4.738,00 D	
08/04/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	4.738,00 C	0,00 C
09/04/2021		0000	13134 144 Pagamentos Diversos	9.068	17,00 D	
09/04/2021		0000	13134 144 Pagamentos Diversos	9.251	1.533,29 D	
09/04/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	1.550,29 C	0,00 C
12/04/2021		0000	13134 393 TED Transf.Eletr.Disponiv	8.342	557,10 D	
12/04/2021		0000	13113 170 Tarifa Pagto Forneced TED	821.021.200.434.246	2,46 D	
			Cobrança referente 12/04/2021			
12/04/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	559,56 C	0,00 C
13/04/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	5.101	6.906,00 D	
13/04/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	6.906,00 C	0,00 C
15/04/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	8.225	27,78 D	
15/04/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	27,78 C	0,00 C
16/04/2021		0000	13134 144 Pagamentos Diversos	5.455	1.089,53 D	
16/04/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	5.574	4.491,52 D	
16/04/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	5.581,05 C	0,00 C
19/04/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	7.812	6.389,00 D	
19/04/2021		0000	13134 393 TED Transf.Eletr.Disponiv	7.817	2.699,99 D	
19/04/2021		0000	13113 170 Tarifa Pagto Forneced TED	801.091.100.086.186	2,46 D	
			Cobrança referente 19/04/2021			
19/04/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	9.091,45 C	0,00 C
20/04/2021		0000	13134 393 TED Transf.Eletr.Disponiv	11.537	18.028,93 D	
20/04/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	11.540	17.974,59 D	
20/04/2021		0000	13134 490 Pagamento a Fornecedores	11.542	1.053,00 D	
20/04/2021		0000	13134 144 Pagamentos Diversos	11.562	13.304,13 D	
20/04/2021		0000	13134 144 Pagamentos Diversos	11.564	4.296,18 D	
20/04/2021		0000	13134 211 Pagamentos Diversos	11.881	1.110,02 D	
20/04/2021		0000	13113 170 Tarifa Pagto Forneced TED	851.101.300.020.551	9,84 D	
			Cobrança referente 20/04/2021			
20/04/2021		0000	00000 855 BB RF CP Aut Mais	42	55.776,69 C	0,00 C
28/04/2021		0000	14134 612 Recebimentos Diversos	176.136	454,50 C	
			FUNDAÇÃO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQUISA			
28/04/2021		0000	00000 345 BB RF CP Aut Mais	42	454,50 D	0,00 C
30/04/2021		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





Consultas - Extrato de conta corrente

G3360117072138861
01/06/2021 17:19:45

Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Período do extrato 05 / 2021

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R\$	Saldo
28/04/2021		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C
04/05/2021		0000	13113	231 Tar Manuten Conta Ativa	811.240.700.181.217	54,95 D	
Cobrança referente 04/05/2021							
04/05/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	54,95 C	0,00 C
05/05/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	11.627	59,94 D	
05/05/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	59,94 C	0,00 C
13/05/2021		0000	14113	670 Tar Manuten Conta Ativa	101.330.800.046.742	54,95 C	
Estorno cobrança de 04/05/2021							
13/05/2021		0000	00000	345 BB RF CP Aut Mais	42	54,95 D	0,00 C
18/05/2021		0000	14134	612 Recebimentos Diversos	107.979	84,47 C	
FUNDACAO DE DESENVOLVIMENTO DA PESQ							
18/05/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	4.728	2.592,01 D	
18/05/2021		0000	00000	855 BB RF CP Aut Mais	42	2.507,54 C	0,00 C
24/05/2021		0000	14049	855 BB RF CP Aut Mais	1.200.042	160,42 C	160,42 C
28/05/2021		0000	13134	144 Pagamentos Diversos	12.759	160,42 D	0,00 C
31/05/2021		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





Cliente - Conta atual

Agência 1615-2
Conta corrente 960379-4FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Período do extrato Mês atual

Lançamentos

Dt. balancete	Dt. movimento	Ag. origem	Lote	Histórico	Documento	Valor R\$	Saldo
28/05/2021		0000	00000	000 Saldo Anterior			0,00 C

