### 4. Cronograma de Atividades

O trabalho do bolsista será em jornada de 8 (oito) horas semanais de atividades presenciais de acordo com cronograma a seguir. Todas essas etapas serão supervisionadas pelos professores pesquisadores.

<b>Atividades</b>							Mês						
	1	2	3	4	5	<mark>6</mark>	7	8	9	10	11	12	13
Preparo de soluções,													
elaboração e aplicação de	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	
cartas controle													
Otimização das condições													
de SPE off-line, SPE on-	_	_	_	_									
line, injeção direta, e	X	X	X	X									
extração por ultrassom e													
acelerada por solvente													
Otimização das condições													
do LC-MS/MS e GC-				X	X	X							
MS/MS													
Validação dos métodos													
segundo os parâmetros do				X	X								
Guia da Validação do													
INMETRO													
Recebimento de amostras		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	
Análise das amostras				X	X	X	X	X	X	X	X	X	
Tratamentos estatísticos e											X	X	x
incertezas													<b>7X</b>
Elaboração de relatórios		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X



Nome: José Messias Gomes

Nível da Bolsa: P5 (Técnico Pesquisador/ Extensionista Mestre)

1. Introdução

O trabalho do bolsista será em jornada de 10 (dez) horas semanais de atividades

de acordo com cronograma. Todas essas etapas serão supervisionadas pelos professores

pesquisadores.

Objetivos

✓ Preparar soluções e amostras para as análises por GC/MS;

✓ Otimizar as condições para extração e análise dos compostos orgânicos (target)

por SPE-GC-MS/MS;

✓ Validar o método SPE-GC-MS/MS para os compostos orgânicos contemplados;

✓ Analisar as amostras de água subterrânea para determinação quantitativa dos

compostos contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454;

✓ Fazer tratamento dos dados;

✓ Elaborar relatórios parciais com os resultados obtidos.

3. Metodologia Resumida

A metodologia para extração dos analitos (target) será por extração em fase

sólida (Solid Phase Extraction – SPE). Serão avaliados quatro tipos diferentes

decartucho: (a) Waters Oasis HLB 500 mg 6 mL; (b) Agilent Bond Elut PPL 100 mg 3

mL; (c) Agilent Bond Elut PCB 1 mg 3 mL; (d) Agilent EnvirElut Pesticide 500 mg 6

mL. As análises dos compostos orgânicos serão realizadas em um cromatógrafo a gás

(Agilent modelo Intuvo 9000) acoplado a um espectrômetro de massas com analisador

quadrupolo MS/MS (Agilent modelo 7010B). Os métodos desenvolvidos serão

validados de acordo com o que é preconizado pelo guia de validação do INMETRO.



### 4. Cronograma de Atividades

<b>Atividades</b>							Mês						
	1	2	3	4	5	<mark>6</mark>	7	8	9	<b>10</b>	<b>11</b>	12	13
Instalação e treinamentos nos equipamentos	X	X	X	x									
Recebimento de amostras, limpeza, e preparos			X	x	x	X	X	X					
Otimização das condições de SPE e HS		x	X										
Otimização das condições do GC-MS/MS		x	X	x	x								
Validação dos métodos SPE-GC-MS/MS e HS- GC-MS/MS			x	x	x	x							
Análise das amostras							X	X	X	X	X	X	
Tratamento dos dados									X	X	X	X	X
Elaboração de relatórios		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X



Nome: Nathália de Oliveira Melo

Nível da Bolsa: P6 (Técnico Pesquisador/ Extensionista Graduado)

1. Introdução

A bolsista participará de todas as etapas do processo analítico comum a uma

jornada de 20 (vinte) horas semanais de atividades. A bolsista será envolvida nas etapas

de recebimento das amostras, preparo de soluções, treinamento nos equipamentos

UHPLC-HRMS, UHPLC-2D-MS/MS e GC-MS/MS, preparo de amostra para

determinação quantitativa e/ou varredura dos compostos contemplados nas Resoluções

CONAMA 357 e 454.A bolsista realizará as atividades presenciais, todas essas etapas

serão supervisionadas pelos professores pesquisadores.

2. Objetivos

✓ Receber as amostras;

✓ Preparar soluções auxiliares e etiquetar frascos;

✓ Participar da elaboração de Instruções de Trabalho;

✓ Realizar checagens periódicas dos equipamentos;

Conduzir planejamentos experimentais para otimizar as condições de preparo de

amostra para os sedimentos;

✓ Preparar amostras para as análises por UHPLC-HRMS, UHPLC-2D-MS/MS e

GC-MS/MSdos compostos contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454;

✓ Participar do desenvolvimento e da validação dos métodos (target) para

determinação quantitativa dos compostos contemplados na Resolução CONAMA 357 e

454segundo os parâmetros do guia de validação do INMETRO;

✓ Analisar as amostras de água superficial e de sedimentos empregando estratégias

de varredura (untarget) com a técnica LC-HR-MS/MS;

Participar do tratamento dos dados das análises *untarget* usando ferramentas

quimiométricas.

3. Metodologia Resumida

As análises dos compostos orgânicos contemplados na Resolução CONAMA

357 e 454 e presentes nas amostras de água superficial e de sedimentos serão realizadas

nos seguintes equipamentos: cromatógrafo a gás (Agilent modelo Intuvo 9000)



acoplado a um espectrômetro de massas com analisador quadrupolo MS/MS (Agilent modelo 7010B); cromatógrafo a líquido UPLC ACQUITY UPLC I-Class FTN-I contendo o sistema on-line de extração em fase sólida BSM/BSM 2D PLUS acoplado ao espectrômetro de massas triplo quadrupolo Xevo TQ-S micro (Waters); espectrômetro de massas de alta resolução tipo Q-Exactive Orbitrap (Thermo Scientific). Para a extração dos analitos das águas superficiais serão abordadas as extrações por SPE (Solid Phase Extraction) e SPME (Solid Phase Microextraction). A otimização dos parâmetros de extração, como volume de amostra, tipo e volume do solvente de eluição, pH da amostra e adição de sais será feita empregando métodos estatísticos de planejamento de experimentos do tipo fatorial completo e fracionário. A aplicação do planejamento experimental permitirá obter as melhores condições de extração para os analitos a serem analisados. Para o preparo das amostras dos sedimentos duas técnicas serão avaliadas, a extração com ultrassom e a extração acelerada por solvente, será realizado um teste preliminar de adição e recuperação para verificar qual técnica apresenta melhor desempenho. Após a escolha da técnica, métodos de planejamento de experimentos serão empregados para otimizar as condições de extração. Os métodos desenvolvidos serão validados de acordo com o que é preconizado no guia de validação do INMETRO. Para as análises untarget, a grande quantidade de dados gerados requer a implementação de tratamento dos dados pósaquisição, antes da etapa de identificação. Nessa etapa, os dados serão processados usando o software do equipamento (Xcalibur), e posteriormente serão realizadas quimiométricas (análises multivariadas). análises



### 4. Cronograma de Atividades

<b>Atividades</b>						M	eses						
	1	2	3	4	5	<mark>6</mark>	7	8	9	10	11	12	13
Treinamentos nos equipamentos	X	x											
Elaboração das instruções de trabalho	X	x											
Preparo de soluções		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	
Recebimento das amostras		x	x	x	x	X	x	X	X	X	X	X	
Avaliação preliminar comparativa entre as técnicas de ultrassom e extração acelerada por solvente para o preparo de amostra dos sedimentos	x												
Planejamento e otimização das condições de preparo de amostra dos sedimentos.		x	x										
Validação dos métodos desenvolvidos segundo os parâmetros do Guia da Validação do Inmetro		x	x	x									
Análise quantitativa das amostras de água superficial e dos sedimentos				x	x	X	X	X	X	X	X	X	X
Análise de varredura das amostras de água superficial e dos sedimentos				x	x	x	x	x	x	X	X	X	x
Auxiliar no tratamento quimiométrico dos dados das análises untarget											X	X	



Nome: Júlia Célia Lima Gomes

Nível da Bolsa: P6 (Professor Pesquisador/ Extensionista ou Técnico Graduado).

1. Introdução

A bolsista terá participação em todas as etapas do processo analítico de determinação dos compostos orgânicos nas amostras de água superficial e sedimentos estabelecidos nas Resoluções CONAMA 357 e 454previsto neste projeto. As etapas do processo que a bolsista será envolvidaincluem: recebimento e armazenamento das amostras coletadas, ajuste das condições de preparo de amostras e dos parâmetros analíticos instrumentais, validação dos

métodos, preparo e análise das amostras e tratamento estatístico.

2. Objetivos

✓ Receber e armazenar as amostras de água superficial e sedimento;

✓ Limpar, lavar e etiquetar frascos e materiais para as análises;

✓ Preparar soluções para análises de GC-MS, LC-MS/MS e LC-HRMS;

Realizar calibração de rotina dos equipamentos utilizados nas análises instrumentais;

✓ Ajustar as condições de preparo de amostra e os parâmetros analíticos instrumentais;

✓ Preparar as amostras de água superficial e sedimento utilizando as técnicas de extração apresentadas no projeto;

✓ Analisar as amostras de água superficial e sedimentopara os compostos contemplados no projeto;

Fazer tratamentos estatísticos, processamento dos dados de análises *untarget* e cálculos para propagação de incertezas para os analitos *target*;

✓ Elaborar relatórios parciais com os resultados obtidos.

/

3. Metodologia Resumida

As metodologias para extração dos analitos serão três: injeção direta no equipamento de UPLC-MS/MS (analitos *target*), extração em fase sólida (SPE) *on-line* (analitos *target*) por UPLC-2D-MS/MS e SPE-*off-line* com cartuchos descartáveis para as técnicas de GC-MS (analitos *target*) e LC-HRMS (varredura *untarget*). Diferentes parâmetros de extração em fase sólidaserão avaliados e ajustados para maximizar a resposta analítica e evitar interferentes. O preparo das amostras de sedimento será avaliado utilizando extração por



ultrassom e o sistema de extração acelerada, sendo os parâmetros da extração também otimizados para obter a melhor resposta analítica e evitar interferentes. Parâmetros dos instrumentaisdos equipamentos de GC-MS, LC-MS/MS e LC-HRMS também serão otimizados. Os métodos desenvolvidos serão validados de acordo com o que é preconizado pelo guia de validação do INMETRO. Os resultados obtidos nas análises target serão submetidos a tratamento estatístico e cálculos para propagação de incerteza, enquanto dados das análises *untarget* serão processados para avaliar a possível presença de compostos não listados nas Resoluções CONAMA 357 e 454.

### 4. Cronograma de Atividades

O trabalho da bolsista será em jornada de 20 (vinte) horas semanais de atividades presenciais de acordo com cronograma a seguir. Todas essas etapas serão supervisionadas pelos professores pesquisadores.

<b>Atividades</b>						M	<mark>eses</mark>						
a tivitudes	1	2	3	4	5	<mark>6</mark>	7	8	9	10	11	12	13
Recebimento e armazenamento das amostras		x	x	x	x	x	X	X	X	X	X	X	
Limpeza, lavagem e etiquetagem dos frascos e materiais para as análises	X	x	x	x	x	x	x	x	X	X	X	X	
Preparo de soluções e calibração dos instrumentos		X	X	x	x	x	X	X	X	X	X	X	
Ajuste das condições de preparo de amostra e dos parâmetros analíticos instrumentais		x	x	x	x								
Preparo e análise das amostras de água superficial e sedimento		x	x	x	x	x	X	X	X	x	x	X	
Tratamentos estatísticos, processamento de dados untarget e cálculos de propagação de incertezas para os analitos target										x	x	x	x
Elaboração de relatórios		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X



### 9. REFERÊNCIAS

- 1. IGAM Acompanhamento da Qualidade das Águas do Rio Paraopeba após 1 ano do Rompimento da Barragem da Mina Córrego do Feijão em Brumadinho MG; Belo Horizonte, 2020.
- 2. Manahan, S. E. *Fundamentals of Environmental Chemistry*; 2nd ed.; CRC Press: Boca Raton, 2001.
- 3. Nicolopoulou-Stamati, P.; Maipas, S.; Kotampasi, C.; Stamatis, P.; Hens, L.; Front. Public Health 2016, 4.
- 4. Fenner, K.; Canonica, S.; Wackett, L. P.; Elsner, M.; Science 2013, 341, 752.
- 5. Sinclair, C. J.; Boxall, A. B. A.; *Environ. Sci. Technol.* **2003**, *37*, 4617.
- 6. INMETRO Orientação sobre validação de métodos analíticos Documento de caráter orientativo DOQ-CGCRE-008; 2018.
- 7. EPA Method 3540c; online: https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/3540c.pdf; acessado em: junho/2020.
- 8. EPA Method 3545a; online: https://19january2017snapshot.epa.gov/sites/production/files/2015
  12/documents/3545a.pdf; acessado em: junho/2020.
- 9. EPA Method 3550; online: https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/3546.pdf; acessado em: junho/2020.
- 10. EPA Method 3550c; online: https://19january2017snapshot.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/3550c.pdf; acessado em: junho/2020.
- 11. Cavalcante, R. M.; Lima, D. M.; Correia, L. M.; Nascimento, R. F.; Silveira, E. R.; Freire, G. S. S.; Viana, R. B.; *Quim. Nov.* **2008**, *31*, 1371.
- 12. Wu, L.; Sun, R.; Li, Y.; Sun, C.; *Trends Environ. Anal. Chem.* **2019**, *24*, e00074.
- 13. Meng, D.; Fan, D.; Gu, W.; Wang, Z.; Chen, Y.; Bu, H.; Liu, J.; *Chemosphere* **2020**, 243, 125367.



- 14. European Commission SANCO/12571/2013; Guidance document on analytical quality control and validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed; 2013.
- 15. Hogenboom, A. C.; van Leerdam, J. A.; de Voogt, P. ; *J. Chromatogr. A***2009**, *1216*, 510.
- 16. Magnusson, B.; Örnemark, U. Eurachem guide: The fitness for purpose of analytical methods A laboratory guide to method validation and related topics; Magnusson, B.; Örnemark, U., Eds.; 2nd ed.; 2014.
- 17. Miller, J. N.; Miller, J. C. *Statistics and Chemometrics for analytical chemistry*; 6th ed.; Prentice Hall: Harlow, 2010.
- 18. Souza, S. V. C.; Junqueira, R. G.; *Anal. Chim. Acta* **2005**, *552*, 25.
- 19. Massart, D. L. *Handbook of chemometrics and qualimetrics Data Handling in Science and Technology*; v 20A-20B.; Elsevier: Amsterdam, New York, 1997.



### **ANEXOS**

**Anexo 1.** Lista dos compostos contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454 que serão analisados pela presente proposta pelas técnicas de cromatografía líquida e gasosa. Cada analito será analisado de acordo com a técnica indicada.

	Composto	Nº CAS	Resolução CONAMA	LC <sup>a</sup>	GC <sup>b</sup>
1	Acenafteno	83-32-9	454		SPE
2	Acenaftileno	208-96-8	454		SPE
3	Acrilamida	79-06-1	357	DIn	
4	Alaclor	15972-60-8	357		SPE
5	Aldrin	309-00-2	357		SPE
6	Antraceno	120-12-7	454		SPE
7	Atrazina	1912-24-9	357	SPE-2D	
8	Benzeno	71-43-2	357		HS
9	Benzidina	92-87-5	357	DIn	
10	Benzo(a)antraceno	56-55-3	357 e 454		SPE
11	Benzo(a)pireno	50-32-8	357		SPE
12	Benzo(b)fluoranteno	205-99-2	357		SPE
13	Benzo(k)fluoranteno	207-08-9	357		SPE
14	Carbaril	63-25-2	357	DIn	
15	cis-Clordano	5103-71-9	357 e 454		SPE
16	trans-Clordano	5103-74-2	357 e 454		SPE
17	2-Clorofenol	95-57-8	357	SPE- 2D	
18	Criseno	218-01-9	357 e 454		SPE
19	2,4-D	94-75-7	357	DIn	
20	p,p'- DDD	72-54-8	357 e 454		SPE
21	p,p'-DDE	72-55-9	357 e 454		SPE
22	p,p'- DDT	50-29-3	357 e 454		SPE
23	Demeton-O	298-03-3	357	SPE-	



60

Num. 125411815 - Pág. 144

	Composto	Nº CAS	Resolução CONAMA	LCa	GC <sup>b</sup>
				2D	
24	Demeton-S	126-75-0	357	SPE- 2D	
25	Dibenzo(a,h)antraceno	53-70-3	357 e 454		SPE
26	1,2-Dicloroetano	107-06-2	357		HS
27	cis-1,2-Dicloroeteno	156-59-2	357		HS
28	trans-1,2-Dicloroeteno	156-60-5	357		HS
29	2,4 Diclorofenol	120-83-2	357	SPE- 2D	
30	Diclorometano	75-09-2	357		HS- SPME
31	Dieldrin	60- 57-1	357 e 454		SPE
32	Endosulfan I	959-98-8	357		SPE
33	Endosulfan II	33213-65-9	357		SPE
34	Endosulfan sulfato	1031-07-8	357		SPE
35	Endrin	72-20-8	357 e 454		SPE
36	Estireno	100-42-5	357		SPE
37	Etilbenzeno	100-41-4	357		HS
3839	Fenantreno	85-01-8	454		SPE
40	Fluoranteno	206-44-0	454		SPE
41	Fluoreno	86-73-7	454		SPE
42	Glifosato	1071-83-6	357	DIn	
43	Gution	86-50-0	357	SPE- 2D	
44	alfa-HCH	319-84-6	454		SPE
45	beta-HCH	319-85-7	454		SPE
46	delta-HCH	319-86-8	454		SPE
47	2,2',3,4,4',5,5'- Heptaclorobifenila	35065-29-3	357 e 454		SPE
48	Heptacloro epóxido	1024-57-3	357		SPE



	Composto	Nº CAS	Resolução CONAMA	LCa	GCb
49	Hexaclorobenzeno	118-74-1	357		SPE
50	2,2',3,4,4',5'- Hexaclorobifenila	35056-28-2	357 e 454		SPE
51	2,2'4,4',5,5'- Hexaclorobifenila	3505-27-1	357 e 454		SPE
52	Indeno(1,2,3)pireno	193-39-005	357		SPE
53	Lindano	58-89-9	357		SPE
54	Malation	121-75-5	357	SPE- 2D	
55	2-Metilnaftaleno	91-57-6	454		SPE
56	Metolacloro	51218-45-2	357	SPE- 2D	
57	Metoxicloro	72-43-5	357		SPE
58	Naftaleno	91-20-3	454		HS
59	Paration	56-38-2	357	SPE- 2D	
60	2,2',4,5,5'-Pentaclorobifenila	37680- 73- 2	357 e 454		SPE
61	2,3',4,4',5-Pentaclorobifenila	31508-00-6	357 e 454		SPE
62	Pentaclorofenol	87-86-5	357	SPE-2D	
63	Simazina	122-34-9	357	DIn	
64	2,4,5-T	93-76-5	357	DIn	
65	Tetracloreto de carbono	56-23-5	357		SPE
66	Tetracloro eteno	127-18-4	357		HS
67	2,2',5,5'- Tetraclorobifenila	35693-99-3	357 e 454		SPE
68	Tolueno	108-88-3	357		HS
69	Toxafeno	8001-35-2	357		SPE
70	2,4,5-TP	93-72-1	357	DIn	
71	Tributilestanho	688-73-3	357 e 454	DIn	
72	1,2,3-Triclorobenzeno	87-61-6	357		SPE
73	1,2,4-Triclorobenzeno	120-82-1	357		SPE



	Composto	Nº CAS	Resolução CONAMA	LCa	GC <sup>b</sup>
74	1,3,5-Triclorobenzeno	108-70-3	357		SPE
75	2,4,4'-Triclorobifenila	7012-37-5	357 e 454		SPE
76	Tricloroeteno	79-01-6	357		HS
77	2,4,6-Triclorofenol	88-06-2	357	SPE- 2D	
78	Trifluralina	1582-09-8	357	SPE- 2D	
79	<i>meta</i> -Xileno	108-38-3	357		HS
80	orto-Xileno	95-47-6	357		HS
81	<i>para</i> -Xileno	106-42-3	357		HS

<sup>&</sup>lt;sup>a</sup> Métodos de extração que serão empregados nas análises por LC: DIn (*Direct Injection*); SPE-2D (*Solid Phase Extraction Bi-Dimentional*); <sup>b</sup> Métodos de extração que serão empregados nas análises por GC: SPE (*Solid Phase Extraction*); HS (*Headspace*);



## ATA DA REUNIÃO DE JULGAMENTO DE RECURSO E RESULTADO FINAL



### ATA DA REUNIÃO DE JULGAMENTO DOS RECURSOS DA CHAMADA 17+19/2020 "DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS EM ÁGUA SUPERFICIAL E SEDIMENTOS DA BACIA DO RIO PARAOPEBA" NO DIA 06.07.2020

No dia 6 de julho de 2020, às 16h30, reuniram-se virtualmente os membros do Comitê Técnico-Científico do "Projeto Brumadinho-UFMG", Claudia Mayorga, Fabiano Teodoro Lara, Ricardo Machado Ruiz, Adriana Monteiro da Costa, Carlos Augusto Gomes Leal, Claudia Carvalhinho Windmöller, Efigênia Ferreira e Gustavo Ferreira Simões e o Secretário Executivo do "Projeto Brumadinho-UFMG", Tiago Barros Duarte. Ausente, justificadamente, Efigênia Ferreira.

