

RELATÓRIO DE ENSAIO: 166871/2023 - A - 3.0 - E L
Proposta Comercial 4230/2022-31

DADOS REFERENTES AO CLIENTE	
Empresa Solicitante:	COMPANHIA CATARINENSE DE AGUAS E SANEAMENTO CASAN
Endereço:	Rua Emilio Blum, 83, Centro - Florianópolis/SC - CEP: 88.020-010
Nome do Solicitante:	Envio de Relatórios CASAN
Dados para contato:	lagoadaconceicao@casan.com.br

DADOS REFERENTES À AMOSTRA	
Identificação do ponto: C3 - ÁGUA S	
ID do Projeto: -	Referência Oceanus: 2522536
Matriz: Água Salobra	Data da amostragem: 15/08/2023 11:42
Data de emissão do R.E.: 27/09/2023	Data de recebimento: 16/08/2023
Coletor: Everaldo Taube (Oceanus - RS)	Temperatura de recebimento (°C): <5
Tipo de Coleta: Simples	

Ensaio de Toxicidade crônica com <i>Echinometra lucunter</i>
Início dos Ensaio: 19/09/2023
Final dos Ensaio: 21/09/2023

RASTREABILIDADE ANALÍTICA

DADOS DA AMOSTRA
Salinidade Integral por NaCl da amostra: 20 ppt
pH da amostra integral: 7,68
OD da amostra integral: 5,6 mg/L
Características gerais da amostra: Nada a declarar

CONDIÇÕES DE ENSAIO
Organismo-teste: <i>Echinometra lucunter</i> (Echinodermata, Echinoidea), ovos fecundados em laboratório, utilizados 2 horas após a fecundação.
Local de coleta dos organismos adultos: Mangaratiba - RJ
Número de réplicas por concentração: 4,0
Número de ovos por réplica: 300
Renovação do meio: sem renovação (ensaio estático)
Preservação da amostra: Congelada abaixo de -10 °C
Preparo da amostra: A amostra integral foi diluída para o preparo das soluções-teste utilizadas no ensaio ecotoxicológico.
Água de diluição: água marinha natural - Lote: 2023-77-TOX-D10
Temperatura da água: 24,2°C °C
Temperatura mínima/máxima da sala de ensaio: 23,7°C/ 26,1°C
Fotoperíodo: 16 horas de luz e 8 horas escuro.
Duração do ensaio: 42 horas
Análises estatísticas do ensaio: Análise de variância (ANOVA); post-hoc teste de Tukey (HSD).
Análises estatísticas do ensaio de sensibilidade: Interpolação Linear
Resultado da sensibilidade no período de ensaio: 0,1314 mg ZnSO ₄ /L (I.C.: 0,1238 a 0,1395 mg ZnSO ₄ /L).
Faixa da carta-controle de sensibilidade: 0,1344 mg ZnSO ₄ /L (I.C.: 0,1289 a 0,1398 mg ZnSO ₄ /L).

DADOS FÍSICO-QUÍMICOS DO ENSAIO												
Concentração (%)	pH		Salinidade (ppt)		O.D. (mg/L)		Temperatura (°C)		Nitrogênio Amoniacal (mg/L)		Amônia não Ionizada (mg/L)	
	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final
Controle	8,4	7,5	35,0	36,0	6,8	5,7	24,2	25,0	0,032	0,098	0,0	0,0

1,56	8,0	7,3	35,0	36,0	6,5	5,6	-	-	-	-	-	-
100,0	7,68	7,12	20,0	22,0	5,6	2,32	24,1	25,0	0,164	0,209	0,0	0,0

Nota: Valores de amônia não-ionizada acima do limite de 0,11mg/L podem causar efeitos tóxicos sobre o desenvolvimento embriol larval do organismo, segundo a metodologia de referência (ABNT, 2012).