Saldo							0,00C
Juros *							0,00
Data de Debito de Juros						30/06/2021	
IOF *							0,00
Data de Debito de IOF						01/07/2021	

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



EXTRATOS BANCÁRIOS: APLICAÇÃO





Extrato investimentos financeiros - mensal

G338231737672165058
23/02/2021 18:00:44

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência MAIO/2020

BB Automático Mais - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IRPrej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
30/04/2020	SALDO ANTERIOR	0,00					
19/05/2020	APLICAÇÃO	196.495,34			42.339,960447	4,640895691	42.339,960447
29/05/2020	SALDO ATUAL	196.532,28			42.339,960447		42.339,960447

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	0,00
APLICAÇÕES (+)	196.495,34
RESGATES (-)	0,00
RENDIMENTO BRUTO (+)	36,94
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	36,94
SALDO ATUAL =	196.532,28

Valor da Cota

30/04/2020	4,639213950
29/05/2020	4,641768205

Rentabilidade

No mês	0,0550
No ano	0,5339
Últimos 12 meses	2,3016

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088





Extrato investimentos financeiros - mensal

G338231737672165059
23/02/2021 18:01:03

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência JUNHO/2020

BB Automático Mais - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IRPrej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
29/05/2020	SALDO ANTERIOR	196.532,28			42.339,960447		
30/06/2020	SALDO ATUAL	196.617,83			42.339,960447		42.339,960447

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	196.532,28
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	0,00
RENDIMENTO BRUTO (+)	85,55
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	85,55
SALDO ATUAL =	196.617,83

Valor da Cota

29/05/2020	4,641768205
30/06/2020	4,643788734

Rentabilidade

No mês	0,0435
No ano	0,5777
Últimos 12 meses	2,0630

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088





Extrato investimentos financeiros - mensal

G338231737672165060
23/02/2021 18:01:25

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência JULHO/2020

BB Automático Mais - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IRPrej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
30/06/2020	SALDO ANTERIOR	196.617,83			42.339,960447		
31/07/2020	SALDO ATUAL	196.682,35			42.339,960447		42.339,960447

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	196.617,83
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	0,00
RENDIMENTO BRUTO (+)	64,52
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	64,52
SALDO ATUAL =	196.682,35

Valor da Cota

30/06/2020	4,643788734
31/07/2020	4,645312540

Rentabilidade

No mês	0,0328
No ano	0,6107
Últimos 12 meses	1,7542

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088





Extrato investimentos financeiros - mensal

G338231737672165061
23/02/2021 18:01:50

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência AGOSTO/2020

BB Automático Mais - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IRPrej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
31/07/2020	SALDO ANTERIOR	196.682,35			42.339,960447		
31/08/2020	SALDO ATUAL	196.709,47			42.339,960447		42.339,960447

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	196.682,35
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	0,00
RENDIMENTO BRUTO (+)	27,12
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	27,12
SALDO ATUAL =	196.709,47

Valor da Cota

31/07/2020	4,645312540
31/08/2020	4,645953179

Rentabilidade

No mês	0,0137
No ano	0,6246
Últimos 12 meses	1,4821

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088





Extrato investimentos financeiros - mensal

G338231737672165062
23/02/2021 18:02:15

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência SETEMBRO/2020

BB Automático Mais - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IRPrej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
31/08/2020	SALDO ANTERIOR	196.709,47			42.339,960447		
30/09/2020	SALDO ATUAL	196.724,01			42.339,960447		42.339,960447

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	196.709,47
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	0,00
RENDIMENTO BRUTO (+)	14,54
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	14,54
SALDO ATUAL =	196.724,01

Valor da Cota

31/08/2020	4,645953179
30/09/2020	4,646296471

Rentabilidade

No mês	0,0073
No ano	0,6320
Últimos 12 meses	1,2324

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088





Extrato investimentos financeiros - mensal

G338231737672165063
23/02/2021 18:02:44

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDAÇÃO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência OUTUBRO/2020

