

RELATÓRIO DE ENSAIO: 96626/2023 - A - 3.0 - E L
Proposta Comercial 4230/2022-25

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	
ID do Projeto: Não Informado	Referência Oceanus: 2339331
Matriz: Água Salobra	Data da amostragem: 17/05/2023 15:40
Data de emissão do R.E.: 24/06/2023	Data de recebimento: 18/05/2023
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: 05/06/2023
Final dos Ensaio: 07/06/2023

RASTREABILIDADE ANALÍTICA

DADOS DA AMOSTRA
Salinidade Integral por NaCl da amostra: 26 ppt
pH da amostra integral: 7,63
OD da amostra integral: 4 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: Utilização da amostra integral previamente homogeneizada.
Água de diluição: água marinha natural - Lote: 2023.34.TOX.D10
Temperatura da água: 24° °C
Temperatura mínima/máxima da sala de ensaio: 23°/25,3°
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: 0,1327 mg ZnSO ₄ /L (I.C.: 0,1253 a 0,1405 mg ZnSO ₄ /L).
Faixa da carta-controle de sensibilidade: 0,1328 mg ZnSO ₄ /L (I.C.: 0,1267 a 0,1388 mg ZnSO ₄ /L).

DADOS FÍSICO-QUÍMICOS DO ENSAIO												
Concentração (%)	pH		Salinidade (ppt)		O.D. (mg/L)		Temperatura (°C)		Nitrogênio Amoniacoal (mg/L)		Amônia não Ionizada (mg/L)	
	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final
Controle	7,58	7,95	35,0	36,0	6,2	5,19	24,0	24,0	0,035	0,002	0,0	0,0

0,781	7,66	7,98	35,0	35,0	4,17	4,8	-	-	-	-	-	-
50,0	7,58	8,19	31,0	31,0	4,5	4,56	24,0	24,0	0,023	0,013	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

Foi realizado um ensaio com as seguintes concentrações: 50; 25; 12,5; 6,25; 3,125; 1,56; 0,781 . 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 (2012). 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 (ABNT, 2012). 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. 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.

Concentração (%)	Réplica	Número final de organismos por réplica		Pluteus Normais (%)	Efeito (%)
		Pluteus Normais	Pluteus Anormais		
Controle	1	88,0	12,0	84,5	15,5
	2	83,0	17,0		
	3	82,0	18,0		
	4	85,0	15,0		
50	1	0,0	100,0	0,5	99,5
	2	1,0	99,0		
	3	0,0	100,0		
	4	1,0	99,0		
25	1	20,0	80,0	17,0	83,0
	2	17,0	83,0		
	3	15,0	85,0		
	4	16,0	84,0		
12,5	1	45,0	55,0	49,5	50,5
	2	52,0	48,0		
	3	53,0	47,0		
	4	48,0	52,0		
6,25	1	80,0	20,0	78,0	22,0
	2	75,0	25,0		
	3	78,0	22,0		
	4	79,0	21,0		
3,125	1	80,0	20,0	78,0	22,0
	2	79,0	21,0		
	3	78,0	22,0		
	4	75,0	25,0		

1,56	1	81,0	19,0	79,25	20,75
	2	82,0	18,0		
	3	78,0	22,0		
	4	76,0	24,0		
0,781	1	83,0	17,0	82,25	17,75
	2	81,0	19,0		
	3	85,0	15,0		
	4	80,0	20,0		