A divulgação do resultado preliminar da Chamada 17+19/2020 ocorreu no dia 25 de junho, tendo sido informado ao professor Rodinei Augusti a APROVAÇÃO COM AJUSTES de sua proposta. O proponente não interpôs recursos contra as recomendações do Comitê, enviando novo Subprojeto com atendimento aos ajustes sugeridos. A proposta foi reexaminada e decidiu-se, por unanimidade, por sua APROVAÇÃO PARA RECOMENDAÇÃO.

Sendo assim, o Comitê Técnico-Científico requererá a divulgação do RESULTADO FINAL na forma prevista na Chamada 17+19/2020. Encerrou-se a reunião às 19 horas. Eu, Tiago Barros Duarte, Secretário-Executivo do Comitê Técnico-Científico do "Projeto Brumadinho-UFMG" lavrei a presente ata, que vai assinada por mim e pelos demais. Belo Horizonte, 6 de julho de 2020.

Ricardo Machado Ruiz	
Adriana Monteiro da Costa	
Carlos Augusto Gomes Leal	
Claudia Carvalhinho Windmöller	
Gustavo Ferreira Simões	
Fabiano Teodoro Lara	
Claudia Mayorga	_
Tiago Barros Duarte	

Página 1 de 1



### CHAMADA PÚBLICA INTERNA INDUZIDA N. 17+19/2020

### DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS EM ÁGUA SUPERFICIAL E SEDIMENTOS

### **Resultado Final**

Proponente	Unidade	Resultado
Rodinei Augusti	Instituto de Ciências Exatas da UFMG	Proposta aprovada



Página 1 de 1



### PROPOSTA DE PRESTAÇÃO DE SERVIÇOS

Fundep GNP 328399

Projeto Brumadinho – Chamadas 17 e 19 Subprojeto: "Determinação de compostos orgânicos em águas superficiais e sedimentos da bacia do rio Paraopeba"

> UFMG Departamento de Química - ICEx

Coordenação: Prof. Rodinei Augusti

**Julho 2020** 





### Sumário

PRO	OPOS'	TA DE PRESTAÇÃO DE SERVIÇOS	-
1.	DAE	DOS CADASTRAIS	:
		TÓRICO	
3.	DES	CRIÇÃO DA PROPOSTA	-
3	.1.	Objeto	-
3	.2.	Justificativa	7
3	.3.	Detalhamento dos Serviços	-
4.	RES	PONSABILIDADE TÉCNICA	9
5.	VAI	OR DA PROPOSTA	(
6.	PRA	ZO DE EXECUÇÃO	ç
7.	APR	OVAÇÃO DA PROPOSTA	ç
8.	VAL	IDADE DA PROPOSTA	9





### 1. DADOS CADASTRAIS

### Denominação

Fundação de Desenvolvimento da Pesquisa – Fundep

### Endereço

Av. Presidente Antônio Carlos, 6627 – Unidade Administrativa II – Pampulha Cep 31 270-901 – Caixa Postal 6990 - Belo Horizonte – MG

Telefone: (31) 3409.6572

E-mail: novosprojetos@fundep.ufmg.br

Home page: http://www.fundep.ufmg.br

### Dirigente

Prof. Alfredo Gontijo de Oliveira - Presidente

### Constituição

A Fundep é uma entidade de direito privado, sem fins lucrativos, com sede e foro na cidade de Belo Horizonte. Foi instituída por escritura pública em 28 de fevereiro de 1975, no Cartório do 1º Ofício de Notas (Tabelião Ferraz), à folha 01 do livro 325 B, devidamente aprovada pela Curadoria de Fundações (Ministério Público) em 30 de janeiro de 1975. Registrada no Cadastro Nacional da Pessoas Jurídica, sob o número 18.720.938/0001-41 e com registro no Cartório Jero Oliva, no Livro A 42, Folhas 83v., sob o número de ordem 29.218, em 13 de fevereiro de 1975.

Declarada de "Utilidade Pública" pela Lei nº 7.075, do Governo do Estado de Minas Gerais, de 28.09.77 e pela Lei nº 2.958, da Prefeitura Municipal de Belo Horizonte, rege-se pelas normas de seu estatuto.

Num. 125411816 - Pág. 3





### 2. HISTÓRICO

Na década de setenta, professores da Universidade Federal de Minas Gerais empenharamse, com êxito, na constituição de uma fundação de apoio para as atividades acadêmicas de pesquisa, extensão e de desenvolvimento tecnológico. Fazia-se necessária a criação de um instrumento ágil, dotado de estrutura operacional especializada e adequada às necessidades de captação e gestão dos projetos da Universidade.

A Fundep – Fundação de Desenvolvimento da Pesquisa – foi então criada no dia 29 de novembro de 1974, por aprovação do Conselho Universitário da UFMG, como entidade de direito privado, com personalidade jurídica própria e autonomia financeira e administrativa.

Em sua relação com o ambiente externo, as IFES (Instituição Federal de Ensino Superior) e ICTs (Institutos de Ciência e Tecnologia) tanto podem atuar em projetos próprios quanto participar conjuntamente de projetos com outros órgãos e entidades, e ainda, prestar serviços.

A Fundep, neste contexto e amparada pela Lei Federal 8.958/94 e seus decretos, cumpre funções específicas, complementares àquelas da UFMG e demais apoiadas, especializandose no conhecimento de políticas de atuação e procedimentos das agências de financiamento e fomento, zelando para que os projetos contemplem os objetivos de todos os partícipes e atuando como gestora administrativo-financeira das atividades acadêmicas de pesquisa, ensino, extensão e desenvolvimento tecnológico da UFMG e de vários outros Institutos e Centros de Pesquisa.

Em decorrência de sua experiência e excelência reconhecida como gestora de Projetos da UFMG em cumprimento à sua finalidade estatutária de cooperar com outras instituições nos campos da ciência, pesquisa e cultura em geral, em conformidade com a Portaria Interministerial 191 de 2012, a Fundep hoje tem autorização do MEC/MCTI e atua como Fundação de Apoio das seguintes instituições:

### **UFMG - Universidade Federal de Minas Gerais**

AMAZUL - Amazônia Azul Tecnologias de Defesa

CETEM - Centro de Tecnologia Espacial

CETENE - Centro de Tecnologia Estratégica do Nordeste

CNEN - Comissão Nacional de Energia Nuclear

CPRM - Companhia de Pesquisa de Recursos Minerais - Serviço Geológico do Brasil

EBSERH/UFRN - Empresa Brasileira de Serviços Hospitalares na Universidade Federal do Rio Grande do Norte

UNIFAL - Fundação de apoio à Universidade Federal de Alfenas

EBSERH/HC UFMG - Hospital das Clínicas da Universidade Federal de Minas Gerais

HUMAP-UFMS-EBSERH - Hospital Universitário Maria Aparecida Pedrossian

IBICT - Instituto Brasileiro de Informação em Ciência e Tecnologia

ICMBIO - Instituto Chico Mendes de Conservação da Biodiversidade

IAE - Instituto de Aeronáutica e Espaço

IEAv - Instituto de Estudos Avançados

IFI - Instituto de Fomento e Coordenação Industrial

IFMG - Instituto Federal de Educação, Ciência e Tecnologia de Minas Gerais





INCA - Instituto Nacional de Câncer

INMETRO - Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia

INPA - Instituto Nacional de Pesquisas da Amazônia

INPE - Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais

INT - Instituto Nacional de Tecnologia

INSA - Instituto Nacional do Semiárido

ITA - Instituto Tecnológico de Aeronáutica

LNA - Laboratório Nacional de Astrofísica

MPEG - Museu Paraense Emílio Goeldi

NIT-MB - Núcleo de Inovação Tecnológica da Marinha do Brasil

ON - Observatório Nacional

UNILA - Universidade Federal da Integração Latino-Americana

UFAL - Universidade Federal de Alagoas

UFOP - Universidade Federal de Ouro Preto

UFSM - Universidade Federal de Santa Maria

UFABC - Universidade Federal do ABC

### QUALIFICAÇÃO FUNDEP

Com uma estrutura operacional altamente especializada, a Fundep atua como gestora administrativo-financeira das atividades acadêmicas de pesquisa, ensino, extensão e desenvolvimento tecnológico da UFMG e demais Centros de Pesquisa, além de prestar serviços a órgãos públicos e privados, e realizar concursos públicos.

Através de sua expertise em gestão administrativa e financeira de projetos a FUNDEP vem contribuindo para o desenvolvimento da sociedade tanto no setor público quanto no setor privado, priorizando a busca do conhecimento dentro da UFMG e a transferência do mesmo para o mercado.

A Fundação também atua como interface entre as organizações públicas e privadas, nas negociações e nas contratações de projetos, buscando tecnologias e inovações dentro das Universidades e/ou por meio de parcerias.

Entre 2014 e 2017 foram mais de 1,2 bilhões de reais movimentados em projetos de ensino, pesquisa e extensão, sendo tudo isso possível a partir de uma estrutura robusta, qualificada e tecnologicamente avançada, onde as demandas administrativas e operacionais do projeto são realizadas através de um sistema on-line, disponível 24 horas por dia e acessível de qualquer parte do mundo, seja através do computador, tablete ou smartphone.

Possuímos um portal de compras próprio, garantindo economia e agilidade nas aquisições.

A Fundep disponibiliza serviço de importação especializado sendo credenciada junto ao CNPq, no âmbito da Lei Federal n º 8.010/90, para efetuar importação de equipamentos e materiais destinados à pesquisa científica e tecnológica, com isenção de tributos, sendo a segunda maior importadora do Estado de Minas Gerais em volume de recursos e a primeira em número de itens importados.

A Fundação é gestora do Embrapii DCC e INT e operadora do Sibratec Redes de Centros de Inovação em Nanomateriais, Nanocompósitos e em Nanodispositivos e Nanosensores.





Ao apoiar os parceiros na busca pela inovação, realizando uma eficiente gestão dos projetos de pesquisa, inovação, ensino e extensão, a Fundep se revela uma importante agente no processo de PD&I no Brasil.

Nosso relatório de atividades está disponível em nossa página na Internet.

### Estrutura de Governança

O corpo gestor da Fundep é composto pelos conselhos Fiscal, Curador e Diretor, sendo presidida pelo Presidente do Conselho Diretor, o Prof. Dr. Alfredo Gontijo de Oliveira. Por exigência estatutária, as demonstrações contábeis da Fundep são auditadas regularmente. Atualmente a empresa de Auditoria contratada é a Fernando Motta e Associados. Além da empresa de auditoria, a Fundep tem as contas analisadas pelos seus Conselhos Curador e Fiscal, bem como pelo Conselho Universitário da Universidade Federal de Minas Gerais.

Depois de apreciada pelo Conselho Curador, a prestação de contas é encaminhada ao órgão competente do Ministério Público de Minas Gerais. Ver o Art. 26º do Estatuto da Fundep.

### **Processos Certificados**

Os processos da Fundep referentes à gestão de projetos, apoio institucional, prestação de serviços e outros foram avaliados pelo Conselho de Acreditação Holandês – Raad voor Accreditatie (Rva) em junho de 2018 que os atestou em conformidade aos requisitos estabelecidos pela norma ISO 9001:2015.





### 3. DESCRIÇÃO DA PROPOSTA

### 3.1. Objeto

Prestação de serviços técnicos especializados, para dar apoio ao projeto "Determinação de metais e metaloides em água superficial e sedimentos da bacia do rio Paraopeba", sob coordenação do Prof. Rodinei Augusti, recomendado pelo Comitê Técnico Científico do Projeto Brumadinho, no valor de R\$ 924.984,00 (novecentos e vinte e quatro mil e novecentos e oitenta e quatro reais), no âmbito da Lei n. º 8-958 e Termo de Cooperação Técnica n° 037/19.

### 3.2. Justificativa

Ente de cooperação da UFMG, a FUNDEP é capaz de agilizar o desenvolvimento das atividades do projeto em questão, pois é dotada de estrutura operacional especializada e adequada às necessidades da Universidade Federal de Minas Gerais. Atuando como interface junto aos vários agentes que participarão do projeto, a FUNDEP poderá zelar para que o referido trabalho contemple seus objetivos e metas.

### 3.3. Detalhamento dos Serviços

- 3.1. Gerenciar o recebimento de recursos destinados à realização da proposta em questão:
  - ✓ Efetuar pagamentos comandados pelo (a) Coordenador (a), utilizando-se dos recursos previstos;
  - ✓ Monitorar e acompanhar administrativamente e analiticamente o cronograma físico-financeiro;
  - ✓ Adquirir materiais e serviços, contratar pessoal especializado, administrar de forma contábil e financeira e prestar contas dos recursos;
  - ✓ Recolher os impostos, taxas, contribuições e outros encargos porventura devidos em decorrência do projeto, apresentar os respectivos comprovantes ao setor competente do ICEx;
  - ✓ Contratar, fiscalizar e pagar pessoal, porventura necessário à execução do objeto da proposta:
  - ✓ Aplicar no mercado financeiro, através de instituições oficiais, os recursos administrados, devendo posteriormente revertê-los para o projeto, junto com o respectivo rendimento;
  - ✓ Transferir, de imediato, ao ICEx, a posse e uso dos materiais de consumo e bens duráveis adquiridos para execução da proposta;
  - ✓ A FUNDEP disponibilizará ao Comitê Técnico Científico relação de bens permanente adquiridos no Projeto e no Subprojeto para que este recomende a Reitoria da UFMG a destinação dos equipamentos;
  - ✓ Formalizar doação sem qualquer encargo, ao final da execução da proposta do Projeto Brumadinho UFMG, dos bens duráveis, adquiridos para execução da proposta para unidade indicada pela Reitoria da UFMG, conforme Termo de Cooperação Técnica nº 037/19;





- ✓ Restituir ao Juízo, ao final da proposta, se for o caso, eventual saldo remanescente, monetariamente corrigido e acrescido dos rendimentos percebidos;
- ✓ Solucionar, judicialmente ou extrajudicialmente, quaisquer litígios com terceiros, decorrentes da execução desta proposta;
- ✓ Conceder bolsas de pesquisa e extensão de acordo com a Lei n° 8.958 e Termo de Cooperação Técnica n° 037/19, quando for o caso.
- Oferecer serviço de acesso direto para o coordenador, disponibilizando software próprio, via Internet, que permite acessar a qualquer momento, de qualquer lugar, os dados relativos ao projeto, composto dos seguintes módulos:
  - ✓ Módulo Financeiro:
    - Extrato "inteligente", via Internet / e-mail
    - Balancetes
    - Faturas
    - Demonstrativo de despesas
    - Prestação de contas
  - ✓ Módulo compras
    - Controle de solicitações de compras nacionais e importadas
    - Custo de importação
    - Autorização e justificativa para aquisição de bens
  - ✓ Módulo pessoal
    - Custo de pessoal
- Responsabilizar-se por:
  - ✓ Prestar os serviços na forma e condições definidas no projeto, responsabilizar-se pela sua perfeita e integral execução;
  - ✓ Responder pelos prejuízos causados ao ICEx, em razão de culpa ou dolo de seus empregados ou prepostos;
  - ✓ Respeitar e fazer com que seu pessoal cumpra as normas de segurança do trabalho e demais regulamentos vigentes nos locais em que estiverem trabalhando;
  - ✓ Facilitar, por todos os meios ao seu alcance, a ampla ação fiscalizadora do ICEx, atendendo prontamente às observações por ele apresentadas;
- Oferecer estrutura gerencial e operacional com pessoal especializado para acompanhar individualmente os processos e atender coordenadores.
- Disponibilizar ao coordenador, via Internet, formulários *on line*, para solicitações de serviços.
- Responsabilizar-se pela guarda dos documentos relativos a proposta;
- Disponibilizar para a proposta sistema de gestão (software) com os módulos compras, financeiro, pessoal, cursos e eventos, integrados para dar maior segurança, transparência, rapidez e confiabilidade aos processos.
- Observar rigorosamente o disposto na Lei 8.958 de 1994 e ao Decreto 8.241 de 2014.





### 4. RESPONSABILIDADE TÉCNICA

O gerenciamento das atividades acima propostas ficará a cargo da CIA – Centro Integrado de Atendimento Fundep.