BB Automático Mais - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IRPrej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
30/09/2020	SALDO ANTERIOR	196.724,01			42.339,960447		
30/10/2020	SALDO ATUAL	196.744,75			42.339,960447		42.339,960447

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	196.724,01
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	0,00
RENDIMENTO BRUTO (+)	20,74
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	20,74
SALDO ATUAL =	196.744,75

Valor da Cota

30/09/2020	4,646296471
30/10/2020	4,646786312

Rentabilidade

No mês	0,0105
No ano	0,6426
Últimos 12 meses	0,9903

Transação efetuada com sucesso por: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088





Extrato investimentos financeiros - mensal

G338231737672165064
23/02/2021 18:03:04

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência NOVEMBRO/2020

BB Automático Mais - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IRPrej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
30/10/2020	SALDO ANTERIOR	196.744,75			42.339,960447		
30/11/2020	SALDO ATUAL	196.764,48			42.339,960447		42.339,960447

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	196.744,75
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	0,00
RENDIMENTO BRUTO (+)	19,73
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	19,73
SALDO ATUAL =	196.764,48

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: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088





Extrato investimentos financeiros - mensal

G338231737672165065
23/02/2021 18:03:32

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência DEZEMBRO/2020

BB Automático Mais - CNPJ: 5.102.500/0001-58

Data	Histórico	Valor	Valor IRPrej. Comp.	Valor IOF	Quantidade cotas	Valor cota	Saldo cotas
30/11/2020	SALDO ANTERIOR	196.764,48			42.339,960447		
31/12/2020	SALDO ATUAL	196.784,06			42.339,960447		42.339,960447

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	196.764,48
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	0,00
RENDIMENTO BRUTO (+)	19,58
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	19,58
SALDO ATUAL =	196.784,06

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: JA235694 CAIO PYLRO DE GOUVEA.

Serviço de Atendimento ao Consumidor - SAC 0800 729 0722

Ouvidoria BB 0800 729 5678
Para deficientes auditivos 0800 729 0088





Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

G3360117072138861
01/06/2021 17:22:37

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência JANEIRO/2021

BB Automático Mais - 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	196.784,06			42.339,960447		
14/01/2021	RESGATE	1.657,62			356,636493	4,647925919	41.983,323954
	Aplicação 19/05/2020	1.657,62			356,636493		
15/01/2021	RESGATE	150,69			32,420741	4,647950537	41.950,903213
	Aplicação 19/05/2020	150,69			32,420741		
20/01/2021	RESGATE	2.270,53			488,493557	4,648024455	41.462,409656
	Aplicação 19/05/2020	2.270,53			488,493557		
21/01/2021	RESGATE	41.546,51			8.938,488769	4,648046339	32.523,920887
	Aplicação 19/05/2020	41.546,51			8.938,488769		
22/01/2021	RESGATE	3.983,37			856,993571	4,648074543	31.666,927316
	Aplicação 19/05/2020	3.983,37			856,993571		
25/01/2021	RESGATE	21.455,35			4.615,946207	4,648093595	27.050,981109
	Aplicação 19/05/2020	21.455,35			4.615,946207		
29/01/2021	RESGATE	1.950,48			419,621484	4,648189079	26.631,359625
	Aplicação 19/05/2020	1.950,48			419,621484		
29/01/2021	SALDO ATUAL	123.787,59			26.631,359625		26.631,359625

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	196.784,06
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	73.014,55
RENDIMENTO BRUTO (+)	18,08
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	18,08
SALDO ATUAL =	123.787,59

