

RELATÓRIO DE ENSAIO: 229565/2023 - A - 3.0 - E L
Proposta Comercial 4230/2022-34

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: D5 - ÁGUA S - 27°36'29,5 48°26'35,4	
ID do Projeto: -	Referência Oceanus: 2660708
Matriz: Água Salobra	Data da amostragem: 31/10/2023 13:50
Data de emissão do R.E.: 30/11/2023	Data de recebimento: 01/11/2023
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: 17/11/2023
Final dos Ensaios: 19/11/2023

RASTREABILIDADE ANALÍTICA

DADOS DA AMOSTRA
Salinidade Integral por NaCl da amostra: 15 ppt
pH da amostra integral: 7,79
OD da amostra integral: 5,2 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: 2023.93.TOX.D10
Temperatura da água: 22,4°C °C
Temperatura mínima/máxima da sala de ensaio: 23,4°C/26,5°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: 0,1299 mg ZnSO ₄ /L (I.C.: 0,1226 a 0,1377 mg ZnSO ₄ /L).
Faixa da carta-controle de sensibilidade: 0,1344 mg ZnSO ₄ /L (I.C.: 0,1288 a 0,1399 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	7,81	7,42	35,0	35,0	5,5	5,8	22,4	25,5	0,042	0,113	0,0	0,0

1,56	8,13	8,1	35,0	36,0	5,7	5,0	-	-	-	-	-	-
100,0	7,93	7,66	15,0	15,0	5,17	5,1	22,0	25,5	0,41	0,107	0,01	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	87,25	12,75
	2	87,0	13,0		
	3	89,0	11,0		
	4	85,0	15,0		
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	2,0	98,0	1,0	99,0
	2	1,0	99,0		
	3	0,0	100,0		
	4	1,0	99,0		
25	1	39,0	61,0	38,25	61,75
	2	40,0	60,0		
	3	39,0	61,0		
	4	35,0	65,0		
12,5	1	59,0	41,0	60,25	39,75
	2	65,0	35,0		
	3	62,0	38,0		
	4	55,0	45,0		
6,25	1	84,0	16,0	82,25	17,75
	2	85,0	15,0		
	3	80,0	20,0		
	4	80,0	20,0		
3,12	1	89,0	11,0	84,25	15,75

	2	81,0	19,0		
	3	83,0	17,0		
	4	84,0	16,0		
1,56	1	84,0	16,0	82,75	17,25
	2	85,0	15,0		
	3	82,0	18,0		
	4	80,0	20,0		

ANÁLISE ESTATÍSTICA

Analysis of Variance (One-Way)

Descriptive Statistics

Groups	Sample size	Sum	Mean	Variance
1,56	4	331,0000	82,7500	4,9167
3,12	4	337,0000	84,2500	11,5833
6,25	4	329,0000	82,2500	6,9167
12,5	4	241,0000	60,2500	18,2500
25	4	153,0000	38,2500	4,9167
50	4	4,0000	1,0000	0,6667
100	4	0,0000	0,0000	0,0000
Controle	4	349,0000	87,2500	2,9167
Total	32		54,5000	1.250,7097

ANOVA

Source of Variation	d.f.	SS	MS	F	p-value	F crit	Omega Sqr.
Between Groups	7	38.621,5000	5.517,3571	879,8443	0,0000	5,2349	0,9948
Within Groups	24	150,5000	6,2708				
Total	31	38.772,0000					