### 5. VALOR DA PROPOSTA

Para a execução das atividades previstas nesta proposta, a Contratante pagará a Fundep a importância de R\$ 92.498,40 (noventa e dois mil, quatrocentos e noventa e oito reais e quarenta centavos), referente a remuneração pelos serviços prestados, conforme anexo 1.

### 6. PRAZO DE EXECUÇÃO

O prazo estimado para realização do serviço proposto será definido no contrato a ser firmado entre as partes.

### 7. APROVAÇÃO DA PROPOSTA

Em caso de aprovação da presente Proposta, solicitamos a emissão ou o pedido de emissão do contrato por parte da FUNDEP.

### 8. VALIDADE DA PROPOSTA

Esta proposta tem a validade de 30 (trinta) dias a contar de sua data de assinatura.

Belo Horizonte, 10 de julho de 2020

ALFREDO GONTIJO DE Assinado de forma digital por ALFREDO GONTIJO DE OLIVEIRA:04512421653 Dados: 2020.07.10 16:48:49 -03'00'

Prof Alfredo Gontijo de Oliveira

Presidente

Num. 125411816 - Pág. 9





### Anexo I

Farabiaranta da Farabarão				١	/igêr	icia (	em n	neses	)					custos	Total
Envolvimento da Fundação	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	CUSIUS	Total
Direto															
1. Negócios e Parcerias														924,98	924,98
2. Gerência de Projetos														1.479,97	22.199,62
3. Financeiro														858,91	12.024,79
4. Contas a Pagar														213,46	2.774,95
5. Prestação de Contas														231,25	924,98
6. Contabilidade														198,21	2.774,95
7. Assessoria Jurídica														71,15	924,98
8. Divulgação/matricula															-
Nessessidade do Projeto															-
1. Pessoal														1.067,29	13.874,76
2. Compras Nacionais														1.138,44	14.799,75
3. Importação															-
Suporte															-
1. Informática														431,66	6.474,89
2. Apoio														61,67	924,98
<ol><li>Material de Expediente</li></ol>														142,31	1.849,97
Manutenção														142,31	1.849,97
Custos Indiretos														142,31	1.849,97
Arquivo: 05 anos após a															
aprovação das contas da															
UFMG pelo TCU														138,75	8.324,86
Total															92.498,40



# PROPOSTA RECOMENDADA E TERMO DE COMPROMISSO ÉTICO E DE CONFIDENCIALIDADE





### UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

### PROJETO BRUMADINHO-UFMG

### CHAMADA PÚBLICA INTERNA INDUZIDA Nº 17 E 19/2020 DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS EM ÁGUAS SUPERFICIAIS E SEDIMENTOS DA BACIA DO RIO PARAOPEBA

Determinação de Compostos Orgânicos Contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454 em Águas Superficiais e Sedimentos Coletados na Bacia do Rio Paraopeba utilizando as Técnicas de Cromatografia Gasosa e Cromatografia Líquida Acopladas à Espectrometria de Massas

Coordenador: Rodinei Augusti

Departamento de Química - Instituto de Ciências Exatas

Junho, 2020



### 1. JUSTIFICATIVA E CONTEXTUALIZAÇÃO

O rompimento da barragem 1 (B1), do complexo da Mina Córrego do Feijão da empresa Vale, em 25 de janeiro de 2019, liberou cerca de 12 milhões de metros cúbicos de rejeito, que se espalharam e destruíram, além de grande parte de vegetação nativa, edificações administrativas da própria Vale, uma pousada, casas de moradores da comunidade Ferteco, que ficava logo abaixo, além de veículos, todo tipo de instalações elétricas como transformadores, e o mais grave, causou a morte de 270 pessoas e inúmeros animais. O espalhamento do rejeito soterrou o leito do Córrego Ferro-Carvão e adentrou o rio Paraopeba, causando um aumento brusco de turbidez devido a toda sorte de materiais provenientes da barragem e arrastados pelo caminho. A captação de água do Rio Paraopeba para tratamento e disponibilização para consumo humano foi interrompida a jusante do ponto de confluência do córrego Ferro-Carvão com o Rio Paraopeba.<sup>1</sup>

Além de metais, é possível que uma diversidade de compostos orgânicos originários de maquinários, veículos, depósitos, transformadores, combustíveis, óleos, graxas, tenham sido arrastados e dispersos nos corpos d'água. Assim, um monitoramento ambiental de compostos orgânicos nos corpos d'água da região é essencial para diagnosticar a possível presença e concentração de tais substâncias. Nos corpos d'água, água e sedimento se encontram em contato direto, de forma que compostos presentes na água podem se depositar no sedimento, bem como compostos encontrados no sedimento podem se deslocar para a água por meio de processos físicos ou químicos.<sup>2</sup> Dada essa interferência de uma fase sobre a outra, a avaliação da qualidade hídrica requer a análise de ambas as matrizes, cujos padrões de qualidade são estabelecidos nas Resoluções CONAMA 357 e 454, para águas superficiais e sedimentos, respectivamente. Essas resoluções preconizam a determinação de diversos compostos orgânicos, como hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs), fenóis, bifenilas policloradas (BPCs) e pesticidas. É importante ressaltar que muitas dessas substâncias orgânicas, e também vários de seus produtos de degradação, são altamente tóxicos, mesmo em quantidades ínfimas, e o seu monitoramento é de vital importância para a saúde da população e também dos ecossistemas.<sup>3–5</sup>

Deste modo, um diagnóstico sobre a possível presença de tais compostos orgânicos nestas amostras mostra-se de extrema relevância para, junto com outras informações como avaliação de presença de metais e metaloides e testes ecotoxicológicos, fornecer um diagnóstico mais completo da qualidade hídrica da região afetada pelo desastre.

### 2. OBJETIVOS E METAS

### 2.1. OBJETIVO GERAL E META FINAL

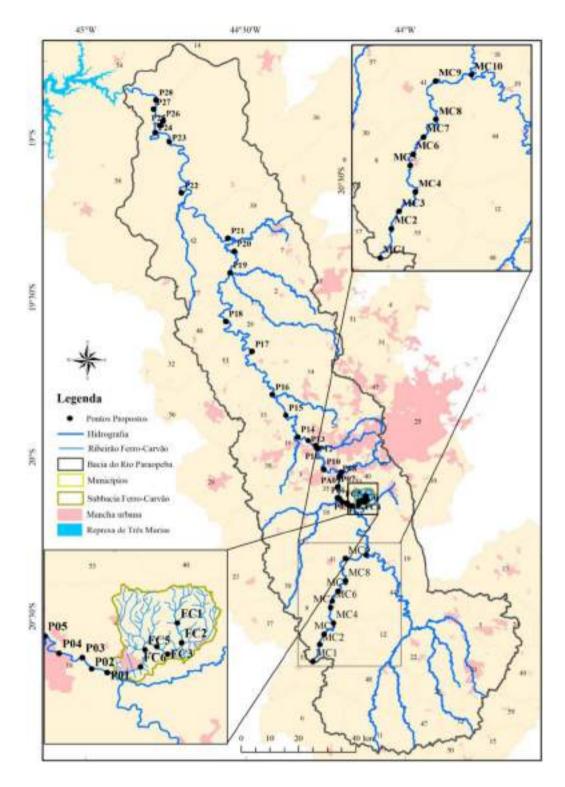
Para as análises das amostras, a equipe apresenta, como objetivo geral e meta final, a avaliação qualitativa e quantitativa de contaminantes orgânicos em água superficial e sedimentos da Bacia do Rio Paraopeba. Os analitos previstos nas Resoluções CONAMA 357 (água superficial) e 454 (sedimento), como exposto no Anexo 1, serão quantificados em amostras coletadas em 44 pontos da Bacia do Rio Paraopeba definidos no plano amostral do CTC do Projeto Brumadinho-UFMG, como indicado na Figura 1.

Neste projeto, 81 analitos serão analisados. Dentre esses, 21 (26 %) serão analisados por cromatografia líquida acoplada a espectrometria de massas sequencial (UHPLC-2D-MS/MS), enquanto os 60 restantes (75 %) serão objeto de análise por cromatografia gasosa acoplada a espectrometria de massas (GC-MS e GC-MS/MS), como indicado no Anexo 1. Além disso, todas as amostras serão analisadas via cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas de alta resolução (HPLC-HRMS) para a realização de uma triagem (*screening*), visando, também, a detecção de compostos orgânicos ausentes das Resoluções CONAMA 357 e 454. Maiores detalhes sobre todas estas técnicas serão apresentados nos itens a seguir da presente proposta.



3

Num. 125411817 - Pág. 4



**Figura 1.** Localização dos 44 pontos de coleta de água superficial e de sedimentos do plano amostral do CTC do Projeto Brumadinho-UFMG (Fonte: Chamada Pública Induzida 11/2019 e Chamada Pública Induzida 09/2019 onde se citam as coordenadas geográficas destes pontos).



2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

A presente proposta apresenta os seguintes objetivos específicos:

1) Determinar e quantificar compostos orgânicos previstos nas Normas CONAMA 357 e 454

Anexo 1) em amostras de água superficial e sedimentos, respectivamente, encaminhadas para

análise pelo CTC-UFMG, pelo uso das técnicas de cromatografia líquida acoplada à

espectrometria de massas sequencial (UHPLC-2D-MS/MS) e cromatografia gasosa acoplada à

espectrometria de massas (GC-MS e GC-MS/MS), empregando metodologias quantitativas

validadas segundo os parâmetros preconizados no guia de validação do INMETRO;<sup>2</sup>

2) Determinar qualitativamente e, se possível, quantitativamente a presença de contaminantes

orgânicos tóxicos que não constem nas Normas CONAMA 357 e 454, respectivamente,

encaminhadas para análise pelo CTC-UFMG. Isto será feito utilizando-se a técnica de

cromatografia líquida acoplada à espectrometria de massas de alta resolução (UHPLC-HRMS),

empregando metodologias no modo de varredura completa (screening);

3) Após a entrega dos resultados dos relatórios parciais com os resultados obtidos e

recebimento do georreferenciamento das amostras do CTC-UFMG, comparar os resultados

obtidos com os valores-guia de qualidade das Normas CONAMA 357 e 454. Utilizar gráficos

e métodos estatísticos para interpretação dos dados obtidos, em conjunto com os resultados

provenientes de outros subprojetos no âmbito do Projeto Brumadinho-UFMG, se houver;

4) Estabelecer correlações de similaridade pelo uso de ferramentas quimiométricas, tais como

PCA (Principal Component Analysis) e HCA (Hierarchical Clustering Analysis), buscando-se

traçar perfis de similaridades e padrões de distribuição dos compostos orgânicos das águas

superficiais da bacia do Rio Paraopeba;

5) Avaliar os resultados obtidos com relação a trabalhos desenvolvidos pelas partes envolvidas

nas 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, além de outros trabalhos de monitoramento

ambiental e estudos científicos disponíveis.



### 3. METODOLOGIA

### 3.1. COLETA DAS AMOSTRAS

As coletas das amostras serão realizadas por uma equipe selecionada em outros editais (Chamada Projeto Brumadinho-UFMG nº 9-2019 e nº 11-2019 e serão distribuídas da seguinte maneira: (1) 44 amostras de água superficial coletadas mensalmente, durante 11 meses, totalizando 484 coletas; (2) no caso de sedimentos, serão 44 amostras coletadas em dois períodos distintos, durante a vigência do edital, totalizando 88 amostras. Portanto, o número de amostras totais a ser coletado é 572 (484 de águas superficiais e 88 de sedimentos). A região de referência (municípios atingidos), onde as amostras deverão ser coletadas, compreende os seguintes municípios selecionados, de Brumadinho até a represa da Usina Hidrelétrica de Retiro Baixo, a saber: (1) Betim, (2) Brumadinho, (3) Curvelo, (4) Esmeraldas, (5) Florestal, (6) Fortuna de Minas, (7) Igarapé, (8) Juatuba, (9) Maravilhas, (10) Mário Campos, (11) Martinho Campos, (12) Papagaios, (13) Pará de Minas, (14) Paraopeba, (15) Pequi, (16) Pompéu, (17) São Joaquim de Bicas, (18) São José da Varginha e (19) Sarzedo (Figura 1). Os protocolos de garantia de rastreabilidade da etapa de análise, prevista nesta proposta, estarão compondo a documentação pertinente às adequações dos laboratórios à Norma ISO 17025, conforme consta no texto da Chamada.

### 3.2. ANÁLISE DOS COMPOSTOS ORGÂNICOS

As análises *target* (ou alvo) centralizam-se na análise de um grupo ou classe de compostos, nesse caso, os compostos listados nas Resoluções CONAMA 357 e 454. Já as análises *untarget* (ou global) podem ser convenientemente utilizadas como um método de triagem, permitindo a detecção de analitos que não estão nas listas das Resoluções CONAMA 357 e 454. Os métodos de extração dos compostos orgânicos das águas superficiais, quais sejam *Solid Phase Extraction (SPE)* (EPA 3535A), para compostos orgânicos semi-voláteis (SVOC), e *Headspace* (HS) (EPA 5021A), para os compostos orgânicos voláteis (VOCs). O tratamento inicial das amostras de sedimento são detalhados nos itens a seguir. Esses modos de extração serão combinados com as técnicas de cromatografia gasosa ou líquida acoplada á espectrometria de massas para a realização das análises do tipo *target* e *untarget*. Finalmente, todas as análises serão realizadas no Centro de Referência Ambiental (CRA), localizado no Departamento de Química da Universidade Federal de Minas Gerais (DQ-UFMG).



3.3. MÉTODOS DE EXTRAÇÃO

3.3.1. Solid Phase Extraction (SPE)

A metodologia de SPE que será empregada no preparo das amostras de água superficial

foi baseada naquela utilizada pelo laboratório da companhia de saneamento de Minas Gerais

(COPASA), o qual possui acreditação na norma ISO 17025. Para a otimização do método serão

avaliados diferentes cartucho de fase reversa contendo 500 mg de sorvente e com capacidade

para 6 mL. Todos eles são baseados em sílica ou polímero de interações predominantemente

hidrofóbicas e são utilizados nas análises realizadas pela COPASA.

As etapas de SPE a serem executadas serão as seguintes: a) condicionamento do

cartucho pela adição de 3 mL da solução de acetato de etila:diclorometano (50:50, v/v) seguido

de 3 mL de metanol; (b) percolação da amostra, quando serão avaliados os volumes de 250,

500, 750 e 1000 mL de amostras de água superficial para verificação do volume de ruptura

ideal de compromisso para os analitos de interesse; (c) secagem dos cartuchos pela remoção

da fração da água aplicando-se alto vácuo por pelo menos 10 minutos. Esta etapa é necessária

para a perfeita eluição dos analitos; (d) eluição dos analitos do cartucho percolando-se 2 mL

de acetona, seguido de 5 mL de acetato de etila e, finalmente, 7 mL de diclorometano.

Após a eluição, a água residual será retirada por uma última percolação do eluato

orgânico por um cartucho de sulfato de magnésio anidro. Finalmente, após a remoção da água

residual, os 7 mL de percolado final serão evaporados sob fluxo de nitrogênio

(aproximadamente 40 °C) até o volume de aproximadamente 0,7 mL, o qual será completado

para 1 mL com acetato de etila em vial de injeção. Desse vial serão retiradas alíquotas para

injeção nos sistemas de cromatografia líquida e gasosa.

A otimização dos parâmetros de extração, como volume de amostra, tipo e volume do

solvente de eluição, pH da amostra e adição de sais será feita empregando métodos estatísticos

de planejamento de experimentos do tipo fatorial completo e fracionário. A aplicação do

planejamento experimental permitirá obter as melhores condições de extração para os analitos

a serem analisados.

3.3.2. Headspace (HS)



O método *headspace* (HS) será utilizado na etapa de preparo das amostras de águas superficiais. Neste método a fase gasosa que está em equilíbrio com a matriz, contem o analito que volatiliza preferencialmente, podendo ser injetado diretamente no cromatógrafo. Em todo o preparo será utilizado um amostrador automático PAL3 RTC 120 da Agilent. As condições de extração estão descritas no método 5021A da Agencia de Proteção Ambiental Americana (USEPA, 2014).

### 3.3.3. EXTRAÇÃO DOS COMPOSTOS ORGÂNICOS DAS AMOSTRAS DE SEDIMENTOS

Diferentemente das amostras de água, para as amostras de sedimento, visando atender à resolução CONAMA 454, será necessário empregar uma etapa de extração prévia. No sedimento os analitos podem estar fortemente sorvidos sob as partículas de minerais ou ainda na matéria orgânica. Dessa forma, é necessário aplicar métodos de extração mais enérgicos para garantir a recuperação adequada dos possíveis analitos ali presentes. A *Environmental Protection Agency* (EPA) dos Estados Unidos prevê, basicamente, quatro possíveis diferentes estratégias para a análise de poluentes orgânicos em solo ou sedimento: *Soxhlet*, micro-ondas, ultrassom e extração acelerada por solvente. Das quatro técnicas citadas o *Soxhlet* é a mais antiga, sendo a primeira a ser preconizada. Sua eficiência e simplicidade são inquestionáveis. Porém o tempo, quantidade de solvente orgânico e água gastos durante a etapa de extração são extremamente elevados. <sup>7–11</sup>

A técnica de micro-ondas emprega um aquecimento controlado do solvente e da amostra empregando ondas eletromagnéticas (tipicamente 2450 MHz) em frascos fechados. Os frascos utilizados são revestidos com materiais especiais como Weflon Capazes de absorver as ondas eletromagnéticas e transformá-las em calor, o qual é transferido do frasco para o solvente e amostra. As grandes vantagens dessa técnica é que múltiplas amostras podem ser extraídas simultaneamente, o controle da temperatura e potência pode ser feito de forma rigorosa e os gastos de solvente e tempo são reduzidos significativamente. Em compensação o uso de equipamentos de micro-ondas e dos frascos especiais depende da sua aquisição, de um conhecimento maior de operação e gastos e tempo com manutenção de uma máquina muito mais cara que os sistemas de Soxhlet.

