

RELATÓRIO DE ENSAIO: 189449/2023 - 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 - 27°36'06,7 48°27'06,6	
ID do Projeto: -	Referência Oceanus: 2565872
Matriz: Água Salobra	Data da amostragem: 12/09/2023 12:20
Data de emissão do R.E.: 28/09/2023	Data de recebimento: 13/09/2023
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 Ensaios: 19/09/2023
Final dos Ensaios: 21/09/2023

RASTREABILIDADE ANALÍTICA

DADOS DA AMOSTRA
Salinidade Integral por NaCl da amostra: 22 ppt
pH da amostra integral: 8,54
OD da amostra integral: 5,92 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	0,101	0,0	0,0

1,56	7,35	7,55	35,0	36,0	5,9	5,66	-	-	-	-	-	-
100,0	8,54	7,52	22,0	23,0	5,92	5,42	24,1	25,0	0,033	0,102	0,0	0,0

Nota: Valores de amônia não-ionizada acima do limite de 0,11mg/L podem causar efeitos tóxicos sobre o desenvolvimento embrionário 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	0,0	100,0	0,0	100,0
	2	0,0	100,0		
	3	0,0	100,0		
	4	0,0	100,0		
50	1	55,0	45,0	51,0	49,0
	2	50,0	50,0		
	3	57,0	43,0		
	4	42,0	58,0		
25	1	74,0	26,0	73,0	27,0
	2	73,0	27,0		
	3	70,0	30,0		
	4	75,0	25,0		
12,5	1	75,0	25,0	73,25	26,75
	2	73,0	27,0		
	3	74,0	26,0		
	4	71,0	29,0		
6,25	1	87,0	13,0	83,75	16,25
	2	85,0	15,0		
	3	83,0	17,0		
	4	80,0	20,0		
3,125	1	86,0	14,0	85,0	15,0

	2	84,0	16,0		
	3	82,0	18,0		
	4	88,0	12,0		
1,56	1	89,0	11,0	86,75	13,25
	2	88,0	12,0		
	3	86,0	14,0		
	4	84,0	16,0		

ANÁLISE ESTATÍSTICA

Analysis of Variance (One-Way)

Descriptive Statistics

Groups	Sample size	Sum	Mean	Variance
1,56	4	347,0000	86,7500	4,9167
3,125	4	340,0000	85,0000	6,6667
6,25	4	335,0000	83,7500	8,9167
12,5	4	293,0000	73,2500	2,9167
25	4	292,0000	73,0000	4,6667
50	4	204,0000	51,0000	44,6667
100	4	0,0000	0,0000	0,0000
Controle	4	336,0000	84,0000	8,6667
Total	32		67,0938	795,4425

ANOVA

Source of Variation	d.f.	SS	MS	F	p-value	F crit	Omega Sqr.
Between Groups	7	24.414,4688	3.487,7813	342,7093	0,0000	5,2349	0,9868
Within Groups	24	244,2500	10,1771				
Total	31	24.658,7188					

Residual standard error	3,1902
Hartley Fmax (d.f. = 8, 3)	#N/A
Cochran C (d.f. = 8, 3)	0,5486
Bartlett Chi-square (d.f. = 7)	#N/A p-value #N/A

Comparisons among groups (Factor 1 - Factor #1)

Tukey HSD

Groups	Difference	Test Statistic	p-value	Significant
1,56 vs Controle	2,7500	1,7241	0,9183	No
3,125 vs Controle	1,0000	0,6269	0,9998	No
6,25 vs Controle	-0,2500	0,1567	1,0000	No
12,5 vs Controle	-10,7500	6,7395	0,0017	No
25 vs Controle	-11,0000	6,8962	0,0013	No
50 vs Controle	-33,0000	20,6887	0,0001	Yes
100 vs Controle	-84,0000	52,6620	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	0,1300	0,0546	100	13,0000	5,4593	7,5407	10,4159	
0,4949	0,1500	0,1107	100	15,0000	11,0712	3,9288	1,3942	
0,7959	0,1600	0,1992	100	16,0000	19,9193	-3,9193	0,7711	
1,0969	0,2700	0,3205	100	27,0000	32,0513	-5,0513	0,7961	
1,3979	0,2700	0,4649	100	27,0000	46,4929	-19,4929	8,1727	
1,6990	0,4900	0,6142	100	49,0000	61,4176	-12,4176	2,5106	
2,0000	0,9975	0,7481	100	99,7500	74,8080	24,9420	8,3160	
Chi-square								
Chi-square	32,3766							
Degrees of Freedom	5							
p-value	0,0000							