Residual standard error	2,5042
Hartley Fmax (d.f. = 8, 3)	#N/A
Cochran C (d.f. = 8, 3)	0,3638
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	-4,5000	3,5940	0,2261	No
3,12 vs Controle	-3,0000	2,3960	0,6907	No
6,25 vs Controle	-5,0000	3,9933	0,1355	No
12,5 vs Controle	-27,0000	21,5641	0,0001	Yes
25 vs Controle	-49,0000	39,1348	0,0001	Yes
50 vs Controle	-86,2500	68,8853	0,0001	Yes
100 vs Controle	-87,2500	69,6840	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	0,0559	100	17,0000	5,5866	11,4134	23,3176		
0,4942	0,1600	0,1483	100	16,0000	14,8339	1,1661	0,0917		
0,7959	0,1800	0,3101	100	18,0000	31,0143	-13,0143	5,4611		
1,0969	0,4000	0,5205	100	40,0000	52,0508	-12,0508	2,7900		
1,3979	0,6200	0,7252	100	62,0000	72,5181	-10,5181	1,5256		
1,6990	0,9900	0,8739	100	99,0000	87,3932	11,6068	1,5415		
2,0000	0,9975	0,9547	100	99,7500	95,4682	4,2818	0,1920		
Chi-square									
Chi-square	34,9194								
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	-0,2122	0,4381	0,6135	0,7293	0,0114	2,0312		
5	3,3548	0,1630	0,3247	1,4554	1,1925	0,0791	3,6962		
10	3,7183	0,3631	0,2671	2,3071	1,5103	0,2188	5,1731		
16	4,0056	0,5212	0,2244	3,3206	1,7927	0,4815	6,8582		
20	4,1585	0,6054	0,2032	4,0310	1,9552	0,7258	8,0438		
25	4,3258	0,6975	0,1818	4,9830	2,1476	1,1247	9,6811		
30	4,4760	0,7802	0,1649	6,0278	2,3440	1,6446	11,5858		
40	4,7471	0,9294	0,1422	8,4991	2,8323	3,1173	16,7817		
50	5,0000	1,0686	0,1338	11,7112	3,6652	5,2476	25,5814		
60	5,2529	1,2078	0,1401	16,1372	5,2978	8,0966	42,5467		
70	5,5240	1,3570	0,1612	22,7531	8,6423	11,8407	79,8759		
75	5,6742	1,4397	0,1775	27,5240	11,5677	14,2220	116,3748		
80	5,8415	1,5318	0,1984	34,0240	16,0877	17,1676	179,7920		
84	5,9944	1,6160	0,2192	41,3034	21,7483	20,1752	270,5084		
90	6,2817	1,7741	0,2616	59,4477	38,0160	26,8128	593,6882		
95	6,6452	1,9742	0,3189	94,2359	75,5880	37,5935	1.640,4040		
99	7,3268	2,3494	0,4320	223,5593	260,9057	68,5185	11.406,0501		

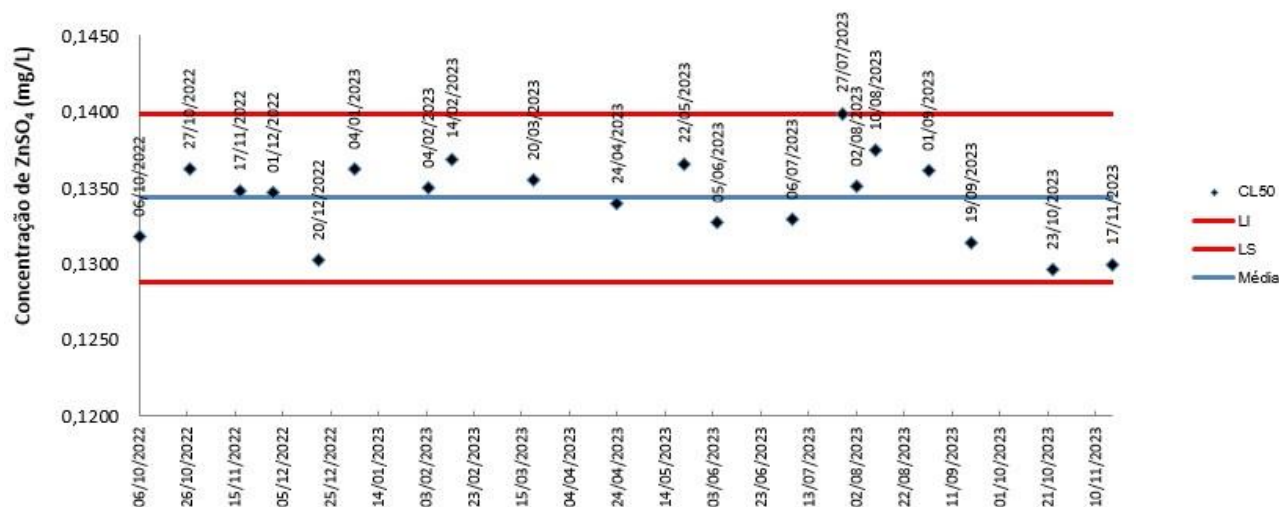
Regression Statistics			
LD50	11,7112	LD50 Standard Error	3,6652
LD50 LCL	5,2476	LD50 UCL	25,5814
Log10[LD50]	1,0686	Standard Error	0,1338
Beta	1,8167	Intercept	3,0587
Beta Standard Error	0,3995		