A técnica de ultrassom é outra técnica de extração que converte um tipo de onda (sonora na faixa de 25 a 45 kHz) em aquecimento visando acelerar o processo e aumentar a eficiência de extração dos analitos de partículas de sedimento ou solo. <sup>10</sup> As ondas sonoras nesta faixa de frequência geram pontos de baixa pressão que evaporam pequenos volumes de solventes

8

Num. 125411817 - Pág. 9

formando bolhas de vapor. Essas bolhas podem então absorver as ondas sonoras ultrassônicas e colapsar, liberando a energia em forma de ondas de choque no fenômeno de cavitação. Essas ondas de choque dissipam rapidamente sua energia em forma de calor aquecendo o sistema. É um sistema de aquecimento e extração eficientes, que pode ser empregado com várias amostras em batelada equiparável nesses aspectos ao sistema de micro-ondas, porém com a grande vantagem dos equipamentos de ultrassom serem muito mais baratos. As grandes desvantagens são que os extratos ficam muito mais sujos devido a cominuição das partículas pelas ondas de choque além do controle da potência empregada não ser tão preciso quanto o dos sistemas por micro-ondas.<sup>11</sup>

As técnicas de extração acelerada por solvente (ASE do inglês, *Accelerated Solvent Extraction*) ou ainda extração com líquido pressurizado (PLE do inglês, *Pressurized Liquid Extraction*) utilizam solventes pré-aquecidos que são forçados por pressão a passar por cartuchos (colunas) de aço dentro das quais o solo ou sedimento foi previamente dispersado e acondicionado. Essa é uma técnica de extração de não equilíbrio onde busca-se esgotar a amostra "lavando-a" com volumes adequados de solventes pré-aquecidos. É uma técnica muito eficiente de extrair compostos orgânicos de material particulado, sendo praticamente toda automatizada. Porém, algumas limitações dessa técnica podem ser mencionadas como gasto mediano a elevado de solvente, não pode ser realizada em batelada (apenas uma amostra de cada vez), é mais susceptível ao efeito memória (*carry over*) e a quase obrigatoriedade de uma técnica adicional efetiva para realizar a pré-concentração e limpeza (*clean-up*).

A escolha de uma dessas técnicas vai depender fundamentalmente da composição do sedimento (minerais, tamanho de partícula, quantidade de matéria orgânica, *etc*), da frequência analítica que o laboratório é demandado (número de amostras dia ou semana) e dos recursos disponíveis. 11,12 Para atender esse edital, duas diferentes técnicas de extração que já foram adquiridas serão avaliadas e comparadas para o sedimento analisado: a extração com ultrassom e a extração acelerada por solvente. Será realizado um teste preliminar de adição e recuperação para verificar qual das técnicas é a mais promissora conforme descrito no cronograma de execução (Tabela 1). Cada uma dessas técnicas será comparada em termos de reprodutibilidade, eficiência de extração, efeito de matriz e facilidade de operação. Aquela que melhor atender esses parâmetros será validada e empregada nas amostras fornecidas.

3.4. ANÁLISES POR CROMATOGRAFIA GASOSA ACOPLADA À ESPECTROMETRIA DE MASSAS (GC-MS E GC-MS/MS)

9



As análises dos compostos orgânicos serão realizadas em um cromatógrafo a gás (Agilent modelo Intuvo 9000) acoplado a um espectrômetro de massas com analisador quadrupolo MS/MS (Agilent modelo 7010B). O injetor será operado no modo *splitless*, numa temperatura entre 250 °C - 270 °C, durante 1 a 2 min. Será utilizada uma coluna 5% fenilpolidimetil-siloxilana, DB-5MS Agilent (30 m x 250 μm x 0,25 μm), e fluxo de hélio (pureza de 99,999 %) variando entre 1,2 e 1,5 mL min<sup>-1</sup>. O programa de temperatura do forno inicia em 80 °C seguido de aquecimento a uma taxa variando entre 20 e 30 °C min<sup>-1</sup> até 150 °C – 160 °C; aumento para 210 °C a uma taxa de 10 °C min<sup>-1</sup> e patamar de 4 min; aumento para 240 °C a uma taxa de 15 °C min<sup>-1</sup>; aumento para 280 °C a uma taxa de 10 °C min<sup>-1</sup> e patamar de 10 min. O espectrômetro de massas será operado no modo de impacto de elétrons (EI) com energia de 70 eV e modo positivo. A temperatura da fonte de íons será 200 °C e a temperatura da interface de 300 °C. Os métodos desenvolvidos serão validados de acordo com o que é preconizado pelo guia de validação do INMETRO.<sup>6</sup>

3.5. ANÁLISES POR CROMATOGRAFIA LÍQUIDA ACOPLADA À ESPECTROMETRIA DE MASSAS (UHPLC-HRMS E UHPLC-2D-MS/MS)

3.5.1. Análises Target (UHPLC-2D-MS/MS)

Da lista dos compostos orgânicos preconizados nas Resoluções CONAMA 357 e 454, 21 deles serão analisados por cromatografia líquida de ultra eficiência acoplada a um espectrômetro de massas do tipo triplo quadrupolo, conforme especificado no Anexo 1, com preparo de amostras por extração em fase sólida (*Solid Phase Extraction* - SPE) *online* ou injeção direta (DIn – *Direct Infusion*). Maiores detalhes sobre as condições a serem empregadas na extração SPE são fornecidos no item 3.3.1 da presente proposta.

O equipamento empregado, comprovadamente capaz de realizar a determinação de tais compostos, será o cromatógrafo a líquido UPLC ACQUITY UPLC I-Class FTN-I contendo o sistema *online* de extração em fase sólida BSM/BSM 2D PLUS acoplado ao espectrômetro de massas triplo quadrupolo Xevo TQ-S micro. Esse equipamento foi um dos dois equipamentos que demonstraram capacidade analítica para análise direta de amostras de água exigidos no Pregão SABESP 00.178/19.

3.5.2. Análises Untarget (UHPLC-HRMS)



Com a evolução dos espectrômetros de massas de alta resolução (HRMS) nas últimas décadas e seu acoplamento com técnicas de separação como a cromatografia líquida (LC), surgiu a opção de detectar centenas de contaminantes e seus produtos de degradação, utilizando uma abordagem *untarget* (i.e., global, sem a pré-seleção de compostos alvo). As análises *untarget* podem ser convenientemente utilizadas como um método de triagem, que permite ampliar a gama de contaminantes detectados nas amostras e identificar produtos de degradação, poluentes emergentes ou compostos atípicos, não inclusos nas listas de contaminantes dos órgãos reguladores, que venham a ocorrer nas amostras em estudo. 14,15

Assim, no presente projeto propõe-se aplicar um método *untarget* para triagem de compostos orgânicos nas amostras de água superficial e sedimento coletadas em localidades atingidas pelo rompimento da Barragem da Mina Córrego do Feijão. Com isso, busca-se investigar a possível presença de outros compostos, não regulamentados, porém que podem ser relevantes para avaliar o impacto do rompimento da barragem (e.g., produtos de transformação de contaminantes, poluentes emergentes, outros compostos orgânicos não previstos).

#### 3.6. TRATAMENTO DOS DADOS

Antes da análise dos dados faz-se necessária seu pré-processamento. Os mais comuns para análises cromatográficas são deconvolução dos sinais, filtragem de ruído, detecção e alinhamento de picos, correção da linha de base e preenchimento de lacunas. Outras etapas incluem centralização, dimensionamento e transformação de dados que são utilizadas para minimizar os erros experimentais. Após essas etapas de pré-processamento e pré-tratamento dos dados são realizadas as análises estatísticas, que pode ser univariadas e multivariadas. De forma geral, as análises *target* usam uma abordagem univariada e as análises *untarget* uma abordagem multivariada.

#### 3.6.1. Análises Target

Os métodos desenvolvidos serão validados segundo as normas preconizadas no guia de validação do INMETRO<sup>6</sup> com o objetivo de verificar o desempenho para as condições nas quais estão sendo propostos. O processo de validação assegura a qualidade da análise realizada e gera informações confiáveis e interpretáveis sobre as amostras. Os ensaios de validação serão realizados por meio do uso de padrões.

A validação será demonstrada por meio da determinação de alguns parâmetros analíticos, denominados figuras de mérito. Neste projeto, os seguintes parâmetros serão considerados: seletividade, linearidade, e faixa linear de trabalho, sensibilidade, precisão,

11

recuperação, limite de detecção e limite de quantificação.<sup>6,16,17</sup> Os parâmetros de desempenho devem atender aos limites regulamentados pelo CONAMA.

As curvas analíticas serão construídas e analisadas pelo método dos mínimos quadrados ordinários. As premissas de normalidade, homocedasticidade e independência dos resíduos serão verificadas pelos testes de Ryan-Joiner, Brown-Forsithe e Durbin-Watson, respectivamente. O ajuste do modelo será averiguado pela análise de variância (ANOVA). O desempenho dos métodos validados será acompanhado ao longo do projeto por meio de cartas de controle.

#### 3.6.2. Análises Untarget

A grande quantidade de dados gerados nas análises *untarget* requer a implementação de tratamento dos dados pós-aquisição, antes da etapa de identificação. Nessa etapa, os dados serão processados usando o *software* do equipamento (Xcalibur). A saída do *software* será importada para ambiente Matlab para realização das análises quimiométricas (análises multivariadas). O uso da quimiometria permite reconhecer padrões e similaridades em dados altamente complexos. Os padrões são identificados nos resultados e depois podem ser classificados com base na similaridade entre as amostras. Estes podem ser usados para identificar perfis de distribuição de um composto, bem como destacar o grau de contaminação em uma determinada área. Para aplicar as ferramentas quimiométricas, os dados serão organizados na forma de matriz e pré-processados.

Após o pré-processamento, os dados serão avaliados empregando métodos de análise não-supervisionados, como Análise de Componentes Principais (PCA) e HCA (*Hierarchical Clustering Analysis*). Os resultados da PCA serão apresentados por meio dos gráficos de *scores*, que mostram as relações entre as amostras e gráfico de *loadings* (pesos) que indicam as relações entre as variáveis. A análise desses gráficos permite identificar similaridades entre as amostras, uma vez que amostras similares formam agrupamentos, e caracterizar compostos que são responsáveis pelos agrupamentos e separações das amostras. Os resultados obtidos nas análises *target* e *untarget* permitirão obter um perfil de distribuição química dos compostos analisados/ encontrados na região amostrada e avaliar essa distribuição em função do tempo.

#### 4. PRODUTOS

Os produtos a serem entregues para o CTC-UFMG são:

a) Relatório de validação para cada analito, previamente ao relatório com os resultados das análises das amostras;

12



- b) 11 relatórios a serem apresentados no período de execução da proposta, com frequência mensal, constando os resultados das análises das amostras;
- c) Relatório final completo, constando: (a) avaliação e discussão dos resultados das determinações de compostos obtidos, com relação aos dados de georreferenciamento e às Normas 357 e 454 do CONAMA; (b) comparação com dados de estudos anteriores realizados na mesma área, no âmbito do Projeto Brumadinho-UFMG; (c) comparação com trabalhos anteriores realizados pelas partes envolvidas 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



# 5. CRONOGRAMA DE EXECUÇÃO

Conforme Chamada Pública Interna Induzida Nº 17 e 19/2020, o cronograma de execução da proposta tem prazo máximo de treze meses. O cronograma de execução é apresentado na Tabela 1. Deve-se esclarecer que é muito provável que dentro do prazo estipulado de treze meses de execução da proposta, os dois primeiros meses serão dedicados às tarefas de treinamento da equipe de trabalho, elaboração de Instruções de Trabalho (ITs), aquisição de consumíveis para a realização das análises e reunião com o coordenador geral do Centro de Referência Ambiental (CRA) para definições de uso das instalações do Laboratório.

**Tabela 1.** Cronograma de execução das atividades experimentais do projeto, divididas em treze meses.

Atividades	Mês												
Miritages	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Reunião com o coordenador geral do CRA													
Entrega e armazenamento das amostras coletadas													
Aquisição de materiais consumíveis para a realização das análises													
Treinamento nos equipamentos e elaboração de Instruções de Trabalho													
(ITs)													
Ajuste das condições de preparo de amostras e dos parâmetros analíticos													
instrumentais													
Início das análises de amostras coletadas													
Avaliação preliminar comparativa entre as técnicas de ultrassom e													
extração acelerada por solvente													



Atividades			Mês										
Auvidaucs	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Validação dos métodos e avaliação dos parâmetros de mérito													
Relatório de validação													
Análise das amostras													
Relatório parcial com os resultados obtidos													
Tratamento dos dados aplicando-se ferramentas quimiométricas													
Relatório final com todas as atividades envolvidas no subprojeto,													
resultados obtidos, discussões e conclusões, o qual deverá conter o mapa													
amostral com o perfil de distribuição dos compostos orgânicos nas águas													
subterrâneas georreferenciadas da Bacia do Rio Paraopeba													



# 6. EQUIPE

A vigência do projeto será de treze meses. Diante do grande volume de amostras e, consequentemente, do grande volume de dados que será gerado, dimensionou-se a equipe para que todo o trabalho seja cumprido no prazo (Tabela 2). Deve-se enfatizar que os pesquisadores que constituem a equipe têm grande experiência com os temas envolvidos na proposta, como pode ser verificado nos respectivos CV Lattes. Isso garante que a equipe tem muita experiência e, deste modo, está totalmente preparada para lidar com os problemas que certamente surgirão no transcorrer dos trabalhos. De forma resumida, os pesquisadores são especialistas nas seguintes áreas: Rodinei Augusti e Adriana Nori de Macedo (espectrometria de massas), Helvécio Costa Menezes (cromatografia gasosa e análises ambientais), Ricardo Mathias Orlando (cromatografia líquida, extração em fase sólida e análises ambientais) e Mariana Ramos de Almeida (tratamento de dados e quimiometria).



16

Tabela 2. Equipe de trabalho do projeto.

Nome	Categoria da Bolsa	Atividades	Carga Horária Semanal (h)
Prof. Dr. RodineiAugusti (http://lattes.cnpq.br/3784094744916006)	P1	Coordenação da proposta e das compras, contratação de serviços de terceiros, elaboração de protocolos, elaboração de relatórios, instalação do equipamento UHPLC-HRMS, treinamento da equipe, análise no modo <i>full scan</i> para detectar os compostos descritos nas Resoluções CONAMA 357 e 454, análise <i>untarget</i> das amostras para detecção dos compostos não contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454. Produzir informações sobre o subprojeto que serão publicadas no site da Plataforma Brumadinho e receber demandas externas.	4
Prof. Dr. Ricardo Mathias Orlando (http://lattes.cnpq.br/8138054200128314)	P2	Treinamento de equipe, elaboração de relatórios, instalação do equipamento de UHPLC-2D-MS/MS (bidimensional de alta sensibilidade), treinamento da equipe, análise das amostras para determinação quantitativa dos compostos das Resoluções CONAMA 357 e 454.	4
Prof. Dr. Helvécio Costa Menezes (http://lattes.cnpq.br/8501096347724709)	P2	Coordenação de compras, elaboração de relatórios, instalação do equipamento de GC-MS/MS de alta sensibilidade. Orientação para implementar e executar os protocolos de análise, acompanhamento das determinações quantitativas das amostras, avaliação e discussão dos resultados obtidos. Acompanhamento da equipe, análise das amostras para determinação quantitativa dos compostos das Resoluções CONAMA 357 e 454.	2
Profa. Dra. Mariana Ramos de Almeida (http://lattes.cnpq.br/6690913086860156)	P2	Coordenação de compras, treinamento no equipamento de GC-MS/MS, preparo e análise das amostras para determinação quantitativa dos compostos contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454, elaboração de relatórios,	4



Nome	Categoria da Bolsa	Atividades	Carga Horária Semanal (h)
		tratamento dos dados obtidos pelas análises <i>target</i> e <i>untarget</i> , aplicação das ferramentas quimiométricas.	
Profa. Dra. Adriana Nori de Macedo (http://lattes.cnpq.br/1346159798306897)	P2	Acompanhamento da instalação do equipamento de UHPLC-HRMS (alta resolução), criação de protocolos de utilização e manutenção do UHPLC-HRMS, treinamento da equipe que fará uso desse equipamento, desenvolvimento do método a ser utilizado nas análises de varredura das amostras para detecção dos compostos não contemplados na lista das Resoluções CONAMA 357 e 454, acompanhamento dessas análises e do processamento de dados envolvido.	4
Dra. Cyntia Cabral Ribeiro (http://lattes.cnpq.br/6380243529395782)	P2	Planejamento, organização e execução do desenvolvimento e validações dos métodos analíticos empregando LC-2D-MS/MS, LC-HR-MS/MS e GC-MS/MS além das análise das amostras para determinação quantitativa e/ou varredura dos compostos contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454.	35
Msc. Millena Christie Ferreira Avelar (http://lattes.cnpq.br/8190355591231615)	P5	Recebimento das amostras, preparo de soluções, calibração de equipamentos, preparo das amostras de água superficial e sedimento. Implantação e validação de métodos target e untarget para a detecção dos compostos orgânicos. Treinamento nos equipamentos de UHPLC-HRMS, UHPLC-2D-MS/MS e GC-MS/MS, análise das amostras para determinação quantitativa e/ou varredura dos compostos contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454.	20



Nome	Categoria da Bolsa	Atividades	Carga Horária Semanal (h)
Msc. Juliana Almeida Baratta (http://lattes.cnpq.br/5701065454270734)	P5	Montar protocolos de rastreabilidade das amostras. Produzir informações e conteúdos sobre o subprojeto que serão publicadas no site da Plataforma Brumadinho. Tratamento, compilação dos dados e elaboração de relatórios. Realizar análise de amostras e dar apoio no desenvolvimento dos métodos analíticos especialmente na elaboração dos documentos de análise.	35
Marina Caneschi de Freitas (http://lattes.cnpq.br/4981845613241792)Msc.	DS	Recebimento das amostras, preparo de soluções, calibração de equipamentos, preparo das amostras de água superficial e sedimento por CF-SPME. Implantação e validação de métodos <i>target</i> para a detecção dos compostos orgânicos	8
José Messias Gomes (http://lattes.cnpq.br/9384120272737724)	P5	voláteis. Treinamento no equipamento GC-MS/MS, análise das amostras para determinação quantitativa e/ou varredura dos compostos contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454. Adequação do laboratório às normas ISO 17.025.	10
Bel. Nathália de Oliveira Melo (http://lattes.cnpq.br/2425672336077941)	P6	Recebimento das amostras, limpeza de frascos, lavagem de materiais, preparo de soluções, calibração de equipamentos, etiquetagem de frascos, preparo das amostras de água superficial e sedimento. Treinamento nos equipamentos de UHPLC-HRMS, UHPLC-2D-MS/MS e GC-MS/MS, análise das amostras para determinação quantitativa e/ou varredura	20



Nome	Categoria da Bolsa	Atividades	Carga Horária Semanal (h)
Bel. Júlia Célia Lima Gomes (http://lattes.cnpq.br/6093575709375190)		dos compostos contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454.	



