

RELATÓRIO DE ENSAIO: 166983/2023 - 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: Z0 - ÁGUA S	
ID do Projeto: Não Informado	Referência Oceanus: 2522527
Matriz: Água Salobra	Data da amostragem: 15/08/2023 15:15
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: 18 ppt
pH da amostra integral: 7,36
OD da amostra integral: 6,58 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	7,4	7,6	35,0	36,0	6,6	5,7	-	-	-	-	-	-
100,0	7,36	7,57	18,0	20,0	6,58	5,56	24,1	25,0	0,92	1,03	0,01	0,02

Nota: Valores de amônia não-ionizada acima do limite de 0,11mg/L podem causar efeitos tóxicos sobre o desenvolvimento embriolar 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	1,0	99,0	4,25	95,75
	2	7,0	93,0		
	3	6,0	94,0		
	4	3,0	97,0		
25	1	27,0	73,0	22,5	77,5
	2	23,0	77,0		
	3	18,0	82,0		
	4	22,0	78,0		
12,5	1	28,0	72,0	31,5	68,5
	2	36,0	64,0		
	3	35,0	65,0		
	4	27,0	73,0		
6,25	1	48,0	52,0	45,0	55,0
	2	45,0	55,0		
	3	48,0	52,0		
	4	39,0	61,0		
3,125	1	54,0	46,0	52,75	47,25

	2	50,0	50,0		
	3	52,0	48,0		
	4	55,0	45,0		
1,56	1	70,0	30,0	73,5	26,5
	2	75,0	25,0		
	3	76,0	24,0		
	4	73,0	27,0		

ANÁLISE ESTATÍSTICA

Analysis of Variance (One-Way)

Descriptive Statistics

Groups	Sample size	Sum	Mean	Variance
1,56	4	294,0000	73,5000	7,0000
3,125	4	211,0000	52,7500	4,9167
6,25	4	180,0000	45,0000	18,0000
12,5	4	126,0000	31,5000	21,6667
25	4	90,0000	22,5000	13,6667
50	4	17,0000	4,2500	7,5833
100	4	0,0000	0,0000	0,0000
Controle	4	336,0000	84,0000	8,6667
Total	32		39,1875	846,2218

ANOVA

Source of Variation	d.f.	SS	MS	F	p-value	F crit	Omega Sqr.
Between Groups	7	25.988,3750	3.712,6250	364,4294	0,0000	5,2349	0,9876
Within Groups	24	244,5000	10,1875				
Total	31	26.232,8750					

Residual standard error	3,1918						
Hartley Fmax (d.f. = 8, 3)	#N/A						
Cochran C (d.f. = 8, 3)	0,2658						
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	-10,5000	6,5794	0,0022	No
3,125 vs Controle	-31,2500	19,5815	0,0001	Yes
6,25 vs Controle	-39,0000	24,4377	0,0001	Yes
12,5 vs Controle	-52,5000	32,8969	0,0001	Yes
25 vs Controle	-61,5000	38,5364	0,0001	Yes
50 vs Controle	-79,7500	49,9720	0,0001	Yes
100 vs Controle	-84,0000	52,6351	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	0,2700	0,2582	100	27,0000	25,8154	1,1846	0,0544
0,4949	0,4700	0,4109	100	47,0000	41,0919	5,9081	0,8494
0,7959	0,5500	0,5784	100	55,0000	57,8363	-2,8363	0,1391
1,0969	0,6900	0,7326	100	69,0000	73,2568	-4,2568	0,2474
1,3979	0,7800	0,8516	100	78,0000	85,1638	-7,1638	0,6026
1,6990	0,9600	0,9287	100	96,0000	92,8727	3,1273	0,1053
2,0000	0,9975	0,9706	100	99,7500	97,0572	2,6928	0,0747