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	0,5158

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





Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

G3360117072138861
01/06/2021 17:24:35

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência FEVEREIRO/2021

BB Automático Mais - 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	123.787,59			26.631,359625		
03/02/2021	RESGATE	4.154,84			893,848737	4,648258511	25.737,510888
	Aplicação 19/05/2020	4.154,84			893,848737		
05/02/2021	RESGATE	678,80			146,031772	4,648303519	25.591,479116
	Aplicação 19/05/2020	678,80			146,031772		
09/02/2021	RESGATE	7.709,27			1.658,495870	4,648350437	23.932,983246
	Aplicação 19/05/2020	7.709,27			1.658,495870		
10/02/2021	RESGATE	1.940,00			417,350003	4,648376631	23.515,633243
	Aplicação 19/05/2020	1.940,00			417,350003		
11/02/2021	RESGATE	138,46			29,786598	4,648399233	23.485,846645
	Aplicação 19/05/2020	138,46			29,786598		
12/02/2021	RESGATE	889,80			191,419709	4,648424171	23.294,426936
	Aplicação 19/05/2020	889,80			191,419709		
18/02/2021	RESGATE	6.717,65			1.445,136716	4,648452930	21.849,290220
	Aplicação 19/05/2020	6.717,65			1.445,136716		
19/02/2021	RESGATE	610,69			131,374024	4,648483638	21.717,916196
	Aplicação 19/05/2020	610,69			131,374024		
26/02/2021	RESGATE	2.421,84			520,982955	4,648597381	21.196,933241
	Aplicação 19/05/2020	2.421,84			520,982955		
26/02/2021	SALDO ATUAL	98.536,01			21.196,933241		21.196,933241

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	123.787,59
APLICAÇÕES (+)	0,00
RESGATES (-)	25.261,35
RENDIMENTO BRUTO (+)	9,77
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	9,77
SALDO ATUAL =	98.536,01

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





Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

G3360117072138861
01/06/2021 17:25:55

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência MARCO/2021

BB Automático Mais - 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	98.536,01			21.196,933241		
03/03/2021	APLICAÇÃO	15.998,40			3.441,495363	4,648676900	24.638,428604
05/03/2021	RESGATE	1.110,01			238,777783	4,648715585	24.399,650821
	Aplicação 19/05/2020	1.110,01			238,777783		
08/03/2021	RESGATE	48,00			10,325377	4,648740766	24.389,325444
	Aplicação 19/05/2020	48,00			10,325377		
11/03/2021	RESGATE	925,37			199,055297	4,648808728	24.190,270147
	Aplicação 19/05/2020	925,37			199,055297		
16/03/2021	RESGATE	76,31			16,414707	4,648879756	24.173,855440
	Aplicação 19/05/2020	76,31			16,414707		
22/03/2021	RESGATE	2.338,50			502,983007	4,649262436	23.670,872433
	Aplicação 19/05/2020	2.338,50			502,983007		
24/03/2021	RESGATE	2.778,74			597,632336	4,649581074	23.073,240097
	Aplicação 19/05/2020	2.778,74			597,632336		
26/03/2021	RESGATE	1.595,37			343,099682	4,649873156	22.730,140415
	Aplicação 19/05/2020	1.595,37			343,099682		
29/03/2021	RESGATE	1.950,00			419,348051	4,650075271	22.310,792364
	Aplicação 19/05/2020	1.950,00			419,348051		
30/03/2021	RESGATE	1.070,00			230,095658	4,650239856	22.080,696706
	Aplicação 19/05/2020	1.070,00			230,095658		
31/03/2021	RESGATE	925,37			198,987867	4,650384034	21.881,708839
	Aplicação 19/05/2020	925,37			198,987867		
31/03/2021	SALDO ATUAL	101.758,35			21.881,708839		21.881,708839

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	98.536,01
APLICAÇÕES (+)	15.998,40
RESGATES (-)	12.817,67
RENDIMENTO BRUTO (+)	41,61
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	41,61
SALDO ATUAL =	101.758,35