## 7. ORÇAMENTOS

A equipe de professores desse projeto é composta por especialistas nas diferentes técnicas instrumentais (cromatografias líquida e gasosa, além de espectrometria de massas), técnicas de preparo de amostras (extração em fase sólida, microextração em fase sólida e extração sólido-líquido) e validação e tratamento estatístico de dados. Esse conhecimento faz com que esse grupo de professores consiga estimar com bastante confiança a demanda de trabalho e de recursos que despenderá esse projeto. Além de todos os professores-doutores, uma maior, e ainda mais qualificada equipe técnica, precisará atuar para atender à grande demanda, equipe essa que garantirá a qualidade e confiabilidade das análises. A equipe de execução da presente proposta é composta por:

- ✓ Uma doutora farmacêutica na área de cromatografia e preparo de amostras (Cyntia Cabral Ribeiro), com experiência profissional em laboratório acreditado na norma ISO 17.025 e que trabalhou como responsável técnico em uma rotina de análise com demanda superior a 1.500 amostras/dia;
- ✓ Uma mestre farmacêutica na área de qualidade (Juliana Almeida Baratta), com experiência profissional em garantia da qualidade em laboratórios certificados com ISO 17.025 e membro pertencente à Rede Metrológica de Minas Gerais;
- ✓ Três mestres em Química Analítica (Millena Christie Ferreira Avelar, José Messias Gomes e Marina Caneschi de Freitas) e dois bacharéis em Química Tecnológica (Júlia Célia Lima Gomes e Nathália de Oliveira Melo), todos com experiência acadêmica em preparo de amostras, cromatografia e espectrometria de massas. Essas duas últimas terão um papel fundamental, pois atuarão no apoio em todas as etapas das análises desenvolvidas no laboratório. O orçamento consolidado detalhado previsto para todos os compostos listados no Anexo 1 está descrito na Tabela 5.



21

**Tabela 3.** Despesas com recursos humanos.

Integrante da equipe	Carga Horária Semanal (horas)	Quantidade de Meses	Valor da Bolsa Mensal (R\$)	Valor Total da Bolsa (R\$)
Prof. Dr. Rodinei Augusti	4	13	4.933,39	64.134,07
Prof. Dr. Ricardo Mathias Orlando*	4	10,5	4.686,72	49.210,56
Prof. Dr. Helvécio Costa Menezes	2	13	2.343,36	30.463,68
Profa. Dra. Mariana Ramos de Almeida*	4	11,5	4.686,72	53.897,28
Profa. Dra. Adriana Nori de Macedo	4	13	4.686,72	60.927,36
Dra. Cyntia Cabral Ribeiro	35	13	8.201,75	106.622,75
MSc. Millena Christie Ferreira Avelar	20	13	3.946,71	51.307,23
MSc. Juliana Almeida Baratta	35	13	6.906,74	89.787,65
MSc. Marina Caneschi de Freitas	8	7	1.578,68	11.050,76
MSc. José Messias Gomes	10	13	1.973,35	25.653,62
BSc. Nathália de Oliveira Melo	20	13	3.700,04	48.100,52
BSc. Júlia Célia Lima Gomes	20	13	3.700,04	48.100,52
	Total			639.256,00

Pesquisadores que compõem outras equipes e com cargas horárias que poderiam exceder o máximo de 8 horas semanais e, por esse motivo, tiveram o número de bolsas reduzido. Os demais participantes não apresentam problemas em relação à carga horária máxima permitida.



Tabela 4. Materiais de consumo e despesas com serviços de terceiros para o desenvolvimento experimental do projeto.

Item	Quantidade	Valor Unitário (R\$)	Valor Total (R\$)	Descrição
Seringas de 3 mL	10 caixas com 100 unidades cada	40,00	400,00	Filtração das amostras de água superficial e sedimento
Seringas de 1 mL	10 caixas com 100 unidades cada	40,00	400,00	Filtração das amostras de água superficial e sedimento
Filtros de 0,45 μm	600 unidades	5,00	3.000,00	Filtração das amostras de água superficial e sedimento
Luvas nitrílicas	20 caixas	35,90	718,00	Manipulação de frascos e soluções em laboratório
Reagentes auxiliares: ácido fórmico, hidróxido de amônio, ácido acético	1 L de cada	500,00	1.500,00	Preservante para as amostras, solventes e reagentes para preparo de fase móvel para UHPLC
Micropipetas de volumes variados <sup>a</sup>	6	500,00	3.000,00	Preparação das soluções dos padrões
Ponteiras para micropipetas	10 pacotes com 1000 unidades cada	50,00	500,00	Preparação das soluções dos padrões



Item	Quantidade	Valor Unitário (R\$)	Valor Total (R\$)	Descrição
Padrões analíticos dos compostos das listas das Resoluções CONAMA 357 e 454 (Anexo 1) que serão quantificados por cromatografia a líquido	10	700,00	7.000,00	Análise dos compostos listados nas Resoluções CONAMA 357 e 454 por cromatografia líquida
Padrões analíticos dos compostos das listas das Resoluções CONAMA 357 e 454 (Anexo 1) que serão quantificados por cromatografia a gás	30	400,00	12.000,00	Análise dos compostos listados nas Resoluções CONAMA 357 e 454 por cromatografia gasosa
Reanálises das amostras <sup>b</sup>	60 amostras	50,00	3.000,00	Realização de reanálises para verificar a consistência das análises realizadas no CRA
Serviços de calibração	5	1.000,00	5.000,00	Realização de calibração de pipetas e balança analítica por laboratórios credenciados pela RBC
Participação em ensaios de proficiência	4	2.000,00	8.000,00	Avaliação do desempenho do laboratório nas análises realizadas
Materiais de referência para sedimentos	3	10.000,00	30.000,00	Avaliação do desempenho do laboratório nas análises realizadas e



Item	Quantidade	Valor Unitário (R\$)	Valor Total (R\$)	Descrição
				manutenção da rastreabilidade metrológica
Colunas de cromatografia gasosa	3	4.825,00	14.475,00	Análise das amostras de água superficial e sedimento
Colunas de SPE online para análise por UPLC- 2D-MS/MS	3	5.000,00	15.000,00	Análise das amostras de água superficial e sedimento
Cartuchos de extração em fase sólida para análises por GC-MS/MS	30 caixas com 30 unidades cada	494,07	14.822,10	Análise das amostras de água superficial e sedimento
Filtro de seringa de PVDF (0,22 μm)	8 pacotes com 100 unidades cada	424,79	3.398,32	Filtração das amostras de água superficial e sedimento
Filtro de seringa de PTFE (0,22 μm)	10 pacotes com 100 unidades cada	285,85	2.858,5	Filtração das amostras de água superficial e sedimento
Acetonitrila grau LC	17 frascos de 4 L	356,00	6.052,00	Análise das amostras de água superficial e sedimento
Metanol grau LC	3 frascos de 20 L	3.192,00	9.576,00	Análise das amostras de água superficial e sedimento



Item	Quantidade	Valor Unitário (R\$)	Valor Total (R\$)	Descrição
Acetona grau LC	1 frasco de 6 L	1.700,00	1.700,00	Análise das amostras de água superficial e sedimento
Tetrahidrofurano grau LC	1 frasco de 2,5 L	891,00	891,00	Análise das amostras de água superficial e sedimento
Acetato de etila grau LC	2 frascos de 4 L	2.000,00	4.000,00	Análise das amostras de água superficial e sedimento
Cloreto de metileno grau LC	1 frasco de 6 L	1.639,00	1.639,00	Análise das amostras de água superficial e sedimento
Gás Hélio 5.0	13 cilindros	1.800,00	23.400,00	Análise das amostras de água superficial e sedimento
Gás Nitrogênio	2 cilindros	1.200,00	2.400,00	Análise das amostras de água superficial e sedimento
TOTAL				174.729,92

<sup>&</sup>lt;sup>a</sup> Itens duráveis que serão utilizados em outros projetos associados aos equipamentos e laboratórios; <sup>b</sup> Previsão de um adicional de 10% no número de testes a serem realizados, o qual poderá ser utilizado para reanálise das amostras.



**Tabela 5.** Orçamento consolidado do projeto considerando as taxas administrativas da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG), Instituto de Ciências Exatas (ICEx), e Departamento de Química (DQ).

Descrição	Valor (R\$)
Material de consumo	174.729,92
Bolsas/ recursos humanos	639.256,00
Sub-total 1	813.985,92
Taxa UFMG (2%)	18.499,68
Taxa ICEX (2%)	18.499,68
Taxa DQ (8%)	73.998,72
Sub-total 2	110.998,08
CUSTO TOTAL (Sub-total 1 + 2)	924.984,00





#### 8. PLANO DE TRABALHO DOS BOLSISTAS

Nome: Rodinei Augusti

Nível da Bolsa: P1 (Professor Pesquisador/ Extensionista Sênior)

# 1. Introdução

O trabalho do bolsista será em jornada de 4 (quatro) horas semanais de atividades de acordo com cronograma, tendo a função de coordenar a proposta.

## 2. Objetivos

- ✓ Coordenar os trabalhos de toda equipe técnica, sendo responsável pelos resultados oriundos das análises;
- ✓ Ser responsável pela elaboração dos relatórios técnicos;
- ✓ Organizar reuniões entre os membros da equipe visando o bom andamento dos trabalhos.
- ✓ Produzir informações sobre o projeto que serão publicadas no site da Plataforma Brumadinho e receber demandas externas.

#### 3. Metodologia Resumida

A coordenação da presente proposta será conduzida de modo através de um acompanhamento diário das atividades do laboratório, bem como de reuniões semanais, quando os resultados obtidos e as dificuldades enfrentadas serão expostos e discutidos.

#### 4. Cronograma de Atividades

Atividades	Mês														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13		
Coordenação dos trabalhos da equipe	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	Х	Х	Х		
Validação dos ensaios			X	X	X										
Discussões com os membros da equipe técnica		Х	Х	Х	X	Х	Х	X	X	X	Х	Х	х		
Elaboração de relatórios		X	X	X	X	X	X	X	X	X	Х	X	X		



29



Nome: Ricardo Mathias Orlando

Nível da Bolsa: P2 (Professor Pesquisador/ Extensionista Doutor)

1. Introdução

O Professor Pesquisador terá participação em todas as etapas técnicas e científicas

do subprojeto incluindo: a elaboração do plano de otimização dos parâmetros

instrumentais de análise; plano de otimização das técnicas de preparo de amostras em

especial a extração em fase sólida e ultrassom. Também irá trabalhar na supervisão e

coordenação dos trabalhos dos bolsistas, interpretação dos resultados obtidos de

otimização, validação e análise das amostras além da elaboração dos relatórios.

2. Objetivos

Orientar os trabalhos da equipe técnica desde o preparo das soluções de padrões,

preparo de amostras fortificadas, validação dos métodos analíticos, coleta, recebimento,

armazenamento e análise das amostras coletadas;

Contribuir na elaboração dos relatórios técnicos solicitados pelo comitê técnico

científico;

Contribuir no gerenciamento dos recursos disponíveis (humanos, técnicos e

financeiros) buscando manter a segurança do laboratório, o rigor analítico e a agilidade

no cumprimento das etapas do projeto;

Participar, quando solicitado, das reuniões e audiências para dar quaisquer

esclarecimentos adicionais;

Realizar avaliações e discussões científicas semanais com a equipe técnica do

subprojeto visando contribuir com o mais profundo e atualizado conhecimento analítico

disponível.

3. Metodologia Resumida

As metodologias para extração dos analitos serão três: injeção direta no

equipamento de UPLC-MS/MS (analitos target), emprego da extração em fase sólida

(SPE) on-line (segunda dimensão) (analitos target) com o modo UPLC-2D-MS/MS, além

da SPE-off-line com cartuchos descartáveis tanto para as técnicas de GC-MS/MS

(analitos target) como para a LC-HRMS (varredura untarget). Diferentes parâmetros de

extração em fase sólida como: volume de amostra, tipo de sorvente, pH, solvente de

eluição, *etc* serão avaliados e otimizados para maximizar a resposta analítica e eliminar interferentes. Parâmetros para a extração dos analitos das amostras de sedimento como: tempo, potencial e solventes serão otimizados para o ultrassom ou para o sistema de extração acelerada serão otimizados. Parâmetros dos equipamentos como: fase móvel, gradiente, modo positivo, negativo, ESI *versus* APCI, voltagem do capilar, voltagem do cone, *etc* também serão otimizados. As análises dos compostos orgânicos serão realizadas nos seguintes equipamentos: cromatógrafo a gás (Agilent modelo Intuvo 9000) acoplado a um espectrômetro de massas com analisador quadrupolo MS/MS (Agilent modelo 7010B); cromatógrafo a líquido UPLC ACQUITY UPLC I-Class FTN-I contendo o sistema *on-line* de extração em fase sólida BSM/BSM 2D PLUS acoplado ao espectrômetro de massas triplo quadrupolo Xevo TQ-S micro (Waters); espectrômetro de massas de alta resolução tipo Q-Exactive Orbitrap (Thermo Scientific). Os métodos desenvolvidos serão validados de acordo com o que é preconizado pelo guia de validação do INMETRO.

## 4. Cronograma de Atividades

O trabalho do Professor Pesquisador será em jornada de 4 (quatro) horas semanais de acordo com cronograma a seguir.

Atividades	Mês														
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13		
Orientação da equipe técnica nas etapas básicas do projeto (preparo de soluções, elaboração e aplicação de cartas controle, etc)	х	х	х	х	х	х	х	х	Х	Х	х	х			
Orientação da equipe técnica e avaliação dos resultados da otimização das condições de SPE off-line, SPE on-line, injeção	X	X	X	X	X										



Atividades													
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
direta, e extração por													
ultrassom e acelerada por													
solvente													
Orientação da equipe													
técnica e avaliação dos													
resultados da otimização			X	X	X								
das condições													
instrumentais (LC-													
MS/MS e GC-MS/MS)													
Orientação da equipe													
técnica e avaliação dos													
resultados de validação					X	X	X						
dos métodos segundo os													
parâmetros do Guia da													
Validação do INMETRO													
Orientação da equipe													
técnica na etapa de	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	
recebimento de amostras													
Orientação da equipe													
técnica na etapa de análise					X	X	X	X	X	X	X	X	
das amostras													
Tratamentos estatísticos e									X	X	X	X	Х
incertezas									Λ	A	Α	Α	Α
Elaboração de relatórios		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	Х



Nome: Helvécio Costa Menezes

Nível da Bolsa: P2 (Professor Pesquisador/Extensionista Doutor)

1. Introdução

O trabalho do bolsista será em jornada de 2 (duas) horas semanais de atividades

de acordo com cronograma.

2. Objetivos

Supervisionar compras;

Acompanhar instalação e operação do equipamento GC-MS/MS;

✓ Orientar as etapas de otimização das condições para extração e análise dos

compostos orgânicos (target) por SPE e HS;

Supervisionar a validação dos métodos GC-MS/MS para os compostos orgânicos

contemplados nas Resoluções CONAMA 357e 454;

Supervisionar as análises das amostras para os compostos orgânicos

contemplados nas Resoluções CONAMA 357e 454;

Orientar no tratamento dos dados;

Supervisionar a elaboração dos relatórios parciais e final.

3. Metodologia Resumida

As orientações e supervisões serão feitas mediante reuniões periódicas ou de

acordo com eventuais necessidades. Os horários das reuniões periódicas serão

predefinidos com a equipe. Os métodos GC-MS/MS que serão implementados para

análise dos compostos orgânicos contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454,

serão validados de acordo com o que é preconizado pelo guia de validação do INMETRO.

# 4. Cronograma de Atividades

Atividades							Mês	5					
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Instalação e treinamentos nos equipamentos	X	X	X	X									
Compras			X	X	X	X	X	X					
Otimização das condições da extração SPE		Х	X										
Otimização as condições do GC-MS/MS		X	X	X	X								
Validação do método SPE-GC-MS/MS e HS- GC-MS/MS			Х	X	X	X							
Análise das amostras							X	X	X	X	X	X	
Tratamento dos dados									X	X	X	X	X
Elaboração de relatórios		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	Х



Nome: Mariana Ramos de Almeida

Nível da Bolsa: P2 (Professor Pesquisador/Extensionista Doutor)

1. Introdução

A bolsista estará envolvida na coordenação de compras, treinamento no

equipamento GC-MS/MS, no preparo e análise das amostras de água superficial e

sedimentos para determinação quantitativa dos compostos contemplados nas Resoluções

CONAMA 357 e 454; no planejamento e otimização das condições de preparo de amostra

dos sedimentos; na validação dos métodos; no tratamento dos dados obtidos pelas análises

target e untarget, aplicação das ferramentas quimiométricas. e elaboração dos relatórios

parciais e de validação.

2. Objetivos

✓ Aquisição de materiais consumíveis para a realização das análises;

✓ Elaborar Instruções de Trabalho (IT);

✓ Conduzir planejamentos experimentais para otimizar as condições de preparo de

amostras das águas superficiais e dos sedimentos;

✓ Criar planilha de validação para os métodos (target) GC-MS/MS e LC-2D-

MS/MS para determinação quantitativa dos compostos contemplados na Resolução

CONAMA 357 e 454 segundo os parâmetros do guia de validação do INMETRO;

✓ Analisar as amostras de água superficial e de sedimento para determinação

quantitativa dos compostos contemplados neste projeto para a Resolução CONAMA 357

e 454 empregando GC-MS/MS;

Realizar os tratamentos estatísticos e cálculos para propagação de incertezas para

os analitos *target*;

Fazer o tratamento dos dados das análises untarget empregando estratégias

quimiométricas para identificação dos compostos orgânicos contemplados na Resolução

CONAMA 357 e 454 e outros nas amostras de água superficial e de sedimento.

✓ Elaborar relatórios de validação;

✓ Elaborar relatórios parciais com os resultados obtidos.



3. Metodologia Resumida

As análises dos compostos orgânicos contemplados na Resolução CONAMA 357

e 454 e presentes nas amostras de água superficial e de sedimentos serão realizadas nos

seguintes equipamentos: cromatógrafo a gás (Agilent modelo Intuvo 9000) acoplado a

um espectrômetro de massas com analisador quadrupolo MS/MS (Agilent modelo

7010B); cromatógrafo a líquido UPLC ACQUITY UPLC I-Class FTN-I contendo o

sistema on-line de extração em fase sólida BSM/BSM 2D PLUS acoplado ao

espectrômetro de massas triplo quadrupolo Xevo TQ-S micro (Waters); espectrômetro de

massas de alta resolução tipo Q-Exactive Orbitrap (Thermo Scientific).

Para a extração dos analitos das águas superficiais serão abordadas as extrações

por SPE (Solid Phase Extraction) e SPME (Solid Phase Microextraction). A otimização

dos parâmetros de extração, como volume de amostra, tipo e volume do solvente de

eluição, pH da amostra e adição de sais será feita empregando métodos estatísticos de

planejamento de experimentos do tipo fatorial completo e fracionário. A aplicação do

planejamento experimental permitirá obter as melhores condições de extração para os

analitos a serem analisados.

Para o preparo das amostras dos sedimentos duas técnicas serão avaliadas, a

extração com ultrassom e a extração acelerada por solvente, será realizado um teste

preliminar de adição e recuperação para verificar qual técnica apresenta melhor

desempenho. Após a escolha da técnica, métodos de planejamento de experimentos serão

empregados para otimizar as condições de extração.