CONTROLE DE QUALIDADE ANALÍTICO

Carta Controle de Sensibilidade ao ZnSO₄

Echinometra lucunter

CV = 2,05%



RESULTADOS ANALÍTICOS DA AMOSTRA

Parâmetros	Unidade	Resultados
CENO(I)	%	6,25
CEO(I)	%	12,5
VC	%	8,84
CL ₅₀ (I)	%	11,7112 (5,2476 - 25,5814)

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: 617aa2014dcb8b8066b6584fc47e6fd3

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.

RELATÓRIO DE ENSAIO: 229565/2023-3.0

PÁGINA 6 de 9

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 52610/2023. 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: Milena de Melo Cardoso

Relatório revisado por: Fabiana Vasconcelos Kirsten

Responsável técnico:



Edson Felipe Souza Ladeira, B.Sc.
Gerente Técnico
CRQ n°03155685 – 3ª Região



Ronaldo Leão Guimarães
Gerente Técnico
CRBio n°02339/85

LISTA DE VERIFICAÇÃO DE RECEBIMENTO DE AMOSTRAS

N° da Amostra: 229565/2023-3.0

Cliente: COMPANHIA CATARINENSE DE AGUAS E SANEAMENTO CASAN	
Data de recebimento: 01/11/2023	
Código: 2660708	Identificação da Amostra: D5 - ÁGUA S - 27°36'29,5 48°26'35,4

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-004
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: Luana Nascimento
--