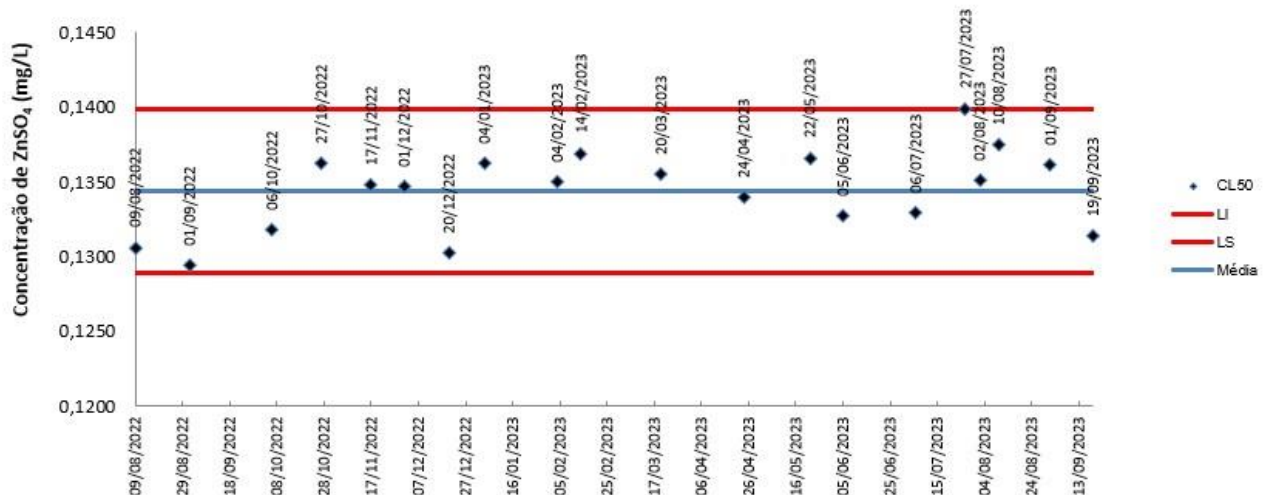
Dose (Stimulus) Percentile #1							
Percentile	Probit (Y)	Log10[Dose (Stimulus)]	Standard Error	Dose (Stimulus)	Standard Error	LCL	UCL
1	2,6732	-0,3838	1,1375	0,4132	2,8204	0,0000	2,4029
5	3,3548	0,1586	0,7776	1,4409	4,1968	0,0005	5,2805
10	3,7183	0,4479	0,5922	2,8049	5,1252	0,0075	8,3535
16	4,0056	0,6766	0,4538	4,7486	5,9151	0,0585	12,5936
20	4,1585	0,7983	0,3860	6,2850	6,3505	0,1681	16,2258
25	4,3258	0,9314	0,3205	8,5395	6,8898	0,5068	22,5369
30	4,4760	1,0510	0,2747	11,2450	7,5965	1,2644	32,6859
40	4,7471	1,2667	0,2458	18,4797	11,0251	4,7887	87,8985
50	5,0000	1,4680	0,2933	29,3761	21,3785	10,6757	343,8188
60	5,2529	1,6693	0,3871	46,6977	47,3616	18,0854	1,769,8206
70	5,5240	1,8850	0,5107	76,7414	112,5214	27,7746	11,737,5351
75	5,6742	2,0046	0,5841	101,0552	180,7611	34,2064	34,481,6489
80	5,8415	2,1377	0,6683	137,3034	305,0990	42,5309	116,137,7318
84	5,9944	2,2594	0,7468	181,7276	490,8782	51,4446	355,744,8189
90	6,2817	2,4881	0,8967	307,6653	1,193,1372	72,4486	2,956,632,0664
95	6,6452	2,7774	1,0893	598,9104	3,653,6722	109,8153	43,830,066,4546
99	7,3268	3,3198	1,4549	2,088,3486	29,728,0532	233,2443	7,064,025,173,5823