Os métodos desenvolvidos serão validados de acordo com o que é preconizado no

guia de validação do INMETRO. Para as análises untarget, a grande quantidade de dados

gerados requer a implementação de tratamento dos dados pós-aquisição, antes da etapa

de identificação. Nessa etapa, os dados serão processados usando o software do

equipamento (Xcalibur), e posteriormente serão realizadas análises quimiométricas

(análises multivariadas).

4. Cronograma de Atividades



Atividades	Meses												Meses							
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13							
Aquisição de materiais																				
consumíveis para a realização	X	X																		
das análises																				
Elaboração de Instruções de	х	X																		
Trabalho (ITs)	Λ	Λ																		
Planejamento e otimização																				
das condições de preparo de		X	X																	
amostras das águas		71	71																	
superficiais e dos sedimentos																				
Validação dos métodos																				
segundo os parâmetros do		X	X																	
Guia da Validação do																				
INMETRO																				
Análise das amostras de água																				
superficial e de sedimentos				X	X	X	X	X	X	X	X	X	X							
por GC-MS/MS																				
Tratamentos estatísticos das										X	X	X	X							
análises target e untarget										11	11	11	71							
Elaboração de relatórios de			X	X																
validação			Λ	Λ																
Elaboração de relatórios						X	X													
parciais						A	A													
Supervisão dos bolsistas P6	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X							



Nome: Adriana Nori de Macedo

Nível da Bolsa: P2 (Professor Pesquisador/ Extensionista Doutor).

1. Introdução

A bolsista terá participação em todas as etapas do processo analítico de

determinação dos compostos orgânicos nas amostras de água superficial e sedimentos

estabelecidos nas Resoluções CONAMA 357 e 454 previsto neste projeto. As etapas do

processo que a bolsista será envolvida incluem: treinamento nos equipamentos e

elaboração de Instruções de Trabalho (ITs), ajuste das condições de preparo de amostras

e dos parâmetros analíticos instrumentais, validação dos métodos, preparo e análise das

amostras, tratamento estatístico e elaboração de relatórios.

2. Objetivos

Realizar treinamento no LC-HRMS e elaborar Instruções de Trabalho (ITs) para

utilização, calibração e manutenção desse equipamento;

Planejar e supervisionar o desenvolvimento dos métodos untarget para detecção

de compostos não contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454;

Acompanhar o preparo de amostras e as análises untarget por LC-HRMS das

amostras envolvidas no estudo;

Supervisionar o processamento dos dados adquiridos nessas análises e seu

tratamento estatístico;

Elaborar relatórios parciais e finais com os resultados obtidos.

3. Metodologia Resumida

As metodologias para extração dos analitos serão três: injeção direta no

equipamento de UPLC-MS/MS (analitos target), extração em fase sólida (SPE) on-line

(analitos target) por UPLC-2D-MS/MS e SPE-off-line com cartuchos descartáveis para

as técnicas de GC-MS (analitos target) e LC-HRMS (varredura untarget). Diferentes

parâmetros de extração em fase sólida serão avaliados e ajustados para maximizar a

resposta analítica e evitar interferentes. O preparo das amostras de sedimento será

avaliado utilizando extração por ultrassom e o sistema de extração acelerada, sendo os

parâmetros da extração também otimizados para obter a melhor resposta analítica e evitar

interferentes. Parâmetros dos instrumentais dos equipamentos de GC-MS, LC-MS/MS e

LC-HRMS também serão otimizados. Os métodos desenvolvidos serão validados de acordo com o que é preconizado pelo guia de validação do INMETRO. Os resultados obtidos nas análises *target* serão submetidos a tratamento estatístico e cálculos para propagação de incerteza, enquanto dados das análises *untarget* serão processados para avaliar a possível presença de compostos não listados nas Resoluções CONAMA 357 e 454.

## 4. Cronograma de Atividades

O trabalho da bolsista será em jornada de 4 (quatro) horas semanais de atividades presenciais de acordo com cronograma a seguir.

Atividades						N	<b>1</b> ese	es					
Auvidades	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Treinamento no LC-HRMS e elaboração de Instruções de Trabalho para operação,	X	X	X	X									
Planejamento e supervisão do desenvolvimento dos métodos <i>untarget</i>	х	х	х	х									
Acompanhamento do preparo de amostras e das análises <i>untarget</i> por LC-HRMS das amostras envolvidas no estudo		X	X	X	X	X	х	х	х	X			
Supervisão do processamento dos dados adquiridos nas análises untarget e tratamento estatístico		х	Х	Х	Х	Х	х	х	х				
Elaboração de relatórios		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X



Nome: Cyntia Cabral Ribeiro

Nível da Bolsa: P2 (Professor Pesquisador/ Extensionista Doutor)

1. Introdução

O bolsista terá participação em todas as etapas do processo analítico de

determinação dos compostos orgânicos nas amostras de água superficial e sedimentos

estabelecidos nas Resoluções CONAMA 357 e 454 previsto neste projeto. As etapas do

processo que o bolsista será envolvido são: otimização das condições instrumentais de

análise e de preparo de amostra, validação dos métodos, análise das amostras, tratamento

estatístico.

2. Objetivos

Preparar soluções e amostras para as análises por GC-MS/MS, LC-MS/MS, LC-

HR-MS/MS.;

Otimizar as condições instrumentais de análise: condições cromatográficas, de

ionização, fragmentação, etc;

Otimizar as condições de preparo de amostras: para as amostras de águas

superficiais otimizar os parâmetros de extração em fase sólida off-line com cartuchos

descartáveis (volume de amostra, pH, adição de sais, solvente de eluição, etc); parâmetros

de extração *on-line* para UPLC 2D (volume de amostra, solvente de limpeza, vazão, *etc*);

para as amostras de sedimento otimizar as condições de extração por ultrassom e extração

acelerada por solvente.

Validar os métodos SPE-GC-MS/MS e LC-2D-MS/MS para os compostos

orgânicos alvo (target) contemplados no projeto segundo os parâmetros do guia de

validação do INMETRO;

Analisar as amostras de água superficial e sedimento para os compostos

contemplados no projeto;

Aplicar as amostras de água subterrânea estratégias varredura (untarget)

empregando a técnica de SPE-LC-HR-MS/MS e ferramentas quimiométricas;

Fazer tratamentos estatísticos e cálculos para propagação de incertezas para os

analitos target;

Elaborar relatórios parciais com os resultados obtidos.



## 3. Metodologia Resumida

As metodologias para extração dos analitos serão três: injeção direta no equipamento de UPLC-MS/MS (analitos target), emprego da extração em fase sólida (SPE) on-line (segunda dimensão) (analitos target) com o modo UPLC-2D-MS/MS, além da SPE-off-line com cartuchos descartáveis tanto para as técnicas de GC-MS/MS (analitos target) como para a LC-HR-MS/MS (varredura untarget). **Diferentes** parâmetros de extração em fase sólida como: volume de amostra, tipo de sorvente, pH, solvente de eluição, etc serão avaliados e otimizados para maximizar a resposta analítica e eliminar interferentes. Parâmetros para a extração dos analitos das amostras de sedimento como: tempo, potencial e solventes serão otimizados para o ultrassom ou para o sistema de extração acelerada serão otimizados. Parâmetros dos equipamentos como: fase móvel, gradiente, modo positivo, negativo, ESI versus APCI, voltagem do capilar, voltagem do cone, etc também serão otimizados. As análises dos compostos orgânicos serão realizadas nos seguintes equipamentos: cromatógrafo a gás (Agilent modelo Intuvo 9000) acoplado a um espectrômetro de massas com analisador quadrupolo MS/MS (Agilent modelo 7010B); cromatógrafo a líquido UPLC ACQUITY UPLC I-Class FTN-I contendo o sistema *on-line* de extração em fase sólida BSM/BSM 2D PLUS acoplado ao espectrômetro de massas triplo quadrupolo Xevo TQ-S micro (Waters); espectrômetro de massas de alta resolução tipo Q-ExactiveOrbitrap (ThermoScientific). Os métodos desenvolvidos serão validados de acordo com o que é preconizado pelo guia de validação do INMETRO.



42

# 4. Cronograma de Atividades

O trabalho do bolsista será em jornada de 35 (trinta e cinco) horas semanais de atividades presenciais de acordo com cronograma a seguir. Todas essas etapas serão supervisionadas pelos professores pesquisadores.

Atividades							N	<b>1ês</b>					
		2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Preparo de soluções, elaboração e aplicação de cartas controle	X	X	x	X	X	X							
Otimização das condições de SPE off-line, SPE on-line, injeção direta, e extração por ultrassom e acelerada por solvente	X	X	X	X									
Otimização das condições do LC-MS/MS e GC-MS/MS				X	X	X							
Validação dos métodos segundo os parâmetros do Guia da Validação do INMETRO				X	X								
Recebimento de amostras		X	X	X	X	X							
Análise das amostras				X	X	X	X	X	X	X	X	X	
Tratamentos estatísticos e incertezas											X	Х	х
Elaboração de relatórios		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X



Nome: Millena Christie Ferreira Avelar

Nível da Bolsa: P5 (Professor Pesquisador/ Extensionista ou Técnico Mestre).

1. Introdução

O bolsista terá participação em todas as etapas do processo analítico de

determinação dos compostos orgânicos nas amostras de água superficial e sedimentos

estabelecidos nas Resoluções CONAMA 357 e 454 previsto neste projeto. As etapas do

processo que o bolsista será envolvido são: otimização das condições instrumentais de

análise e de preparo de amostra, validação dos métodos, análise das amostras, tratamento

estatístico.

2. Objetivos

✓ Preparar soluções e amostras para as análises por GC-MS/MS, LC-MS/MS, LC-

HR-MS/MS,;

✓ Otimizar as condições instrumentais de análise: condições cromatográficas, de

ionização, fragmentação, etc;

✓ Otimizar as condições de preparo de amostras: para as amostras de águas

superficiais otimizar os parâmetros de extração em fase sólida off-line com cartuchos

descartáveis (volume de amostra, pH, adição de sais, solvente de eluição, etc); parâmetros

de extração *on-line* para UPLC 2D (volume de amostra, solvente de limpeza, vazão, *etc*);

para as amostras de sedimento otimizar as condições de extração por ultrassom e extração

acelerada por solvente.

Validar os métodos SPE-GC-MS/MS e LC-2D-MS/MS para os compostos

orgânicos alvo (target) contemplados no projeto segundo os parâmetros do guia de

validação do INMETRO;

Analisar as amostras de água superficial e sedimentopara os compostos

contemplados no projeto;

Aplicar as amostras de água subterrânea estratégias varredura (untarget)

empregando a técnica de SPE-LC-HR-MS/MS e ferramentas quimiométricas;

Fazer tratamentos estatísticos e cálculos para propagação de incertezas para os

analitos *target*;

Elaborar relatórios parciais com os resultados obtidos.



### 3. Metodologia Resumida

As metodologias para extração dos analitos serão três: injeção direta no equipamento de UPLC-MS/MS (analitos target), emprego da extração em fase sólida (SPE) on-line (segunda dimensão) (analitos target) com o modo UPLC-2D-MS/MS, além da SPE-off-line com cartuchos descartáveis tanto para as técnicas de GC-MS/MS (analitos target) como para a LC-HR-MS/MS (varredura untarget). Diferentes parâmetros de extração em fase sólida como: volume de amostra, tipo de sorvente, pH, solvente de eluição, etc serão avaliados e otimizados para maximizar a resposta analítica e eliminar interferentes. Parâmetros para a extração dos analitos das amostras de sedimento como: tempo, potencial e solventes serão otimizados para o ultrassom ou para o sistema de extração acelerada serão otimizados. Parâmetros dos equipamentos como: fase móvel, gradiente, modo positivo, negativo, ESI versus APCI, voltagem do capilar, voltagem do cone, etc também serão otimizados. As análises dos compostos orgânicos serão realizadas nos seguintes equipamentos: cromatógrafo a gás (Agilent modelo Intuvo 9000) acoplado a um espectrômetro de massas com analisador quadrupolo MS/MS (Agilent modelo 7010B); cromatógrafo a líquido UPLC ACQUITY UPLC I-Class FTN-I contendo o sistema *on-line* de extração em fase sólida BSM/BSM 2D PLUS acoplado ao espectrômetro de massas triplo quadrupolo Xevo TQ-S micro (Waters); espectrômetro de massas de alta resolução tipo Q-Exactive Orbitrap (ThermoScientific). Os métodos desenvolvidos serão validados de acordo com o que é preconizado pelo guia de validação do INMETRO.



45

Num. 125411817 - Pág. 46

O trabalho do bolsista será em jornada de 20 (vinte) horas semanais de atividades presenciais de acordo com cronograma a seguir. Todas essas etapas serão supervisionadas pelos professores pesquisadores.

Atividades							Mês	5					
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Preparo de soluções,													
elaboração e aplicação de cartas controle	X	X	X	X	X	X							
Otimização das condições de SPE <i>off-line</i> , SPE <i>on-line</i> , injeção direta, e extração por ultrassom e acelerada por solvente.	X	X	X	X									
Otimização das condições do LC-MS/MS e GC- MS/MS				X	X	X							
Validação dos métodos segundo os parâmetros do Guia da Validação do INMETRO				X	X								
Recebimento de amostras		X	X	X	X	X							
Análise das amostras				X	X	X	X	X	X	X	X	X	
Tratamentos estatísticos e incertezas											X	X	х
Elaboração de relatórios		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X



Nome: Juliana Almeida Baratta

Nível da Bolsa: P5 (Professor Pesquisador/ Extensionista ou Técnico Mestre).

1. Introdução

O bolsista terá participação em todas as etapas do processo analítico de

determinação dos compostos orgânicos nas amostras de água superficial e sedimentos

estabelecidos nas Resoluções CONAMA 357 e 454 previsto neste projeto. As etapas do

processo que o bolsista será especialmente envolvido são: documentação da otimização

das condições instrumentais de análise e de preparo de amostra, validação dos métodos,

análise das amostras, tratamento estatístico.

2. Objetivos

✓ Montar protocolos de rastreabilidade das amostras.

✓ Produzir informações e conteúdos sobre o subprojeto que serão publicadas no site

da Plataforma Brumadinho.

✓ Tratamento, compilação dos dados e elaboração de relatórios.

✓ Realizar análise de amostras e dar apoio no desenvolvimento dos métodos

analíticos especialmente na elaboração dos documentos de análise.

Preparar soluções e amostras para as análises por GC-MS/MS, LC-MS/MS, LC-

HR-MS/MS,;

Otimizar as condições instrumentais de análise: condições cromatográficas, de

ionização, fragmentação, etc;

✓ Otimizar as condições de preparo de amostras: para as amostras de águas

superficiais otimizar os parâmetros de extração em fase sólida off-line com cartuchos

descartáveis (volume de amostra, pH, adição de sais, solvente de eluição, *etc*); parâmetros

de extração *on-line* para UPLC 2D (volume de amostra, solvente de limpeza, vazão, *etc*);

para as amostras de sedimento otimizar as condições de extração por ultrassom e extração

acelerada por solvente.

✓ Validar os métodos SPE-GC-MS/MS e LC-2D-MS/MS para os compostos

orgânicos alvo (target) contemplados no projeto segundo os parâmetros do guia de

validação do INMETRO;

Analisar as amostras de água superficial e sedimento para os compostos

contemplados no projeto;



### 3. Metodologia Resumida

As metodologias para extração dos analitos serão de três tipos: injeção direta no equipamento de UPLC-MS/MS (analitos target), emprego da extração em fase sólida (SPE) on-line (segunda dimensão) (analitos target) com o modo UPLC-2D-MS/MS, além da SPE-off-line com cartuchos descartáveis tanto para as técnicas de GC-MS/MS (analitos target) como para a LC-HR-MS/MS (varredura untarget). Diferentes parâmetros de extração em fase sólida como: volume de amostra, tipo de sorvente, pH, solvente de eluição, etc serão avaliados e otimizados para maximizar a resposta analítica e eliminar interferentes. Parâmetros para a extração dos analitos das amostras de sedimento como: tempo, potencial e solventes serão otimizados para o ultrassom ou para o sistema de extração acelerada serão otimizados. Parâmetros dos equipamentos como: fase móvel, gradiente, modo positivo, negativo, ESI versus APCI, voltagem do capilar, voltagem do cone, etc também serão otimizados. As análises dos compostos orgânicos serão realizadas nos seguintes equipamentos: cromatógrafo a gás (Agilent modelo Intuvo 9000) acoplado a um espectrômetro de massas com analisador quadrupolo MS/MS (Agilent modelo 7010B); cromatógrafo a líquido UPLC ACQUITY UPLC I-Class FTN-I contendo o sistema *on-line* de extração em fase sólida BSM/BSM 2D PLUS acoplado ao espectrômetro de massas triplo quadrupolo Xevo TQ-S micro (Waters); espectrômetro de massas de alta resolução tipo Q-ExactiveOrbitrap (ThermoScientific). Os métodos desenvolvidos serão validados de acordo com o que é preconizado pelo guia de validação do INMETRO.



48

Num. 125411817 - Pág. 49

O trabalho do bolsista será em jornada de 35 (trinta e cinco) horas semanais de atividades presenciais de acordo com cronograma a seguir. Todas essas etapas serão supervisionadas pelos professores pesquisadores.

Atividades	Mês												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Preparo de soluções,													
elaboração e aplicação de	X	X	X	X	X	X							
cartas controle													
Otimização das condições													
de SPE off-line, SPE on-													
line, injeção direta, e													
extração por ultrassom e	X	X	X	X									
acelerada por solvente.													
Elaboração do relatório da													
otimização.													
Otimização das condições													
do LC-MS/MS e GC-				X	X	X							
MS/MS													
Validação dos métodos													
segundo os parâmetros do				X	x								
Guia da Validação do													
INMETRO													
Recebimento de amostras		X	X	X	X	X							
Análise das amostras				X	X	X	X	X	X	X	X	X	
Tratamentos estatísticos e											v	v	v
incertezas											X	X	X
Elaboração de relatórios		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X



Nome: Marina Caleschi de Freitas

Nível da Bolsa: P5 (Professor Pesquisador/ Extensionista ou Técnico Mestre).

1. Introdução

O bolsista terá participação em todas as etapas do processo analítico de

determinação dos compostos orgânicos nas amostras de água superficial e sedimentos

estabelecidos nas Resoluções CONAMA 357 e 454 previsto neste projeto. As etapas do

processo que o bolsista será envolvido são: otimização das condições instrumentais de

análise e de preparo de amostra, validação dos métodos, análise das amostras, tratamento

estatístico.