Oceanus Centro de Biologia Experimental										PLANO DE AMOSTRAGEM CADEIA DE CUSTÓDIA				PRAZO <input type="checkbox"/> RUSH <input checked="" type="checkbox"/> NORMAL		GRUPO: 52610	PROPOSTA Nº: 4230/2022	DATA DA AMOSTRAGEM 31/10/23							
DADOS DO PROJETO					RESPONSÁVEIS PELA AMOSTRAGEM					CAMPO					PARAMETROS										
Cliente: CASAN					Supervisor: Gisele Kmicicki																				
Endereço: Lagoa da Conceição - Florianópolis, SC					Coletores: Everaldo Taube																				
Cidade: Porto Alegre					Transportador: Oceanus																				
Objetivo/Legislação: Monitoramento e Avaliação do PRAD da Lagoa da Conceição					Placa Veículo:																				
INFORMAÇÕES DA AMOSTRA										INFORMAÇÕES DE CAMPO															
Código	PUNTO DE AMOSTRAGEM / IDENTIFICACION DA	Item	Nº de Frascos	Tipos de Amostras	Tipos de Coletas	HORA	Coordenadas			Condutividade	Unidade	Oxigênio Dissolvido (mg/L)	pH	Salinidade (PSU)	Temperatura água (°C)	Letura Inicial	Letura Final	Materia orgânica, P e N	Bactérias	Dinamostronomia	Fito zooplancton	E coli e Enterococos	Fitoplacton (Cocoides, Cocoides, Cocoides, Cocoides, Cocoides)	Ecotoxicidade	
2660779	D5 - Sedimento	16	3	8	s	13:53	27°36'29,5	48°26'35,4	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x	x					
2660780	D5 - Sedimento	16	1	8	s	13:53			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x					
2660781	D5 - Sedimento	16	1	8	s	13:53			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x						
2660706	D5 - Água S	6	11	2	s	13:50			35,6	g/L	6,70	8,20	22,5	23,3	632448	635405						x	x	x	
2660707	D5 - Água S	6	1	2	s	13:50	27°36'20,5	48°27'45,7	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x	x					
2660708	D5 - Água S	6	3	2	s	13:50			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x						
2660794	E1 - Sedimento	16	2	8	s	13:50			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x	x				
2660795	E1 - Sedimento	16	1	8	s	13:50			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x						
2660796	E1 - Sedimento	16	1	8	s	13:50	27°36'02,8	48°27'33,7	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x	x					
2660889	E1 - Água S	2	11	2	s	12:10			34,6	g/L	6,80	8,14	21,9	23,5	616552	619234					x	x	x		
2660815	E2 - Sedimento	16	3	8	s	12:10			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x	x				
2660816	E2 - Sedimento	16	1	8	s	12:10			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x						
2660817	E2 - Sedimento	16	1	8	s	12:10	27°35'50,7	48°27'04,5	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x	x					
2660694	E2 - Água S	4	12	2	s	12:03			32,3	g/L	5,95	8,05	23,7	22,9								x	x		
2660695	E2 - Água F	4	9	3	s	12:06			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x	x				
2660782	E3 - Sedimento	16	3	8	s	07:23			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x	x				
2660783	E3 - Sedimento	16	1	8	s	07:23	27°35'50,7	48°27'04,5	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x	x					
2660784	E3 - Sedimento	16	1	8	s	07:23			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x						
2660726	E3 - Água S	10	3	2	s	07:20			Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	23,1	590075	594308				

CONTROLE DE QUALIDADE EM CAMPO											
Código	PUNTO DE AMOSTRAGEM / IDENTIFICACION DA	Item	Nº de Frascos	Tipos de Amostras	Tipos de Coletas	HORA	Coordenadas			CAMPO	LABORATÓRIO

INFORMAÇÕES DE GARANTIA DE QUALIDADE					TIPO DE AMOSTRA:					
Água reagente: Proposta 1090/2017					1-Água Triada					6-Resíduo
Qualidade dos reagentes utilizados: HQ-ANE-171-Registro de Preparo de Soluções - Diversas					2-Água Bruta Superficial					7-Fuente
Métodos analíticos utilizados para os brancos: HQ-ANE-006-Proposta comercial					3-Água Bruta Profundidade					8-Sedimento
Métodos analíticos utilizados para as amostras: HQ-ANE-006-Proposta comercial					4-Água Subterânea					9-Solo
Armazenamento e preservação das amostras: HQ-POP-081-Recebimento cadastro armazenamento e descarte das amostras					5-Água de Reuso					10-Reagente
					11-Outros:					

PREENCHIMENTO OBRIGATORIO									
Coleta Composta?		Total de Horas:		Intervalo:		Temperatura Ambiente:		Chuva nas últimas 24 horas?	
						22,7		Yes () No	
USO EXCLUSIVO DO CLIENTE					USO EXCLUSIVO DO GRUPO OCEANUS				
Nome (Legível):					Recebido por:				
Ass:					Ass:				
Data:					Data:				
Hora:					Hora:				
Tel:					Temperatura de Recebimento: °C				
					EQUIPAMENTOS UTILIZADOS				
					TAG: MPM-044				
					TAG: RI-017				
					TAG:				

CENTRO DE BIOLOGIA EXPERIMENTAL OCEANUS LTDA.
CNPJ: 28.383.198 / 0001-59
TEL: 3293.7000

Recbido dia: 01/11/23
Laurina Nóbis *