EFEITO TÓXICO

Este ensaio tem como objetivo determinar a toxicidade crônica da amostra para embriões de ouriço do mar (*Echinometra lucunter*), com base no grau de desenvolvimento embrio-larval e/ou anomalias em ovos e larvas. Após o período de 36 a 42 horas, os ovos recém-fecundados devem se desenvolver até o estágio de pluteus, a menos que a amostra exerça efeitos tóxicos durante este período de exposição. Os gametas masculinos e femininos foram obtidos através de injeção de solução de cloreto de potássio 0,5 M na região perioral dos organismos adultos, conforme metodologia descrita em ABNT NBR 15350. A fecundação foi feita in vitro e os embriões obtidos foram utilizados 2 horas após a fecundação. As soluções-teste foram transferidas para os frascos teste em alíquotas de 10 mL, sendo preparadas quatro réplicas para cada concentração e nove para o controle com água de diluição. Réplicas extra de algumas concentrações, com 20 mL de solução, foram preparadas para realização das análises físico-químicas no final do ensaio. Com um micropipetador, um volume equivalente a 300 ovos foi transferido para cada tubo de ensaio. Após 36 horas de incubação, um dos tubos do controle foi retirado e o estágio de desenvolvimento de 100 embriões foi avaliado. Se após esse período, o controle não apresentar no máximo 80% de organismos no estágio de pluteus normal, analisar nova réplica do controle após 1 h, e assim por diante, no prazo máximo de 42 h. O ensaio foi encerrado após o período em que foi obtido o limite recomendado de mais de 80% dos embriões em estágio de pluteus bem desenvolvidos. O conteúdo de cada réplica foi preservado com 1 gota de lugol. Uma sub-amostra de cada réplica foi analisada ao microscópio em câmara de Sedgewick-Rafter, verificando o estágio de desenvolvimento e a ocorrência de anomalias nos 100 primeiros organismos encontrados. Foi calculada a porcentagem de pluteus normais e anormais em cada réplica e concentração.

Concentração (%)	Réplica	Número final de organismos por réplica		Pluteus Normais (%)	Efeito (%)
		Pluteus Normais	Pluteus Anormais		
Controle	1	88,0	12,0	84,0	16,0
	2	81,0	19,0		
	3	83,0	17,0		
	4	84,0	16,0		
100	1	26,0	74,0	28,25	71,75
	2	29,0	71,0		
	3	27,0	73,0		
	4	31,0	69,0		
50	1	47,0	53,0	45,75	54,25
	2	45,0	55,0		
	3	43,0	57,0		
	4	48,0	52,0		
25	1	68,0	32,0	68,75	31,25
	2	67,0	33,0		
	3	70,0	30,0		
	4	70,0	30,0		
12,5	1	80,0	20,0	83,0	17,0
	2	82,0	18,0		
	3	86,0	14,0		
	4	84,0	16,0		
6,25	1	83,0	17,0	83,75	16,25
	2	80,0	20,0		
	3	89,0	11,0		
	4	83,0	17,0		
3,125	1	85,0	15,0	84,0	16,0

	2	84,0	16,0		
	3	86,0	14,0		
	4	81,0	19,0		
1,56	1	80,0	20,0	83,0	17,0
	2	82,0	18,0		
	3	87,0	13,0		
	4	83,0	17,0		

ANÁLISE ESTATÍSTICA

Analysis of Variance (One-Way)

Descriptive Statistics

Groups	Sample size	Sum	Mean	Variance
1,56	4	332,0000	83,0000	8,6667
3,125	4	336,0000	84,0000	4,6667
6,25	4	335,0000	83,7500	14,2500
12,5	4	332,0000	83,0000	6,6667
25	4	275,0000	68,7500	2,2500
50	4	183,0000	45,7500	4,9167
100	4	113,0000	28,2500	4,9167
Controle	4	336,0000	84,0000	8,6667
Total	32		70,0625	424,8992

ANOVA

Source of Variation	d.f.	SS	MS	F	p-value	F crit	Omega Sqr.
Between Groups	7	13.006,8750	1.858,1250	270,2727	0,0000	5,2349	0,9833
Within Groups	24	165,0000	6,8750				
Total	31	13.171,8750					

Residual standard error	2,6220
Hartley Fmax (d.f. = 8, 3)	6,3333
Cochran C (d.f. = 8, 3)	0,2591
Bartlett Chi-square (d.f. = 7)	2,7036 p-value 0,9110

Comparisons among groups (Factor 1 - Factor #1)

Tukey HSD

Groups	Difference	Test Statistic	p-value	Significant
1,56 vs Controle	-1,0000	0,7628	0,9993	No
3,125 vs Controle	0,0000	0,0000	1,0000	No
6,25 vs Controle	-0,2500	0,1907	1,0000	No
12,5 vs Controle	-1,0000	0,7628	0,9993	No
25 vs Controle	-15,2500	11,6322	0,0001	Yes
50 vs Controle	-38,2500	29,1760	0,0001	Yes
100 vs Controle	-55,7500	42,5244	0,0001	Yes