ANÁLISE ESTATÍSTICA

Analysis of Variance (One-Way)							
Descriptive Statistics							
Groups	Sample size	Sum	Mean	Variance			
0,781	4	329,0000	82,2500	4,9167			
1,56	4	317,0000	79,2500	7,5833			
3,125	4	312,0000	78,0000	4,6667			
6,25	4	312,0000	78,0000	4,6667			
12,5	4	198,0000	49,5000	13,6667			
25	4	68,0000	17,0000	4,6667			
50	4	2,0000	0,5000	0,3333			
Controle	4	338,0000	84,5000	7,0000			
Total	32		58,6250	985,0161			
ANOVA							
Source of Variation	d.f.	SS	MS	F	p-value	F crit	Omega Sqr.
Between Groups	7	30.393,0000	4.341,8571	731,2602	0,0000	5,2349	0,9938
Within Groups	24	142,5000	5,9375				
Total	31	30.535,5000					
Residual standard error	2,4367						
Hartley Fmax (d.f. = 8, 3)	41,0000						
Cochran C (d.f. = 8, 3)	0,2877						
Bartlett Chi-square (d.f. = 7)	6,7962	p-value	0,4504				
Comparisons among groups (Factor 1 - Factor #1)							
Tukey HSD							
Groups	Difference	Test Statistic	p-value	Significant			
0,781 vs Controle	-2,2500	1,8468	0,8879	No			
1,56 vs Controle	-5,2500	4,3091	0,0872	No			
3,125 vs Controle	-6,5000	5,3351	0,0179	No			
6,25 vs Controle	-6,5000	5,3351	0,0179	No			
12,5 vs Controle	-35,0000	28,7274	0,0001	Yes			
25 vs Controle	-67,5000	55,4028	0,0001	Yes			
50 vs Controle	-84,0000	68,9457	0,0001	Yes			

Log10[Dose (Stimulus)]	Actual Percent (%)	Probit Percent (%)	N	R	E(R)	Difference	Chi-square
-0,1073	0,1800	0,0752	100	18,0000	7,5164	10,4838	14,6222
0,1931	0,2100	0,1575	100	21,0000	15,7511	5,2489	1,7491
0,4949	0,2200	0,2846	100	22,0000	28,4578	-8,4578	1,4654
0,7959	0,2200	0,4464	100	22,0000	44,6363	-22,6363	11,4795
1,0969	0,5100	0,6178	100	51,0000	61,7753	-10,7753	1,8795
1,3979	0,8300	0,7685	100	83,0000	76,8533	6,1467	0,4916
1,6990	0,9975	0,8787	100	99,7500	87,8690	11,8810	1,8085

Alpha (significance level) 0,0010

Probit Analysis - Finney Method [Lognormal Distribution]