2. Objetivos

Preparar soluções e amostras para as análises por GC-MS/MS, LC-MS/MS, LC-

HR-MS/MS;

Otimizar as condições instrumentais de análise: condições cromatográficas, de

ionização, fragmentação, etc;

Otimizar as condições de preparo de amostras: para as amostras de águas

superficiais otimizar os parâmetros de extração em fase sólida off-line com cartuchos

descartáveis (volume de amostra, pH, adição de sais, solvente de eluição, etc); parâmetros

de extração *on-line* para UPLC 2D (volume de amostra, solvente de limpeza, vazão, *etc*);

para as amostras de sedimento otimizar as condições de extração por ultrassom e extração

acelerada por solvente.

Validar os métodos SPE-GC-MS/MS e LC-2D-MS/MS para os compostos

orgânicos alvo (target) contemplados no projeto segundo os parâmetros do guia de

validação do INMETRO;

Analisar as amostras de água superficial e sedimento para os compostos

contemplados no projeto;

Aplicar as amostras de água subterrânea estratégias varredura (untarget)

empregando a técnica de SPE-LC-HR-MS/MS e ferramentas quimiométricas;

Fazer tratamentos estatísticos e cálculos para propagação de incertezas para os

analitos target;

Elaborar relatórios parciais com os resultados obtidos.



### 3. Metodologia Resumida

As metodologias para extração dos analitos serão três: injeção direta no equipamento de UPLC-MS/MS (analitos target), emprego da extração em fase sólida (SPE) on-line (segunda dimensão) (analitos target) com o modo UPLC-2D-MS/MS, além da SPE-off-line com cartuchos descartáveis tanto para as técnicas de GC-MS/MS (analitos target) como para a LC-HR-MS/MS (varredura untarget). Diferentes parâmetros de extração em fase sólida como: volume de amostra, tipo de sorvente, pH, solvente de eluição, etc serão avaliados e otimizados para maximizar a resposta analítica e eliminar interferentes. Parâmetros para a extração dos analitos das amostras de sedimento como: tempo, potencial e solventes serão otimizados para o ultrassom ou para o sistema de extração acelerada serão otimizados. Parâmetros dos equipamentos como: fase móvel, gradiente, modo positivo, negativo, ESI versus APCI, voltagem do capilar, voltagem do cone, etc também serão otimizados. As análises dos compostos orgânicos serão realizadas nos seguintes equipamentos: cromatógrafo a gás (Agilent modelo Intuvo 9000) acoplado a um espectrômetro de massas com analisador quadrupolo MS/MS (Agilent modelo 7010B); cromatógrafo a líquido UPLC ACQUITY UPLC I-Class FTN-I contendo o sistema *on-line* de extração em fase sólida BSM/BSM 2D PLUS acoplado ao espectrômetro de massas triplo quadrupolo Xevo TQ-S micro (Waters); espectrômetro de massas de alta resolução tipo Q-Exactive Orbitrap (Thermo Scientific). Os métodos desenvolvidos serão validados de acordo com o que é preconizado pelo guia de validação do INMETRO.



51

Num. 125411817 - Pág. 52

O trabalho do bolsista será em jornada de 8 (oito) horas semanais de atividades presenciais de acordo com cronograma a seguir. Todas essas etapas serão supervisionadas pelos professores pesquisadores.

Atividades							Mês	5					
Tanvidudes	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Preparo de soluções,													
elaboração e aplicação de cartas controle	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	
Otimização das condições													
de SPE off-line, SPE on- line, injeção direta, e	X	X	X	X									
extração por ultrassom e													
acelerada por solvente													
Otimização das condições													
do LC-MS/MS e GC-				X	X	X							
MS/MS													
Validação dos métodos													
segundo os parâmetros do				X	X								
Guia da Validação do INMETRO													
Recebimento de amostras													
Recedimento de amostras		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	
Análise das amostras				X	X	X	X	X	X	X	X	X	
Tratamentos estatísticos e											X	X	Х
incertezas													
Elaboração de relatórios		X	X	X	X	X	X	X	X	X	Х	Х	Х



Nome: José Messias Gomes

Nível da Bolsa: P5 (Técnico Pesquisador/ Extensionista Mestre)

1. Introdução

O trabalho do bolsista será em jornada de 10 (dez) horas semanais de atividades

de acordo com cronograma. Todas essas etapas serão supervisionadas pelos professores

pesquisadores.

2. Objetivos

Preparar soluções e amostras para as análises por GC/MS;

Otimizar as condições para extração e análise dos compostos orgânicos (target)

por SPE-GC-MS/MS;

Validar o método SPE-GC-MS/MS para os compostos orgânicos contemplados;

Analisar as amostras de água subterrânea para determinação quantitativa dos

compostos contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454;

Fazer tratamento dos dados;

Elaborar relatórios parciais com os resultados obtidos.

3. Metodologia Resumida

A metodologia para extração dos analitos (target) será por extração em fase sólida

(Solid Phase Extraction – SPE). Serão avaliados quatro tipos diferentes decartucho: (a)

Waters Oasis HLB 500 mg 6 mL; (b) Agilent Bond Elut PPL 100 mg 3 mL; (c) Agilent

Bond Elut PCB 1 mg 3 mL; (d) Agilent EnvirElut Pesticide 500 mg 6 mL. As análises

dos compostos orgânicos serão realizadas em um cromatógrafo a gás (Agilent modelo

Intuvo 9000) acoplado a um espectrômetro de massas com analisador quadrupolo MS/MS

(Agilent modelo 7010B). Os métodos desenvolvidos serão validados de acordo com o

que é preconizado pelo guia de validação do INMETRO.

Atividades	Mês												
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Instalação e treinamentos nos equipamentos	X	Х	Х	X									
Recebimento de amostras, limpeza, e preparos			X	X	X	X	X	X					
Otimização das condições de SPE e HS		X	X										
Otimização das condições do GC-MS/MS		X	X	X	X								
Validação dos métodos SPE-GC-MS/MS e HS- GC-MS/MS			X	Х	х	х							
Análise das amostras							X	X	X	X	Х	Х	
Tratamento dos dados									X	X	X	X	X
Elaboração de relatórios		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X



Nome: Nathália de Oliveira Melo

Nível da Bolsa: P6 (Técnico Pesquisador/ Extensionista Graduado)

1. Introdução

A bolsista participará de todas as etapas do processo analítico comum a uma

jornada de 20 (vinte) horas semanais de atividades. A bolsista será envolvida nas etapas

de recebimento das amostras, preparo de soluções, treinamento nos equipamentos

UHPLC-HRMS, UHPLC-2D-MS/MS e GC-MS/MS, preparo de amostra para

determinação quantitativa e/ou varredura dos compostos contemplados nas Resoluções

CONAMA 357 e 454. A bolsista realizará as atividades presenciais, todas essas etapas

serão supervisionadas pelos professores pesquisadores.

2. Objetivos

Receber as amostras;

**√** Preparar soluções auxiliares e etiquetar frascos;

Participar da elaboração de Instruções de Trabalho;

Realizar checagens periódicas dos equipamentos;

Conduzir planejamentos experimentais para otimizar as condições de preparo de

amostra para os sedimentos;

Preparar amostras para as análises por UHPLC-HRMS, UHPLC-2D-MS/MS e

GC-MS/MSdos compostos contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454;

Participar do desenvolvimento e da validação dos métodos (target) para

determinação quantitativa dos compostos contemplados na Resolução CONAMA 357 e

454segundo os parâmetros do guia de validação do INMETRO;

Analisar as amostras de água superficial e de sedimentos empregando estratégias

de varredura (untarget) com a técnica LC-HR-MS/MS;

Participar do tratamento dos dados das análises untarget usando ferramentas

quimiométricas.

3. Metodologia Resumida

As análises dos compostos orgânicos contemplados na Resolução CONAMA 357

e 454 e presentes nas amostras de água superficial e de sedimentos serão realizadas nos

seguintes equipamentos: cromatógrafo a gás (Agilent modelo Intuvo 9000) acoplado a



um espectrômetro de massas com analisador quadrupolo MS/MS (Agilent modelo 7010B); cromatógrafo a líquido UPLC ACQUITY UPLC I-Class FTN-I contendo o sistema on-line de extração em fase sólida BSM/BSM 2D PLUS acoplado ao espectrômetro de massas triplo quadrupolo Xevo TQ-S micro (Waters); espectrômetro de massas de alta resolução tipo Q-Exactive Orbitrap (Thermo Scientific). Para a extração dos analitos das águas superficiais serão abordadas as extrações por SPE (Solid Phase Extraction) e SPME (Solid Phase Microextraction). A otimização dos parâmetros de extração, como volume de amostra, tipo e volume do solvente de eluição, pH da amostra e adição de sais será feita empregando métodos estatísticos de planejamento de experimentos do tipo fatorial completo e fracionário. A aplicação do planejamento experimental permitirá obter as melhores condições de extração para os analitos a serem analisados. Para o preparo das amostras dos sedimentos duas técnicas serão avaliadas, a extração com ultrassom e a extração acelerada por solvente, será realizado um teste preliminar de adição e recuperação para verificar qual técnica apresenta melhor desempenho. Após a escolha da técnica, métodos de planejamento de experimentos serão empregados para otimizar as condições de extração. Os métodos desenvolvidos serão validados de acordo com o que é preconizado no guia de validação do INMETRO. Para as análises untarget, a grande quantidade de dados gerados requer a implementação de tratamento dos dados pós-aquisição, antes da etapa de identificação. Nessa etapa, os dados serão processados usando o software do equipamento (Xcalibur), e posteriormente serão realizadas análises quimiométricas (análises multivariadas).



Atividades						M	leses	3					
1-12-1-1-1-1-1-1	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Treinamentos nos equipamentos	х	Х											
Elaboração das instruções de trabalho	х	X											
Preparo de soluções		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	
Recebimento das amostras		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	
Avaliação preliminar comparativa entre as técnicas de ultrassom e extração acelerada por solvente para o preparo de amostra dos sedimentos	X												
Planejamento e otimização das condições de preparo de amostra dos sedimentos.		х	х										
Validação dos métodos desenvolvidos segundo os parâmetros do Guia da Validação do Inmetro		X	X	X									
Análise quantitativa das amostras de água superficial e dos sedimentos				X	х	х	x	x	х	X	X	X	х
Análise de varredura das amostras de água superficial e dos sedimentos				X	х	X	X	x	x	X	X	X	х
Auxiliar no tratamento quimiométrico dos dados das análises untarget											X	X	



Nome: Júlia Célia Lima Gomes

Nível da Bolsa: P6 (Professor Pesquisador/ Extensionista ou Técnico Graduado).

1. Introdução

A bolsista terá participação em todas as etapas do processo analítico de determinação

dos compostos orgânicos nas amostras de água superficial e sedimentos estabelecidos nas

Resoluções CONAMA 357 e 454 previsto neste projeto. As etapas do processo que a bolsista

será envolvidaincluem: recebimento e armazenamento das amostras coletadas, ajuste das

condições de preparo de amostras e dos parâmetros analíticos instrumentais, validação dos

métodos, preparo e análise das amostras e tratamento estatístico.

2. Objetivos

Receber e armazenar as amostras de água superficial e sedimento;

Limpar, lavar e etiquetar frascos e materiais para as análises;

Preparar soluções para análises de GC-MS, LC-MS/MS e LC-HRMS;

Realizar calibração de rotina dos equipamentos utilizados nas análises instrumentais;

Ajustar as condições de preparo de amostra e os parâmetros analíticos instrumentais;

✓ Preparar as amostras de água superficial e sedimento utilizando as técnicas de extração

apresentadas no projeto;

Analisar as amostras de água superficial e sedimentopara os compostos contemplados

no projeto;

Fazer tratamentos estatísticos, processamento dos dados de análises untarget e cálculos

para propagação de incertezas para os analitos target;

Elaborar relatórios parciais com os resultados obtidos.

3. Metodologia Resumida

As metodologias para extração dos analitos serão três: injeção direta no equipamento

de UPLC-MS/MS (analitos target), extração em fase sólida (SPE) on-line (analitos target) por

UPLC-2D-MS/MS e SPE-off-line com cartuchos descartáveis para as técnicas de GC-MS

(analitos target) e LC-HRMS (varredura untarget). Diferentes parâmetros de extração em fase

sólidaserão avaliados e ajustados para maximizar a resposta analítica e evitar interferentes. O

preparo das amostras de sedimento será avaliado utilizando extração por ultrassom e o sistema

de extração acelerada, sendo os parâmetros da extração também otimizados para obter a melhor resposta analítica e evitar interferentes. Parâmetros dos instrumentaisdos equipamentos de GC-MS, LC-MS/MS e LC-HRMS também serão otimizados. Os métodos desenvolvidos serão validados de acordo com o que é preconizado pelo guia de validação do INMETRO. Os resultados obtidos nas análises target serão submetidos a tratamento estatístico e cálculos para propagação de incerteza, enquanto dados das análises *untarget* serão processados para avaliar a possível presença de compostos não listados nas Resoluções CONAMA 357 e 454.

## 4. Cronograma de Atividades

O trabalho da bolsista será em jornada de 20 (vinte) horas semanais de atividades presenciais de acordo com cronograma a seguir. Todas essas etapas serão supervisionadas pelos professores pesquisadores.

Atividades						M	eses	3					
THYRAGES	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Recebimento e armazenamento das amostras		X	X	X	X	X	X	X	X	Х	X	X	
Limpeza, lavagem e etiquetagem dos frascos e materiais para as análises	X	х	X	x	x	x	х	X	х	X	X	X	
Preparo de soluções e calibração dos instrumentos		Х	X	X	X	X	Х	X	x	X	X	X	
Ajuste das condições de preparo de amostra e dos parâmetros analíticos instrumentais		X	X	X	X								
Preparo e análise das amostras de água superficial e sedimento		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	
Tratamentos estatísticos, processamento de dados <i>untarget</i> e cálculos de propagação de incertezas para os analitos <i>target</i>										X	X	X	х
Elaboração de relatórios		X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X



## 9. REFERÊNCIAS

- 1. IGAM Acompanhamento da Qualidade das Águas do Rio Paraopeba após 1 ano do Rompimento da Barragem da Mina Córrego do Feijão em Brumadinho MG; Belo Horizonte, 2020.
- 2. Manahan, S. E. *Fundamentals of Environmental Chemistry*; 2nd ed.; CRC Press: Boca Raton, 2001.
- 3. Nicolopoulou-Stamati, P.; Maipas, S.; Kotampasi, C.; Stamatis, P.; Hens, L.; Front. Public Health 2016, 4.
- 4. Fenner, K.; Canonica, S.; Wackett, L. P.; Elsner, M.; Science 2013, 341, 752.
- 5. Sinclair, C. J.; Boxall, A. B. A.; *Environ. Sci. Technol.* **2003**, *37*, 4617.
- 6. INMETRO Orientação sobre validação de métodos analíticos Documento de caráter orientativo DOQ-CGCRE-008; 2018.
- 7. EPA Method 3540c; online: https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/3540c.pdf; acessado em: junho/2020.
- 8. EPA Method 3545a; online: https://19january2017snapshot.epa.gov/sites/production/files/2015 12/documents/3545a.pdf; acessado em: junho/2020.
- 9. EPA Method 3550; online: https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/3546.pdf; acessado em: junho/2020.
- 10. EPA Method 3550c; online: https://19january2017snapshot.epa.gov/sites/production/files/2015-12/documents/3550c.pdf; acessado em: junho/2020.
- 11. Cavalcante, R. M.; Lima, D. M.; Correia, L. M.; Nascimento, R. F.; Silveira, E. R.; Freire, G. S. S.; Viana, R. B.; *Quim. Nov.* **2008**, *31*, 1371.
- 12. Wu, L.; Sun, R.; Li, Y.; Sun, C.; Trends Environ. Anal. Chem. 2019, 24, e00074.
- 13. Meng, D.; Fan, D.; Gu, W.; Wang, Z.; Chen, Y.; Bu, H.; Liu, J.; *Chemosphere* **2020**, 243, 125367.



- 14. European Commission SANCO/12571/2013; Guidance document on analytical quality control and validation procedures for pesticide residues analysis in food and feed; 2013.
- 15. Hogenboom, A. C.; van Leerdam, J. A.; de Voogt, P.; J. Chromatogr. A2009, 1216, 510.
- 16. Magnusson, B.; Örnemark, U. Eurachem guide: The fitness for purpose of analytical methods A laboratory guide to method validation and related topics; Magnusson, B.; Örnemark, U., Eds.; 2nd ed.; 2014.
- 17. Miller, J. N.; Miller, J. C. *Statistics and Chemometrics for analytical chemistry*; 6th ed.; Prentice Hall: Harlow, 2010.
- 18. Souza, S. V. C.; Junqueira, R. G.; *Anal. Chim. Acta* **2005**, *552*, 25.
- 19. Massart, D. L. *Handbook of chemometrics and qualimetrics Data Handling in Science and Technology*; v 20A-20B.; Elsevier: Amsterdam, New York, 1997.



### **ANEXOS**

**Anexo 1.** Lista dos compostos contemplados nas Resoluções CONAMA 357 e 454 que serão analisados pela presente proposta pelas técnicas de cromatografia líquida e gasosa. Cada analito será analisado de acordo com a técnica indicada.