Alpha (significance level)		0,0010						
Probit Analysis - Finney Method [Lognormal Distribution]								
Log10[Dose (Stimulus)]	Actual Percent (%)	Probit Percent (%)	N	R	E(R)	Difference	Chi-square	
0,1931	0,1700	0,0869	100	17,0000	8,6907	8,3093	7,9447	
0,4949	0,1600	0,1390	100	16,0000	13,8954	2,1046	0,3187	
0,7959	0,1600	0,2088	100	16,0000	20,8786	-4,8786	1,1400	
1,0969	0,1700	0,2959	100	17,0000	29,5893	-12,5893	5,3564	
1,3979	0,3100	0,3967	100	31,0000	39,6715	-8,6715	1,8954	
1,6990	0,5400	0,5050	100	54,0000	50,4999	3,5001	0,2426	
2,0000	0,7200	0,6129	100	72,0000	61,2913	10,7087	1,8710	
Chi-square								
Chi-square	18,7688							
Degrees of Freedom	5							
p-value	0,0021							

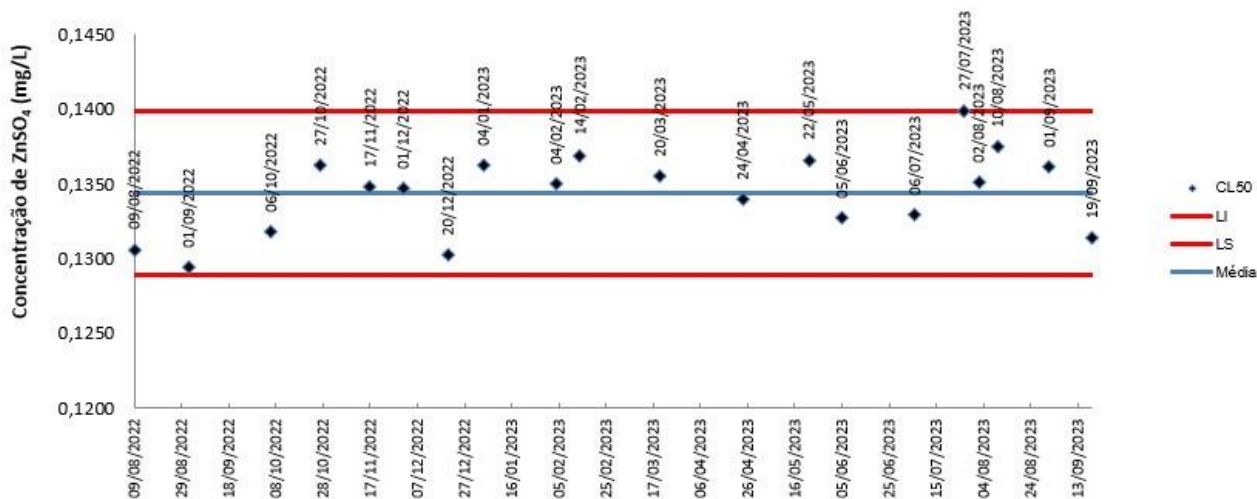
Dose (Stimulus) Percentile #1							
Percentile	Probit (Y)	Log10[Dose (Stimulus)]	Standard Error	Dose (Stimulus)	Standard Error	LCL	UCL
1	2,6732	-0,8675	0,7693	0,1357	0,3873	0,0001	0,9071
5	3,3548	-0,1197	0,5094	0,7591	1,1090	0,0068	2,8211
10	3,7183	0,2791	0,3763	1,9013	1,8613	0,0620	5,3376
16	4,0056	0,5943	0,2786	3,9287	2,6967	0,3412	9,2383
20	4,1585	0,7621	0,2325	5,7819	3,2460	0,8166	12,8165
25	4,3258	0,9456	0,1916	8,8222	4,0195	2,0056	19,3831
30	4,4760	1,1103	0,1690	12,8928	5,1450	4,1319	30,5632
40	4,7471	1,4077	0,1781	25,5701	10,7807	11,3399	93,3801
50	5,0000	1,6852	0,2353	48,4421	27,5462	21,7968	353,3438
60	5,2529	1,9627	0,3146	91,7727	72,4586	36,7471	1.524,3890
70	5,5240	2,2601	0,4098	182,0118	198,4135	60,5662	7.755,3681
75	5,6742	2,4249	0,4648	265,9919	342,2455	78,8294	19.356,3614
80	5,8415	2,6084	0,5272	405,8595	622,9040	105,0231	53.963,2135
84	5,9944	2,7762	0,5849	597,2993	1.070,7739	135,9466	138.406,6954
90	6,2817	3,0914	0,6947	1.234,2217	2.930,5268	219,1174	817.872,9727
95	6,6452	3,4902	0,8350	3.091,4763	10.344,7089	397,3350	7.808.535,5921
99	7,3268	4,2379	1,1004	17.294,6950	108.278,8012	1.196,0913	544.556.796,7060