Chi-square	33,2939
Degrees of Freedom	5
p-value	0,0000

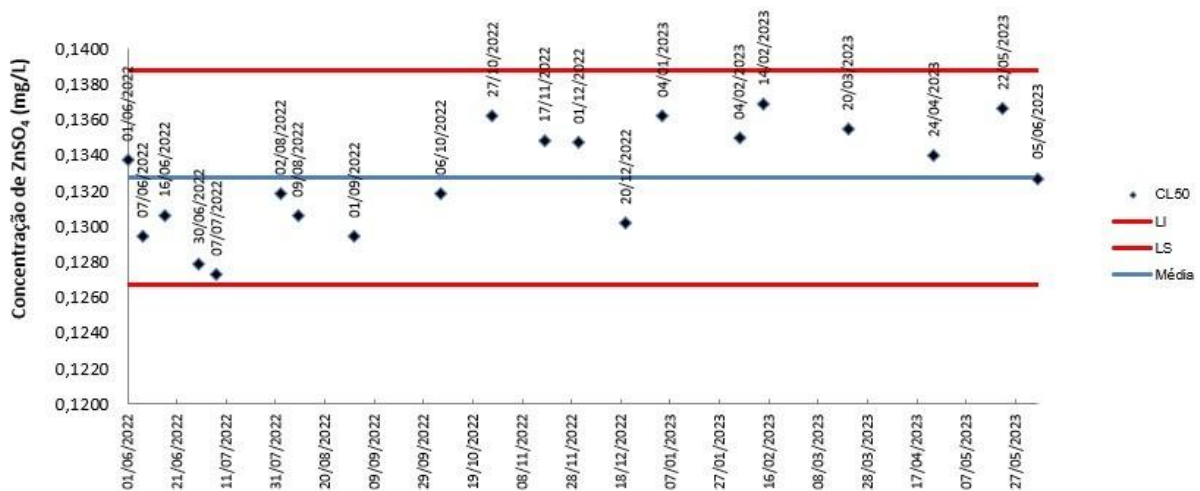
Percentile	Probit (Y)	Log10[Dose (Stimulus)]	Standard Error	Dose (Stimulus)	Standard Error	LCL	UCL
1	2,6732	-0,7229	0,6483	0,1893	0,3998	0,0004	0,8622
5	3,3548	-0,2507	0,4680	0,5815	0,7292	0,0070	1,7752
10	3,7183	0,0012	0,3756	1,0028	0,9794	0,0312	2,6664
16	4,0056	0,2003	0,3063	1,5859	1,2135	0,1001	3,7616
20	4,1585	0,3063	0,2718	2,0243	1,3510	0,1835	4,5816
25	4,3258	0,4222	0,2370	2,6434	1,5152	0,3497	5,7854
30	4,4760	0,5262	0,2097	3,3592	1,6855	0,6098	7,2999
40	4,7471	0,7141	0,1753	5,1768	2,1473	1,5223	12,1363
50	5,0000	0,8893	0,1692	7,7504	3,0966	3,0665	22,7352
60	5,2529	1,0646	0,1908	11,6034	5,2620	5,2434	50,1743
70	5,5240	1,2524	0,2359	17,8818	10,1987	8,1762	133,5519
75	5,6742	1,3565	0,2669	22,7237	14,8585	10,0979	237,9222
80	5,8415	1,4724	0,3044	29,6743	22,5412	12,5464	460,8505
84	5,9944	1,5784	0,3406	37,8768	32,8451	15,1274	853,3277
90	6,2817	1,7775	0,4119	59,9035	65,7225	21,0876	2.766,8622
95	6,6452	2,0293	0,5057	106,9830	154,7147	31,4160	12.522,6837
99	7,3268	2,5016	0,6872	317,3858	739,5960	64,2355	219.401,0219

Regression Statistics	
LD50	7,7504 LD50 Standard Error 3,0966
LD50 LCL	3,0665 LD50 UCL 22,7352
Log10[LD50]	0,8893 Standard Error 0,1692
Beta	1,4432 Intercept 3,7165
Beta Standard Error	0,3516

CONTROLE DE QUALIDADE ANALÍTICO

Carta Controle de Sensibilidade ao ZnSO₄

Echinometra lucunter



RESULTADOS ANALÍTICOS DA AMOSTRA

Parâmetros	Unidade	Resultados
CENO(I)	%	6,25
CEO(I)	%	12,5
VC	%	8,84
CL ₅₀ (I)	%	7,7504 (3,0665 - 22,7352)

Legenda:

*Provedor Externo

USEPA = United States Environment Protection Agency

ID = Identificação

LCS = Laboratory Control Sample

LD = Limite de Detecção

LQ = Limite de Quantificação

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: 5f86c1b4c8c8d08d22fe9f99c6c43bca

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 22618/2023. 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

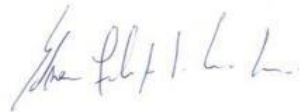
Toxicidade Crônica - *Echinometra lucunter*. ABNT NBR 15469 / ABNT NBR 15350

RESPONSÁVEIS

Relatório emitido por: Milena de Melo Cardoso

Relatório revisado por: Fabiana Vasconcelos

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: 96626/2023-3.0

Cliente: COMPANHIA CATARINENSE DE AGUAS E SANEAMENTO CASAN	
Data de recebimento: 18/05/2023	
Código: 2339331	Identificação da Amostra: D5 - 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-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: Teresa Barbara
--