Regression Statistics			
LD50	29,3761	LD50 Standard Error	21,3785
LD50 LCL	10,6757	LD50 UCL	343,8188
Log10[LD50]	1,4680	Standard Error	0,2933
Beta	1,2565	Intercept	3,1555
Beta Standard Error	0,3696		

CONTROLE DE QUALIDADE ANALÍTICO

Carta Controle de Sensibilidade ao ZnSO₄

Echinometra lucunter



RESULTADOS ANALÍTICOS DA AMOSTRA

Parâmetros	Unidade	Resultados
CENO(I)	%	25
CEO(I)	%	50
VC	%	35,355
CL ₅₀ (I)	%	29,3761 (10,6757 - 343,8188)

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 n° 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 embrionário, sobrevivência ou reprodução dos organismos nas condições do ensaio

CEO (I) = Menor concentração nominal da amostra que causa efeito deletério estatisticamente significativo no desenvolvimento embrionário, 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: 506c27a59c9180e352c03d1f78543105

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 42994/2023. 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

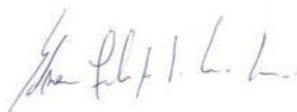
Toxicidade Crônica - *Echinometra lucunter*. ABNT NBR 15469 / ABNT NBR 15350

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: 189449/2023-3.0

Cliente: COMPANHIA CATARINENSE DE AGUAS E SANEAMENTO CASAN	
Data de recebimento: 13/09/2023	
Código: 2565872	Identificação da Amostra: C3 - ÁGUA S - 27°36'06,7 48°27'06,6

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?	Não se aplica
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: Yuri Garcia