	Composto	Nº CAS	Resolução CONAMA	LC <sup>a</sup>	GC <sup>b</sup>
1	Acenafteno	83-32-9	454		SPE
2	Acenaftileno	208-96-8	454		SPE
3	Acrilamida	79-06-1	357	DIn	
4	Alaclor	15972-60- 8	357		SPE
5	Aldrin	309-00-2	357		SPE
6	Antraceno	120-12-7	454		SPE
7	Atrazina	1912-24-9	357	SPE-2D	
8	Benzeno	71-43-2	357		HS
9	Benzidina	92-87-5	357	DIn	
10	Benzo(a)antraceno	56-55-3	357 e 454		SPE
11	Benzo(a)pireno	50-32-8	357		SPE
12	Benzo(b)fluoranteno	205-99-2	357		SPE
13	Benzo(k)fluoranteno	207-08-9	357		SPE
14	Carbaril	63-25-2	357	DIn	
15	cis-Clordano	5103-71-9	357 e 454		SPE
16	trans-Clordano	5103-74-2	357 e 454		SPE
17	2-Clorofenol	95-57-8	357	SPE- 2D	
18	Criseno	218-01-9	357 e 454		SPE
19	2,4-D	94-75-7	357	DIn	
20	p,p'- DDD	72-54-8	357 e 454		SPE
21	p,p'-DDE	72-55-9	357 e 454		SPE
22	p,p'- DDT	50-29-3	357 e 454		SPE



	Composto	Nº CAS	Resolução CONAMA	LC <sup>a</sup>	GC <sup>b</sup>
23	Demeton-O	298-03-3	357	SPE- 2D	
24	Demeton-S	126-75-0	357	SPE- 2D	
25	Dibenzo(a,h)antraceno	53-70-3	357 e 454		SPE
26	1,2-Dicloroetano	107-06-2	357		HS
27	cis-1,2-Dicloroeteno	156-59-2	357		HS
28	trans-1,2-Dicloroeteno	156-60-5	357		HS
29	2,4 Diclorofenol	120-83-2	357	SPE- 2D	
30	Diclorometano	75-09-2	357		HS- SPME
31	Dieldrin	60- 57-1	357 e 454		SPE
32	Endosulfan I	959-98-8	357		SPE
33	Endosulfan II	33213-65-	357		SPE
34	Endosulfan sulfato	1031-07-8	357		SPE
35	Endrin	72-20-8	357 e 454		SPE
36	Estireno	100-42-5	357		SPE
37	Etilbenzeno	100-41-4	357		HS
3839	Fenantreno	85-01-8	454		SPE
40	Fluoranteno	206-44-0	454		SPE
41	Fluoreno	86-73-7	454		SPE
42	Glifosato	1071-83-6	357	DIn	
43	Gution	86-50-0	357	SPE- 2D	
44	alfa-HCH	319-84-6	454		SPE
45	beta-HCH	319-85-7	454		SPE
46	delta-HCH	319-86-8	454		SPE
47	2,2',3,4,4',5,5'- Heptaclorobifenila	35065-29- 3	357 e 454		SPE



	Composto	Nº CAS	Resolução CONAMA	LCa	GC <sup>b</sup>
48	Heptacloro epóxido	1024-57-3	357		SPE
49	Hexaclorobenzeno	118-74-1	357		SPE
50	2,2',3,4,4',5'- Hexaclorobifenila	35056-28- 2	357 e 454		SPE
51	2,2'4,4',5,5'- Hexaclorobifenila	3505-27-1	357 e 454		SPE
52	Indeno(1,2,3)pireno	193-39- 005	357		SPE
53	Lindano	58-89-9	357		SPE
54	Malation	121-75-5	357	SPE- 2D	
55	2-Metilnaftaleno	91-57-6	454		SPE
56	Metolacloro	51218-45- 2	357	SPE- 2D	
57	Metoxicloro	72-43-5	357		SPE
58	Naftaleno	91-20-3	454		HS
59	Paration	56-38-2	357	SPE- 2D	
60	2,2',4,5,5'-Pentaclorobifenila	37680- 73- 2	357 e 454		SPE
61	2,3',4,4',5-Pentaclorobifenila	31508-00- 6	357 e 454		SPE
62	Pentaclorofenol	87-86-5	357	SPE-2D	
63	Simazina	122-34-9	357	DIn	
64	2,4,5-T	93-76-5	357	DIn	
65	Tetracloreto de carbono	56-23-5	357		SPE
66	Tetracloro eteno	127-18-4	357		HS
67	2,2',5,5'- Tetraclorobifenila	35693-99- 3	357 e 454		SPE
68	Tolueno	108-88-3	357		HS
69	Toxafeno	8001-35-2	357		SPE
70	2,4,5-TP	93-72-1	357	DIn	
71	Tributilestanho	688-73-3	357 e 454	DIn	



	Composto	Nº CAS	Resolução CONAMA	LCa	GC <sup>b</sup>
72	1,2,3-Triclorobenzeno	87-61-6	357		SPE
73	1,2,4-Triclorobenzeno	120-82-1	357		SPE
74	1,3,5-Triclorobenzeno	108-70-3	357		SPE
75	2,4,4'-Triclorobifenila	7012-37-5	357 e 454		SPE
76	Tricloroeteno	79-01-6	357		HS
77	2,4,6-Triclorofenol	88-06-2	357	SPE- 2D	
78	Trifluralina	1582-09-8	357	SPE- 2D	
79	meta-Xileno	108-38-3	357		HS
80	orto-Xileno	95-47-6	357		HS
81	para-Xileno	106-42-3	357		HS

<sup>&</sup>lt;sup>a</sup> Métodos de extração que serão empregados nas análises por LC: DIn (*Direct Injection*); SPE-2D (*Solid Phase Extraction Bi-Dimentional*); <sup>b</sup> Métodos de extração que serão empregados nas análises por GC: SPE (*Solid Phase Extraction*); HS (*Headspace*);



#### TERMO DE COMPROMISSO ÉTICO E DE CONFIDENCIALIDADE

ADRIANA NORI DE MACEDO, RG 43315910-8, CPF 351747438-01 (Pesquisadora), (CHAMADA PÚBLICA INTERNA INDUZIDA No 17 e 19/2020 DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS EM ÁGUAS SUPERFICIAIS E SEDIMENTOS DA BACIA DO RIO PARAOPEBA), declara e se compromete:

- a) a manter sigilo, tanto escrito como verbal, ou, por qualquer outra forma, de todos os dados, informações científicas e técnicas e, sobre todos os materiais obtidos com sua participação no **SUBPROJETO** ou no **PROJETO DE AVALIAÇÃO DE PÓS DESASTRE**;
- b) a não revelar, reproduzir, utilizar ou dar conhecimento, em hipótese alguma, a terceiros, de dados, informações científicas ou materiais obtidos com sua participação no **SUBPROJETO** ou no **PROJETO DE AVALIAÇÃO DE PÓS DESASTRE**, sem a prévia autorização;
- d) que todos os documentos, inclusive as ideias para no **SUBPROJETO** ou no **PROJETO DE AVALIAÇÃO DE PÓS DESASTRE**, contendo dados e informações relativas a qualquer pesquisa são de propriedade da UFMG;
- e) que todos os materiais, sejam modelos, protótipos e/ou outros de qualquer natureza utilizados no **SUBPROJETO** ou no **PROJETO DE AVALIAÇÃO DE PÓS DESASTRE** pertencem à UFMG.

O declarante tem ciência de que as atividades desenvolvidas serão utilizadas em ações judiciais movidas pelo MINISTÉRIO PÚBLICO DO ESTADO DE MINAS GERAIS e pelo ESTADO DE MINAS GERAIS, representado pela Advocacia Geral do Estado - AGE, estando também habilitados no polo ativo dos processos, como *amicicuriae*, o MINISTÉRIO PÚBLICO FEDERAL, DEFENSORIA PUBLICA DO ESTADO DE MINAS GERAIS, DEFENSORIA PUBLICA DA UNIÃO EM MINAS GERAIS e a ADVOCACIA GERAL DA UNIÃO – AGU, contra a VALE S. A. (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. da Fazenda Pública da Comarca de Belo Horizonte.

O declarante presta compromisso de imparcialidade no desenvolvimento de suas atividades, empregando toda sua diligência como impõe o art. 157, do CPC, declarando expressamente que:

- a) NÃO É cônjuge, companheiro ou parente em linha reta, ou colateral até o terceiro grau, de membros do Comitê Técnico-Científico do **Projeto Brumadinho-UFMG**;
- b) NÃO figura como parte ou amicicuriae nos processos indicados acima, ou em processos movidos contra quaisquer das partes ou amicicuriae nos processos indicados acima, relacionados com o rompimento da Barragem da Mina "Córrego do Feijão";

Página 1 de 3



- c) NÃO interveio como mandatário ou auxiliar de qualquer natureza de quaisquer das partes ou amicicuriae indicadas acima, em atos relacionados com o rompimento da Barragem da Mina "Córrego do Feijão", ou oficiou como perito ou prestou depoimento como testemunha neste caso;
- d) NÃO É cônjuge ou companheiro, ou qualquer parente, consanguíneo ou afim, em linha reta ou colateral, até o terceiro grau, inclusive, de qualquer das partes ou *amicicuriae* descritos acima, do Juízo e de membros do Comitê Técnico-Científico do Projeto Brumadinho-UFMG;
- e) NÃO formulou pedidos relacionados com o rompimento da Barragem da Mina "Córrego do Feijão" a quaisquer das partes ou *amicicuriae* descritos *acima*, em juízo ou fora dele; ou ainda, seja cônjuge ou companheiro, ou parente, consanguíneo ou afim, em linha reta ou colateral, até o terceiro grau, de quem tenha formulado pedidos relacionados com o rompimento da Barragem da Mina "Córrego do Feijão" a quaisquer das partes ou *amicicuriae* descritos *acima*, em juízo ou fora dele;
- f) NÃO É sócio ou membro de direção ou de administração de quaisquer das partes ou amicicuriae descritos acima;
- **g)** NÃO É herdeiro presuntivo, donatário ou empregador de quaisquer das partes ou *amicicuriae* descritos *acima*;
- h) NÃO É empregado ou tenha qualquer relação de subordinação ou dependência com quaisquer das partes ou amicicuriae descritos acima;
- i) NÃO prestou serviços relacionados com o rompimento da Barragem da Mina "Córrego do Feijão" a quaisquer das partes ou amicicuriae descritos acima;
- j) NÃO É cônjuge, companheiro ou parente, consanguíneo ou afim, em linha reta ou colateral, até o terceiro grau, inclusive, de advogados ou representantes das partes ou *amicicuriae* descritos *acima*;
- k) NÃO tem em curso a ação contra quaisquer das partes ou amicicuriae descritos acima, ou seu advogado;
- NÃO É amigo íntimo ou inimigo de quaisquer das partes ou amicicuriae descritos acima, bem como de seus advogados;
- **m)** NÃO recebeu presentes de pessoas que tiverem interesse na causa antes ou depois de iniciado o processo, que aconselhar alguma das partes ou amicicuriae descritos acima acerca do objeto da causa ou que subministrar meios para atender às despesas do litígio;

Página 2 de 3



Projeto Brumadinho UFMG

**n)** NÃO TEM como credor ou devedor, de seu cônjuge ou companheiro ou de parentes destes, em linha reta até o terceiro grau, inclusive, quaisquer das partes ou *amicicuriae* descritos

acima;

 $oldsymbol{o}$ ) NÃO TEM interesse direto no julgamento dos processos em favor de quaisquer das partes

ou *amicicuriae* descritos *acima*.

O presente Termo tem natureza irrevogável e irretratável, e o seu não cumprimento acarretará

todos os efetios de ordem penal, civil e administrativa contra seus transgressores.

BELO HORIZONTE, 17 de Junho de 2020

Cidriana novi de Macedo

PROFA. ADRIANA NORI DE MACEDO



Página 3 de 3

## TERMO DE COMPROMISSO ÉTICO E DE CONFIDENCIALIDADE

CYNTIA CABRAL RIBEIRO, RG 50262061 SSP/SP, CPF 879785631-20 (Bolsista), (CHAMADA PÚBLICA INTERNA INDUZIDA No 17 e 19/2020 DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS EM ÁGUAS SUPERFICIAIS E SEDIMENTOS DA BACIA DO RIO PARAOPEBA), declara e se compromete:

- a) a manter sigilo, tanto escrito como verbal, ou, por qualquer outra forma, de todos os dados, informações científicas e técnicas e, sobre todos os materiais obtidos com sua participação no **SUBPROJETO** ou no **PROJETO DE AVALIAÇÃO DE PÓS DESASTRE**;
- b) a não revelar, reproduzir, utilizar ou dar conhecimento, em hipótese alguma, a terceiros, de dados, informações científicas ou materiais obtidos com sua participação no **SUBPROJETO** ou no **PROJETO DE AVALIAÇÃO DE PÓS DESASTRE**, sem a prévia autorização;
- d) que todos os documentos, inclusive as ideias para no **SUBPROJETO** ou no **PROJETO DE AVALIAÇÃO DE PÓS DESASTRE**, contendo dados e informações relativas a qualquer pesquisa são de propriedade da UFMG;
- e) que todos os materiais, sejam modelos, protótipos e/ou outros de qualquer natureza utilizados no **SUBPROJETO** ou no **PROJETO DE AVALIAÇÃO DE PÓS DESASTRE** pertencem à UFMG.
- O declarante tem ciência de que as atividades desenvolvidas serão utilizadas em ações judiciais movidas pelo MINISTÉRIO PÚBLICO DO ESTADO DE MINAS GERAIS e pelo ESTADO DE MINAS GERAIS, representado pela Advocacia Geral do Estado AGE, estando também habilitados no polo ativo dos processos, como *amicicuriae*, o MINISTÉRIO PÚBLICO FEDERAL, DEFENSORIA PUBLICA DO ESTADO DE MINAS GERAIS, DEFENSORIA PUBLICA DA UNIÃO EM MINAS GERAIS e a ADVOCACIA GERAL DA UNIÃO AGU, contra a VALE S. A. (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. da Fazenda Pública da Comarca de Belo Horizonte.
- O declarante presta compromisso de imparcialidade no desenvolvimento de suas atividades, empregando toda sua diligência como impõe o art. 157, do CPC, declarando expressamente que:
  - a) NÃO É cônjuge, companheiro ou parente em linha reta, ou colateral até o terceiro grau, de membros do Comitê Técnico-Científico do **Projeto Brumadinho-UFMG**;
  - b) NÃO figura como parte ou amicicuriae nos processos indicados acima, ou em processos movidos contra quaisquer das partes ou amicicuriae nos processos indicados acima, relacionados com o rompimento da Barragem da Mina "Córrego do Feijão";

Página 1 de 3



- c) NÃO interveio como mandatário ou auxiliar de qualquer natureza de quaisquer das partes ou amicicuriae indicadas acima, em atos relacionados com o rompimento da Barragem da Mina "Córrego do Feijão", ou oficiou como perito ou prestou depoimento como testemunha neste caso;
- d) NÃO É cônjuge ou companheiro, ou qualquer parente, consanguíneo ou afim, em linha reta ou colateral, até o terceiro grau, inclusive, de qualquer das partes ou *amicicuriae* descritos *acima*, do Juízo e de membros do Comitê Técnico-Científico do **Projeto Brumadinho-UFMG**;
- e) NÃO formulou pedidos relacionados com o rompimento da Barragem da Mina "Córrego do Feijão" a quaisquer das partes ou amicicuriae descritos acima, em juízo ou fora dele; ou ainda, seja cônjuge ou companheiro, ou parente, consanguíneo ou afim, em linha reta ou colateral, até o terceiro grau, de quem tenha formulado pedidos relacionados com o rompimento da Barragem da Mina "Córrego do Feijão" a quaisquer das partes ou amicicuriae descritos acima, em juízo ou fora dele;
- **f)** NÃO É sócio ou membro de direção ou de administração de quaisquer das partes ou *amicicuriae* descritos *acima*;
- **g)** NÃO É herdeiro presuntivo, donatário ou empregador de quaisquer das partes ou *amicicuriae* descritos *acima*;
- h) NÃO É empregado ou tenha qualquer relação de subordinação ou dependência com quaisquer das partes ou amicicuriae descritos acima;
- i) NÃO prestou serviços relacionados com o rompimento da Barragem da Mina "Córrego do Feijão" a quaisquer das partes ou amicicuriae descritos acima;
- j) NÃO É cônjuge, companheiro ou parente, consanguíneo ou afim, em linha reta ou colateral, até o terceiro grau, inclusive, de advogados ou representantes das partes ou *amicicuriae* descritos *acima*;
- k) NÃO tem em curso a ação contra quaisquer das partes ou amicicuriae descritos acima, ou seu advogado;
- NÃO É amigo íntimo ou inimigo de quaisquer das partes ou amicicuriae descritos acima, bem como de seus advogados;
- **m)** NÃO recebeu presentes de pessoas que tiverem interesse na causa antes ou depois de iniciado o processo, que aconselhar alguma das partes ou amicicuriae descritos acima acerca do objeto da causa ou que subministrar meios para atender às despesas do litígio;

Página 2 de 3



- n) NÃO TEM como credor ou devedor, de seu cônjuge ou companheiro ou de parentes destes, em linha reta até o terceiro grau, inclusive, quaisquer das partes ou amicicuriae descritos acima;
- NÃO TEM interesse direto no julgamento dos processos em favor de quaisquer das partes ou amicicuriae descritos acima.

O presente Termo tem natureza irrevogável e irretratável, e o seu não cumprimento acarretará todos os efetios de ordem penal, civil e administrativa contra seus transgressores.

BELO HORIZONTE, 17 de Junho de 2020

Ra. CYNTIA CABRAL RIBEIRO

Galiku



Página 3 de 3

### TERMO DE COMPROMISSO ÉTICO E DE CONFIDENCIALIDADE

HELVÉCIO COSTA MENEZES,RG:1410901, CPF:408315826-34 (Pesquisador), CHAMADA PÚBLICA INTERNA INDUZIDA No 17 e 19/2020DETERMINAÇÃO DE COMPOSTOS ORGÂNICOS EM ÁGUAS SUPERFICIAIS E SEDIMENTOS DA BACIA DO RIO PARAOPEBA, declara e se compromete:

- a) a manter sigilo, tanto escrito como verbal, ou, por qualquer outra forma, de todos os dados, informações científicas e técnicas e, sobre todos os materiais obtidos com sua participação no **SUBPROJETO** ou no **PROJETO DE AVALIAÇÃO DE PÓS DESASTRE**;
- b) a não revelar, reproduzir, utilizar ou dar conhecimento, em hipótese alguma, a terceiros, de dados, informações científicas ou materiais obtidos com sua participação no **SUBPROJETO** ou no **PROJETO DE AVALIAÇÃO DE PÓS DESASTRE**, sem a prévia autorização;
- d) que todos os documentos, inclusive as ideias para no **SUBPROJETO** ou no **PROJETO DE AVALIAÇÃO DE PÓS DESASTRE**, contendo dados e informações relativas a qualquer pesquisa são de propriedade da UFMG;
- e) que todos os materiais, sejam modelos, protótipos e/ou outros de qualquer natureza utilizadosno**SUBPROJETO** ou no **PROJETO DE AVALIAÇÃO DE PÓS DESASTRE** pertencem à UFMG.
- O declarante tem ciência de que as atividades desenvolvidas serão utilizadas em ações judiciais movidas pelo MINISTÉRIO PÚBLICO DO ESTADO DE MINAS GERAIS e pelo ESTADO DE MINAS GERAIS, representado pela Advocacia Geral do Estado AGE, estando também habilitados no polo ativo dos processos, como *amicicuriae*, o MINISTÉRIO PÚBLICO FEDERAL, DEFENSORIA PUBLICA DO ESTADO DE MINAS GERAIS, DEFENSORIA PUBLICA DA UNIÃO EM MINAS GERAIS e a ADVOCACIA GERAL DA UNIÃO AGU, contra a VALE S. A. (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.da Fazenda Pública da Comarca de Belo Horizonte.
- O declarante presta compromisso de imparcialidade no desenvolvimento de suas atividades, empregando toda sua diligência como impõe o art. 157, do CPC, declarando expressamente que:
  - a) NÃO É cônjuge, companheiro ou parente em linha reta, ou colateral até o terceiro grau, de membros do Comitê Técnico-Científico do **Projeto Brumadinho-UFMG**;
  - **b)** NÃO figura como parte ou *amicicuriae* nos processos indicados *acima*, ou em processos movidos contra quaisquer das partes ou *amicicuriae* nos processos indicados *acima*, relacionados com o rompimento da Barragem da Mina "Córrego do Feijão";

Página 1 de 3