Oceanus Centro de Biologia Experimental										PLANO DE AMOSTRAGEM CADEIA DE CUSTÓDIA										PRAZO <input type="checkbox"/> RUSH <input checked="" type="checkbox"/> NORMAL		GRUPO: 92618		PROPOSTA Nº: 4230/2022		DATA DA AMOSTRAGEM 17/05/23																							
DADOS DO PROJETO										RESPONSÁVEIS PELA AMOSTRAGEM										CAMPO										PARAMETROS										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: Gisele Kimecka Coletores: Everaldo Taube Transportador: Oceanus Placa Veículo:										Condutividade Unidade Oxigênio Dissolvido (mg/L) pH Salinidade (PSU) Temperatura água (°C)										Fluxometro Letura Inicial Letura Final										Matéria orgânica P e N Bactérias Fitoplâncton Fito zooplâncton Ecoss. e Fitoplâncton Fitoplâncton (Diatóceas, Coccolithophores e Dinoflagelatas) Ecotoxicidade									
INFORMAÇÕES DA AMOSTRA					INFORMAÇÕES DE CAMPO																																												
Código	PONTO DE AMOSTRAGEM / IDENTIFICAÇÃO DA	Item	Nº de Frascos	Tempo de Amostragem	Tempo de Coleta	HORA	Coordenadas																																										
2339407	D5 - Sedimento	16	3	8	S	15:43																																											
2339408	D5 - Sedimento	16	1	8	S	15:43																																											
2339409	D5 - Sedimento	16	1	8	S	15:43																																											
2339329	D5 - Água S	6	11	2	S	15:40	27°36'29,5	48°26'35,4																																									
2339330	D5 - Água S	6	1	2	S	15:40																																											
2339331	D5 - Água S	6	3	2	S	15:40																																											
2339404	E1 - Sedimento	16	2	8	S	15:37	27°36'29,5	48°26'35,4																																									
2339405	E1 - Sedimento	16	1	8	S	15:31	27°36'20,5	48°27'45,7																																									
2339406	E1 - Sedimento	16	1	8	S	15:33																																											
2339308	E1 - Água S	2	11	2	S	15:28																																											
2339380	E2 - Sedimento	16	3	8	S	15:36																																											
2339381	E2 - Sedimento	16	1	8	S	15:36																																											
2339382	E2 - Sedimento	16	1	8	S	15:36																																											
2339314	E2 - Água S	4	12	2	S	15:30	27°35'02,8	48°27'33,7																																									
2339315	E2 - Água F	4	9	3	S	15:33																																											
2339395	E3 - Sedimento	16	3	8	S	07:13																																											
2339396	E3 - Sedimento	16	1	8	S	07:13																																											
2339397	E3 - Sedimento	16	1	8	S	07:13	27°35'50,7	48°27'04,5																																									
2339343	E3 - Água S	10	3	2	S	07:10																																											
Código PONTO DE AMOSTRAGEM / IDENTIFICAÇÃO DA Item Nº de Frascos Tipo da Amostra Tipo de Coleta HORA Coordenadas										CAMPO										LABORATÓRIO																													
INFORMAÇÕES DE GARANTIA DE QUALIDADE										TIPO DE AMOSTRA:										OBSERVAÇÕES																													
Água reagente: Proposta 1060/2017 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-Recbimento cadastro armazenamento e descarte das amostras										1-Agua Total 2-Agua Bruta Superficial 3-Agua Bruta Profundidade 4-Agua Subterrânea 5-Agua de Reuso 11- Outros										6-Resíduo 7-Efluente 8-Sedimento 9-Solo 10-Reagente																													
Coleta Composta? Total de Horas: Intervalo:										Temperatura Ambiente: 16°C										Chuva nas últimas 24 horas? () Sim (X) Não																													
USO EXCLUSIVO DO CLIENTE										USO EXCLUSIVO DO GRUPO OCEANUS										EQUIPAMENTOS UTILIZADOS																													
Nome (Legível):										Recebido por:										TAG: MPM-018																													
Ass: A										Ass: A										TAG: MPM-018																													
Data: 18/05										Data: 18/05										TAG: MPM-018																													
Hora: 08:30										Hora: 08:30										TAG: MPM-018																													
Tel:										Temperatura de Recebimento: 17,3°C										TAG: MPM-018																													