Oceanus Centro de Biologia Experimental										PLANO DE AMOSTRAGEM CADEIA DE CUSTÓDIA		PRAZO <input type="checkbox"/> RUSH <input checked="" type="checkbox"/> NORMAL		GRUPO: 42994		PROPOSTA Nº: 4230/2022		DATA DA AMOSTRAGEM 12/09/23				
DADOS DO PROJETO										RESPONSÁVEIS PELA AMOSTRAGEM												
Cliente: CASAN										Supervisor: Giselle Kimecki												
Endereço: Lagoa da Conceição - Florianópolis, SC										Coletores: Everaldo Taube												
Cidade: Porto Alegre										Transportador: Oceanus												
Responsável pela Solicitação: Priscila										Placa Veículo:												
Objetivo/Legislação: Monitoramento e Avaliação do PRAD da Lagoa da Conceição																						
INFORMAÇÕES DA AMOSTRA					INFORMAÇÕES DE CAMPO					PARAMETROS					LABORATÓRIO							
Código	PONTO DE AMOSTRAGEM / IDENTIFICAÇÃO DA	Item	Nº de Frascos	Tempo de Amostragem	Tempo de Coleta	HORA	Coordenadas	Condutividade	Unidade	Oxigênio Dissolvido (mg/L)	pH	Salinidade (PSU)	Temperatura água (°C)	Fluzometro Lectura Inicial	Fluzometro Lectura Final	Materia orgânica P e N	Bactérias	Fitoplankton	Ecoss e Fitococcos	Nº de Amostras para Análise de Qualidade Ambiental	Ecotoxicidade	
2565896	C2 - Sedimento	14	2	8	S	12:40	27°36'13,7 48°27'22,0	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x					
2565897	C2 - Sedimento	14	1	8	S	12:40		Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x					
2565898	C2 - Sedimento	14	1	8	S	12:40		Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x					
2565840	C2 - Água S	1	3	2	S	12:37		52,51	µS/cm	6,28	8,63	34,6	22,3	534779	536784							
2565927	C3 - Sedimento	16	3	8	S	12:26		Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x					
2565928	C3 - Sedimento	16	1	8	S	12:26		Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x					
2565929	C3 - Sedimento	16	1	8	S	12:26		Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x					
2565870	C3 - Água S	8	11	2	S	12:20	27°36'06,7 48°27'06,6	52,90	µS/cm	5,90	8,60	34,9	21,4	530931	534949							
2565871	C3 - Água S	8	1	2	S	12:20		Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não							
2565872	C3 - Água S	8	3	2	S	12:20		Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não							
2565873	C3 - Água F	8	9	3	S	12:23		52,83	µS/cm	5,75	8,63	34,3	21,4	Não	Não							
2565909	C4 - Sedimento	16	3	8	S	16:41		Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x					
2565910	C4 - Sedimento	16	1	8	S	16:41	27°36'13,1 48°26'23,8	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x					
2565911	C4 - Sedimento	16	1	8	S	16:41		Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x					
2565875	C4 - Água S	10	3	2	S	16:38		Não	Não	Não	Não	Não	Não	22,3	566074	563538						
2565942	D1 - Sedimento	16	3	8	S	12:11		Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x					
2565943	D1 - Sedimento	16	1	8	S	12:11		Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x					
2565944	D1 - Sedimento	16	1	8	S	12:11	27°36'23,8 48°27'33,0	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x					
2565881	D1 - Água S	10	3	2	S	12:08		Não	Não	Não	Não	Não	Não	21,7	538770	540944						
CONTROLE DE QUALIDADE EM CAMPO																						
Código	PONTO DE AMOSTRAGEM / IDENTIFICAÇÃO DA	Item	Nº de Frascos	Tempo de Amostragem	Tempo de Coleta	HORA	Coordenadas	CAMPO					LABORATÓRIO									
								RECEBIDO EM: 26/09/2023 CENTRO DE BIOLOGIA EXPERIMENTAL OCEANUS LTDA CNPJ: 20.909.188/0001-69 TEL: 51 3293-7000														
INFORMAÇÕES DE GARANTIA DE QUALIDADE								TIPO DE AMOSTRA:				OBSERVAÇÕES										
Água resente: Proposta 1080/2017 Qualidade dos reagentes utilizados: HQ-ANE-171-Registro de Preparo de Soluções - Diversas Métodos analíticos utilizados para os brancos: HQ-ANE-006-Proposta comercial Métodos analíticos utilizados para as amostras: HQ-ANE-006-Proposta comercial Armazenamento e preservação das amostras: HQ-POP-081-Recibimento cadastro armazenamento e descarte das amostras								1-Agua Tratada 2-Agua Bruta Superficial 3-Agua Bruta Profundidade 4-Agua Subterrânea 5-Agua de Reuso 11- Outras				6-Resíduo 7-Efluente 8-Sedimento 9-Solo 10-Reagente										
PREENCHIMENTO OBRIGATORIO								USO EXCLUSIVO DO GRUPO OCEANUS														
Coleta Composta? Total de Horas: Intervalo:								Temperatura Ambiente: 21,0				Chuva nas últimas 24 horas? <input checked="" type="checkbox"/> Sim				EQUIPAMENTOS UTILIZADOS						
USO EXCLUSIVO DO CLIENTE								Recebido por: Ass: [Assinatura]				Data: 13/09/23 Hora: 09:00				TAG: MM-08						
Nome (Legível):								Ass: [Assinatura]				Data: 13/09/23 Hora: 09:00				TAG: [Assinatura]						
Data: Hora: Tel:								Ass: [Assinatura]				Data: 13/09/23 Hora: 09:00				TAG: [Assinatura]						
Temperatura de Recebimento: 15 °C																						