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





Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

G3360209303916491
02/06/2021 09:45:08

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência ABRIL/2021

BB Automático Mais - 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	101.758,35			21.881,708839		
01/04/2021	RESGATE	7.178,61			1.543,596952	4,650572801	20.338,111887
	Aplicação 19/05/2020	7.178,61			1.543,596952		
05/04/2021	RESGATE	1.612,94			346,815355	4,650716807	19.991,296532
	Aplicação 19/05/2020	1.612,94			346,815355		
06/04/2021	RESGATE	925,37			198,967242	4,650866093	19.792,329290
	Aplicação 19/05/2020	925,37			198,967242		
07/04/2021	RESGATE	5.575,00			1.198,660898	4,651023496	18.593,668392
	Aplicação 19/05/2020	5.575,00			1.198,660898		
08/04/2021	RESGATE	4.738,00			1.018,666769	4,651177541	17.575,001623
	Aplicação 19/05/2020	4.738,00			1.018,666769		
09/04/2021	RESGATE	1.550,29			333,300034	4,651334664	17.241,701589
	Aplicação 19/05/2020	1.550,29			333,300034		
12/04/2021	RESGATE	559,56			120,297060	4,651485241	17.121,404529
	Aplicação 19/05/2020	559,56			120,297060		
13/04/2021	RESGATE	6.906,00			1.484,639778	4,651633414	15.636,764751
	Aplicação 19/05/2020	6.906,00			1.484,639778		
15/04/2021	RESGATE	27,78			5,971695	4,651945813	15.630,793056
	Aplicação 19/05/2020	27,78			5,971695		
16/04/2021	RESGATE	5.581,05			1.199,682789	4,652104749	14.431,110267
	Aplicação 19/05/2020	5.581,05			1.199,682789		
19/04/2021	RESGATE	9.091,45			1.954,202776	4,652255186	12.476,907491
	Aplicação 19/05/2020	9.091,45			1.954,202776		
20/04/2021	RESGATE	55.776,69			11.988,747307	4,652420188	488,160184
	Aplicação 19/05/2020	42.036,53			9.035,412128		
	Aplicação 03/03/2021	13.740,16			2.953,335179		
28/04/2021	APLICAÇÃO	454,50			97,674484	4,653211149	585,834668
30/04/2021	SALDO ATUAL	2.726,19			585,834668		585,834668

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	101.758,35
APLICAÇÕES (+)	454,50
RESGATES (-)	99.522,74
RENDIMENTO BRUTO (+)	36,08
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	36,08
SALDO ATUAL =	2.726,19

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





Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

G3360209303916491
02/06/2021 09:46:54

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDACAO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência MAIO/2021

BB Automático Mais - 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	2.726,19			585,834668		
04/05/2021	RESGATE	54,95			11,807476	4,653831370	574,027192
	Aplicação 03/03/2021	54,95			11,807476		
05/05/2021	RESGATE	59,94			12,879296	4,653981107	561,147896
	Aplicação 03/03/2021	59,94			12,879296		
13/05/2021	APLICAÇÃO	54,95			11,803060	4,655572193	572,950956
18/05/2021	RESGATE	2.507,54			538,508472	4,656454133	34,442484
	Aplicação 03/03/2021	2.158,14			463,473412		
	Aplicação 28/04/2021	349,40			75,035060		
24/05/2021	RESGATE	160,42			34,442484	4,657638746	
	Aplicação 28/04/2021	105,45			22,639424		
	Aplicação 13/05/2021	54,97			11,803060		
31/05/2021	SALDO ATUAL	0,00					

Resumo do mês

SALDO ANTERIOR	2.726,19
APLICAÇÕES (+)	54,95
RESGATES (-)	2.782,85
RENDIMENTO BRUTO (+)	1,71
IMPOSTO DE RENDA (-)	0,00
IOF (-)	0,00
RENDIMENTO LÍQUIDO	1,71
SALDO ATUAL =	0,00

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





Extratos - Investimentos Fundos - Mensal

G3380810256456861
08/06/2021 10:31:00

Cliente

Agência 1615-2
Conta 960379-4 FUNDAÇÃO 27767 BRUMADINHO
Mês/ano referência JUNHO/2021

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: 22072121185487300009553483287

<https://pje.tjmg.jus.br:443/pje/Processo/ConsultaDocumento/listView.seam?x=22072121185487300009553483287>

Assinado eletronicamente por: FABIANO TEODORO DE REZENDE LARA - 21/07/2022 21:18:55

DEVOLUÇÃO DE SALDO



Visualização de arquivos

Agência débito: 1.615-2
Conta débito: 960.379-4
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: 4422308
Data pagamento: 28/05/2021
Valor pagamento: 160,42
Documento banco: 0000000004344959086
Data real pagamento: 28/05/2021
Valor real pagamento: 160,42
Autenticação: 7FD6DCD6F5C75E01