Regression Statistics			
LD50	48,4421	LD50 Standard Error	27,5462
LD50 LCL	21,7968	LD50 UCL	353,3438
Log10[LD50]	1,6852	Standard Error	0,2353
Beta	0,9115	Intercept	3,4639
Beta Standard Error	0,2115		

CONTROLE DE QUALIDADE ANALÍTICO

Carta Controle de Sensibilidade ao ZnSO₄

Echinometra lucunter



RESULTADOS ANALÍTICOS DA AMOSTRA

Parâmetros	Unidade	Resultados
CENO(I)	%	12,5
CEO(I)	%	25
VC	%	17,7
CL ₅₀ (I)	%	48,4421 (21,7968 - 353,3438)

Legenda:

*Provedor Externo

USEPA = United States Environment Protection Agency

ID = Identificação

LCS = Laboratory Control Sample

LD = Limite de Detecção

LQ = Limite de Quantificação do método

NA = Não Aplicável

NA(50) = Não aplicável, pois a maior concentração testada não causou efeito à 50% dos organismos nas condições de ensaio

ND = Não Detectável

NC = Não Calculável

NMP = Número Mais Provável

NO = Não Objetável

PAH = Polycyclic Aromatic Hydrocarbon

PCB = Polychlorinated Biphenyls

POC = Pesticidas Organoclorados

POF = Pesticidas Organofosforados

SMWW = Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater - 23rd Edition - 2017

TPH = Total Petroleum Hydrocarbons

UFC = Unidades Formadoras de Colônia

VMP = Valor Máximo Permitido

VOC = Volatile Organic Compound

SVOC = Semi-volatile Organic Compound

NIOSH = National Institute for Occupational Safety and Health

OSHA = Occupational Safety and Health Administration

ACGIH = American Conference of Governmental Industrial Hygienists

NR 15 = Norma Regulamentadora nº 15, aprovada pela Portaria 3214, de 08 de junho de 1978 – Ministério do Trabalho e Emprego

CE(I)50 = Concentração nominal ou real da amostra que causa efeito agudo a 50% dos organismos no tempo de exposição, nas condições do ensaio

Clp(I)50% = Concentração que causa efeito a 50% dos organismos em 36h de exposição nas condições de ensaio

CL50 = Concentração da amostra nominal que causa efeito na sobrevivência de 50% dos organismos teste, nas condições de ensaio

FT (Fator de Toxicidade) = Maior concentração da amostra na qual não se observa efeito ao organismo-teste, nas condições estabelecidas pelo método de ensaio utilizado

OD = Oxigênio dissolvido

CENO (I) = Maior concentração nominal da amostra que não causa efeito deletério estatisticamente significativo no desenvolvimento embriolarval, sobrevivência ou reprodução dos organismos nas condições do ensaio

CEO (I) = Menor concentração nominal da amostra que causa efeito deletério estatisticamente significativo no desenvolvimento embriolarval, sobrevivência ou reprodução dos organismos nas condições de ensaio

VC = Média geométrica da CENO (I) e CEO (I)

*J = Resultados estimados que estão expressos entre LD e LQ

Observações gerais

Os parâmetros vide legislação ou norma não são contemplados na interpretação dos resultados.

As análises foram realizadas na unidade Rio de Janeiro de CNPJ 28.383.198/0001-59.

As opiniões e interpretações, quando expressas no relatório, não fazem parte do escopo de acreditação deste laboratório.

Código de Autenticidade

Chave para validação da autenticidade deste documento: c70a3bd8f7e1d57f35d678d37411fd98

Para verificar a autenticidade deste relatório acesse o portal: <https://portal.mylimsweb.com/>

Abrangência

O(s) resultado(s) apresentados possui(em) significação restrita e se aplica tão somente à(s) amostra(s) analisada(s).