Chi-square

Chi-square	2,0729
Degrees of Freedom	5
p-value	0,8390

Dose (Stimulus) Percentile #1

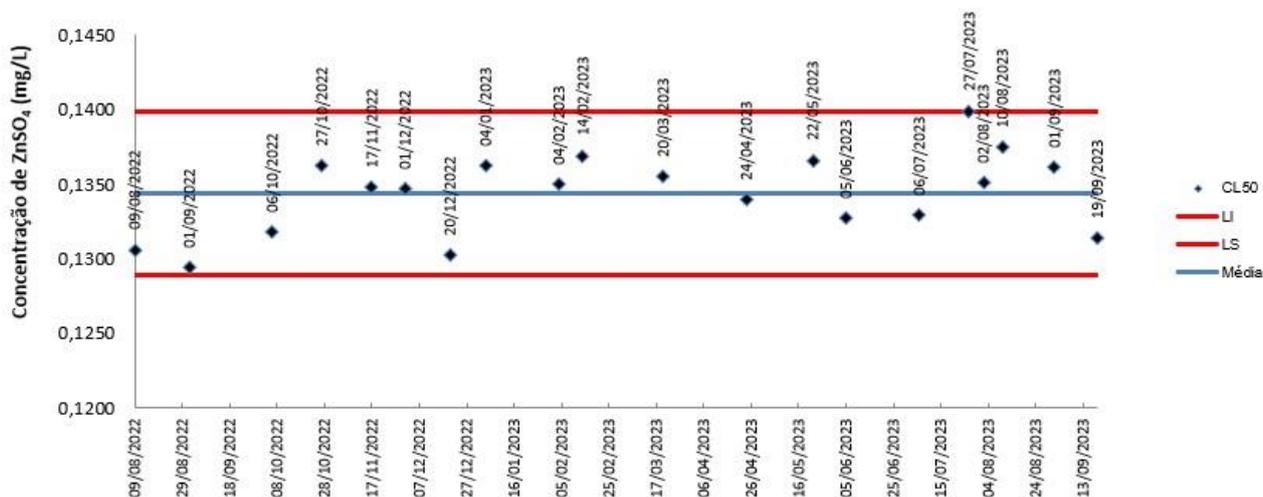
Percentile	Probit (Y)	Log10[Dose (Stimulus)]	Standard Error	Dose (Stimulus)	Standard Error	LCL	UCL
1	2,6732	-1,0012	0,2468	0,0997	0,0598	0,0153	0,2836
5	3,3548	-0,5160	0,1886	0,3048	0,1366	0,0732	0,6828
10	3,7183	-0,2572	0,1584	0,5530	0,2062	0,1681	1,0962
16	4,0056	-0,0527	0,1352	0,8857	0,2802	0,3228	1,6004
20	4,1585	0,0562	0,1233	1,1380	0,3274	0,4559	1,9623
25	4,3258	0,1752	0,1107	1,4970	0,3857	0,6631	2,4589
30	4,4760	0,2821	0,0999	1,9149	0,4445	0,9253	3,0208
40	4,7471	0,4751	0,0825	2,9860	0,5705	1,6687	4,4311
50	5,0000	0,6551	0,0699	4,5200	0,7308	2,8302	6,4761
60	5,2529	0,8352	0,0632	6,8421	0,9988	4,6373	9,7972
70	5,5240	1,0281	0,0645	10,6696	1,5903	7,4838	16,0598
75	5,6742	1,1351	0,0690	13,6477	2,1763	9,5426	21,5913
80	5,8415	1,2541	0,0764	17,9526	3,1761	12,3255	30,4687
84	5,9944	1,3630	0,0850	23,0682	4,5443	15,4162	42,1792
90	6,2817	1,5675	0,1041	36,9429	8,9382	23,0601	79,0721
95	6,6452	1,8263	0,1314	67,0306	20,5972	37,6524	178,4965
99	7,3268	2,3114	0,1871	204,8548	91,0330	91,9867	843,3840

Regression Statistics

LD50	4,5200	LD50 Standard Error	0,7308
LD50 LCL	2,8302	LD50 UCL	6,4761
Log10[LD50]	0,6551	Standard Error	0,0699
Beta	1,4048	Intercept	4,0797
Beta Standard Error	0,1608		

CONTROLE DE QUALIDADE ANALÍTICO

Carta Controle de Sensibilidade ao ZnSO₄
Echinomtra lucunter



RESULTADOS ANALÍTICOS DA AMOSTRA

Parâmetros	Unidade	Resultados
CENO(I)	%	1,56
CEO(I)	%	3,125
VC	%	2,21
CL ₅₀ (I)	%	4,52 (2,8302 - 6,4761)

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: f507ab9d9916bd8a28b24b17fbbcafeb

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: 166983/2023-3.0

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 38162/2023. Procedimento HQ-POP-081 (Coleta, Preservação, Transporte, Armazenamento e Recebimento de Amostras).