Este Relatório de Ensaio só pode ser reproduzido por inteiro e sem nenhuma alteração. Reprodução parcial somente com prévia autorização.

Quando a amostragem é de responsabilidade do Cliente, qualquer desvio identificado na etapa de conferência é previamente

informado ao cliente para a aprovação e continuidade do processo. Neste caso, a validade dos resultados dos ensaios pode ser afetada.

As amostras são processadas conforme entregues pelo cliente.

Data de realização das análises

No caso da amostragem ter sido realizada pela Oceanus, todas as análises são executadas dentro do prazo de validade estabelecido pelo Standard Methods e/ou outra norma aplicável em sua última revisão.

Plano de Amostragem

Plano de Amostragem 38151/2023. Procedimento HQ-POP-081 (Coleta, Preservação, Transporte, Armazenamento e Recebimento de Amostras).

Prazo de Retenção da(s) amostra(s)

A(s) amostra(s) tem um prazo de guarda de 10 dias corridos após a emissão do Relatório de Ensaio, exceto para a(s) amostra(s) perecível(is) – descarte imediato.

Parâmetros, Norma e/ou Procedimento

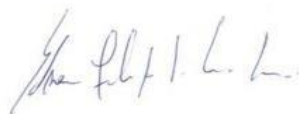
Toxicidade Crônica - *Echinometra lucunter*: ABNT NBR 15469 / ABNT NBR 15350

RESPONSÁVEIS

Relatório emitido por: Rayza Magalhães

Relatório revisado por: Fabiana Vasconcelos Kirsten

Responsável técnico:



Edson Felipe Souza Ladeira, B.Sc.
Gerente Técnico
CRQ nº03155685 – 3ª Região



Ronaldo Leão Guimarães
Gerente Técnico
CRBio nº02339/85

LISTA DE VERIFICAÇÃO DE RECEBIMENTO DE AMOSTRAS

N° da Amostra: 166871/2023-3.0

Cliente: COMPANHIA CATARINENSE DE AGUAS E SANEAMENTO CASAN	
Data de recebimento: 16/08/2023	
Código: 2522536	Identificação da Amostra: C3 - ÁGUA S

Amostra acondicionada adequadamente?	Sim
A caixa térmica e os frascos estão íntegros?	Sim
Os rótulos e cadeia de custódia identificam as amostras?	Sim
Termômetro utilizado	TI-011
Os frascos de VOC/BTEX estavam isentos de bolhas?	-
Há quantidade de amostra suficiente para todas as análises?	Sim
Todos os parâmetros estão dentro do prazo de validade (holding time)?	Sim

As irregularidades de recebimento foram notificadas? Notificação enviada para: _____ Data: _____

Comentários:

Responsável pelo recebimento: Yago Lima

Oceanus Centro de Biologia Experimental										PLANO DE AMOSTRAGEM CADEIA DE CUSTÓDIA					PRAZO <input type="checkbox"/> RUSH <input checked="" type="checkbox"/> NORMAL		GRUPO: 38151		POSTA N: 07022	DATA DA AMOSTRAGEM 15/08/23									
DADOS DO PROJETO					RESPONSÁVEIS PELA AMOSTRAGEM					CAMPO					LABORATÓRIO														
Cliente: CASAN Endereço: Lagoa da Conceição - Florianópolis, SC Cidade: Porto Alegre Responsável pela Solicitação: Priscila Objetivo/Legislação: Monitoramento e Avaliação do PRAD da Lagoa da Conceição					Supervisor: Giselle Kmiecki Coletores: Everaldo Taube Transportador: Oceanus Placa Veículo:					Constantividade Unidade Origem Dissolvido (mg/L) pH Salinidade (PSU) Temperatura água (°C)					Fluxometro Letura Inicial Letura Final Matéria orgânica, P e N Bactérias Cianobactérias Fitoplâncton E.coli e Enterococos NT Nossos (NT) Fitoplâncton, Cianobactérias e Bactérias Ecotoxicidade														
INFORMAÇÕES DA AMOSTRA										INFORMAÇÕES DE CAMPO																			
Código	PONTO DE AMOSTRAGEM / IDENTIFICAÇÃO DA	Item	Nº de Frascos	Tipo de Amostra	Tipo de Coleta	HORA	Coordenadas		Constantividade	Unidade	Origem Dissolvido (mg/L)	pH	Salinidade (PSU)	Temperatura água (°C)	Letura Inicial	Letura Final	Matéria orgânica, P e N	Bactérias	Cianobactérias	Fitoplâncton	E.coli e Enterococos	NT Nossos (NT) Fitoplâncton, Cianobactérias e Bactérias	Ecotoxicidade						
2522566	C2 - Sedimento	14	2	8	S	12:03	27°36'13,7	48°27'22,0	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não		x	x										
2522567	C2 - Sedimento	14	1	8	S	12:03			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não		x	x										
2522568	C2 - Sedimento	14	1	8	S	12:03			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não		x	x										
2522503	C3 - Água S	1	3	2	S	12:00			52,42	µS/cm	6,55	8,28	34,6	18,0	490189	49176				x									
2522585	C3 - Sedimento	16	3	8	S	11:48			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não		x	x										
2522586	C3 - Sedimento	16	1	8	S	11:48			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não		x	x										
2522587	C3 - Sedimento	16	1	8	S	11:48			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não		x	x										
2522534	C3 - Água S	8	11	2	S	11:48	27°36'06,7	48°27'06,6	52,28	µS/cm	5,55	8,90	34,5	17,9	489326	490189				x	x	x							
2522535	C3 - Água S	8	1	2	S	11:42			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não							x						
2522536	C3 - Água S	8	3	2	S	11:42			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não							x						
2522537	C3 - Água F	8	9	3	S	11:45			5296	µS/cm	5,35	8,28	35,0	17,3								x	x						
2522576	C4 - Sedimento	16	3	8	S	16:13			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não		x	x	x									
2522577	C4 - Sedimento	16	1	8	S	16:13	27°36'13,1	48°26'23,8	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não		x	x										
2522578	C4 - Sedimento	16	1	8	S	16:13			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não		x	x										
2522542	C4 - Água S	10	3	2	S	16:10			Não	Não	Não	Não	Não	Não	187	500412	501062				x								
2522570	D1 - Sedimento	16	3	8	S	12:15			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não		x	x	x									
2522571	D1 - Sedimento	16	1	8	S	12:15			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não		x	x										
2522572	D1 - Sedimento	16	1	8	S	12:15	27°36'23,8	48°27'33,0	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não		x	x										
2522544	D1 - Água S	10	3	2	S	12:12			Não	Não	Não	Não	Não	Não	179	491176	491869				x								
CONTROLE DE QUALIDADE EM CAMPO										CAMPO										LABORATÓRIO									
Código	PONTO DE AMOSTRAGEM / IDENTIFICAÇÃO DA	Item	Nº de Frascos	Tipo de Amostra	Tipo de Coleta	HORA	Coordenadas																						
INFORMAÇÕES DE GARANTIA DE QUALIDADE										TIPO DE AMOSTRA:										OBSERVAÇÕES									
Água reagente: Proposta 1080/2017 Quantidade dos reagentes utilizados: HQ-ANE-171-Registro de Preparo de Soluções - Diversas Métodos analíticos utilizados para as amostras: HQ-ANE-006-Proposta comercial Métodos analíticos utilizados para as amostras: HQ-ANE-006-Proposta comercial Armazenamento e preservação das amostras: HQ-POP-081-Recibo cadastro armazenamento e descarte das amostras										1-Água Tratada 2-Água Bruta Superficial 3-Água Bruta Profundidade 4-Água Subterânea 5-Água de Reuso 11-Cursos										6-Resíduo 7-Eluente 8-Sedimento 9-Solo 10-Reagente					CENTRO DE BIOLOGIA EXPERIMENTAL OCEANUS LTDA CNPJ: 28.383.198/0001-53 TEL.: 3293-7600 Recebido dia: 16/08/23 Kog				
PREENCHIMENTO OBRIGATORIO										USO EXCLUSIVO DO CLIENTE										USO EXCLUSIVO DO GRUPO OCEANUS									
Coleta Composta? Total de Horas: Intervalo:										Temperatura Ambiente: 18°C Chuva nas últimas 24 horas? <input checked="" type="checkbox"/>										EQUIPAMENTOS UTILIZADOS									
Nome (Legível):										Recebido por:										TAG:									
Ass:										Ass:										TAG:									
Data: Hora: Tel:										Data: 16/08 Hora: 09:30										TAG:									
Temperatura de Recebimento: 4,5 °C																				TAG:									