Prazo de Retenção da(s) amostras(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: 166983/2023-3.0

Cliente: COMPANHIA CATARINENSE DE AGUAS E SANEAMENTO CASAN	
Data de recebimento: 16/08/2023	
Código: 2522527	Identificação da Amostra: Z0 - 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?	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: Thalles Barreto

Oceanus Centro de Biologia Experimental										PLANO DE AMOSTRAGEM CADEIA DE CUSTÓDIA										PRAZO <input type="checkbox"/> RUSH <input checked="" type="checkbox"/> NORMAL		GRUPO: 3816212023		PROPOSTA Nº 4230/2022		DATA DA AMOSTRAGEM 15/08/23													
DADOS DO PROJETO										RESPONSÁVEIS PELA AMOSTRAGEM										PARAMETROS																			
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 Kimecki Coletores: Everaldo Taube Transportador: Oceanus Placa Veículo:										CAMPO Constituinte Unidade Origem Dissolvido (mg/L) pH Salinidade (PSU) Temperatura água (°C) Fluxometro Letura Inicial Letura Final										LABORATORIO Matéria orgânica, P e N Bactérias Dinoflagelata Fitoplâncton Ecolife e Entomozoa NTº 1403 (NDP - Plano Operacional de Qualidade e Ecotoxicidade)									
INFORMAÇÕES DA AMOSTRA					INFORMAÇÕES DE CAMPO																																		
Código	Item	Nº de Frascos	Tipo da Amostra	Tipo de Coleta	HORA	Coordenadas	Constituinte	Unidade	Origem Dissolvido (mg/L)	pH	Salinidade (PSU)	Temperatura água (°C)	Letura Inicial	Letura Final	Matéria orgânica, P e N	Bactérias	Dinoflagelata	Fitoplâncton	Ecolife e Entomozoa	NTº 1403 (NDP - Plano Operacional de Qualidade e Ecotoxicidade)																			
2522642	Z0 - Sedimento	18	3	8	S	15:18	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	x	x	x																						
2522643	Z0 - Sedimento	18	1	8	S	15:18	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522644	Z0 - Sedimento	18	1	8	S	15:18	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522645	Z0 - Sedimento	18	1	8	S	15:18	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522646	Z0 - Sedimento	18	3	8	S	15:18	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522525	Z0 - Água S	6	11	2	S	15:15	50,37	µg/L	6,80	8,33	33,1	19,3	496784	49727				x	x	x																			
2522526	Z0 - Água S	6	1	2	S	15:15	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522527	Z0 - Água S	6	3	2	S	15:15	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522554	A2 - Sedimento	13	2	8	S	15:08	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522555	A2 - Sedimento	13	1	8	S	15:08	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522556	A2 - Sedimento	13	1	8	S	15:08	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522504	A2 - Água S	1	3	2	S	15:05	50,48	µg/L	6,75	8,37	33,2	19,1	496643	496984																									
2522563	A4 - Sedimento	14	2	8	S	15:28	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522564	A4 - Sedimento	14	1	8	S	15:28	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522565	A4 - Sedimento	14	1	8	S	15:28	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522502	A4 - Água S	1	3	2	S	15:25	50,20	µg/L	6,85	8,39	32,9	19,4	497273	497454																									
2522557	B1 - Sedimento	14	2	8	S	14:31	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522558	B1 - Sedimento	14	1	8	S	14:31	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522559	B1 - Sedimento	14	1	8	S	14:31	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não	Não																									
2522501	B1 - Água S	1	3	2	S	14:28	50,59	µg/L	6,70	8,37	33,2	18,9	494731	495303																									
CONTROLE DE QUALIDADE EM CAMPO																																							
Código	Item	Nº de Frascos	Tipo da Amostra	Tipo de Coleta	HORA	Coordenadas	CAMPO																																
INFORMAÇÕES DE GARANTIA DE QUALIDADE										TIPO DE AMOSTRA:											OBSERVAÇÕES																		
Água reagente: 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-Recebimento cadastro armazenamento e descarte das amostras										1-Agua Tratada 2-Agua Bruta Superficial 3-Agua Bruta Profundidade 4-Agua Subterrânea 5-Agua de Reuso 6-Curoso											6-Resíduo 7-Efluente 8-Sedimento 9-Solo 10-Resgente 11-Curoso	Recebido dia: 16/08/23 VSD																	
PREENCHIMENTO OBRIGATORIO										USO EXCLUSIVO DO GRUPO OCEANUS											EQUIPAMENTOS UTILIZADOS																		
Coleta Composta? Total de Horas: Intervalo:										Temperatura Ambiente: Chuva nas últimas 24 horas? <input checked="" type="checkbox"/> JS											TAG: MPN-018 TAG: TAG:																		
Nome (Legível): Ass:										Recebido por: Ass: Data: 16/08 Hora: 09:30											TAG:																		
Data: Hora: Tel:										Temperatura de Recebimento: 45 °C											TAG:																		