

## Ensaio Ecotoxicológico com *Lytechinus variegatus*

### DADOS DO CONTRATANTE

Empresa:	PETRÓLEO BRASILEIRO S.A.
Endereço:	Avenida Horácio Macedo, nº 950, Cidade Universitária. Rio de Janeiro/RJ
Identificação do Laudo:	680/2012

### MÉTODOS UTILIZADOS

Ensaio de ecotoxicidade	<b>NORMA ABNT – NBR 15350</b> Método de ensaio com ouriço-do-mar (Echinodermata: Echinoidea)/2012
Preservação e preparo de amostras	<b>NORMA ABNT NBR 15469</b> – Ecotoxicologia Aquática preservação e preparo de amostras/2007.
Análise Estatística	<b>USEPA</b> – Short Term methods for estimating the acute toxicity of effluents and receiving waters to freshwater and marine organisms. 5Th Edition. EPA-821-R02-012. <b>USEPA</b> – Short term methods for estimating the chronic toxicity of effluents and receiving waters to freshwater and marine organisms. 5Th Edition. EPA-821-R02-013.
Programa Estatístico	ICP <sup>IN</sup> e TOXSTAT 3.5
Método Estatístico	Interpolação linear, Wilcoxon's Rank Sum e ANOVA Bonferroni t-Test

### RESPONSABILIDADE TÉCNICA

	Nome	CRBio	Assinatura
Responsável pela Emissão do laudo	Ericka Broetto Marin	71.723/02	<i>Ericka Broetto Marin</i>
Responsável pela Revisão do laudo	Kátia Regina Chagas	65.888/02	<i>Kátia Regina Chagas</i>
<b>Responsável Técnico: Dr<sup>a</sup> Tatiana Heid Furley</b> CRBio: 15.386/02			



## INFORMAÇÕES

- Os ensaios foram realizados no Laboratório de Ecotoxicologia Aquática da APLYSIA, localizado à Rua Júlia Lacourt Penna, 335, Jardim Camburi – Vitória – ES.
- As análises foram realizadas em conformidade com a NBR ISO 17025, de acordo com o sistema de gestão da qualidade da APLYSIA Tecnologia para o Meio Ambiente;
- Os resultados referem-se única e exclusivamente a amostra testada e este documento só deve ser reproduzido por completo;
- A incerteza de medição dos ensaios ecotoxicológicos não é calculada, pois os métodos para execução dos ensaios não fazem menção de expressão da incerteza e dos possíveis componentes desta. Em substituição, o controle do coeficiente de variação dos valores de sensibilidade para cada carta controle de organismo teste é realizado. Foi estabelecido um coeficiente de variação máximo da carta controle de 30%;
- Na realização de ensaios ecotoxicológicos, os termos Limites de Quantificação Praticáveis pelo laboratório, Valores Máximos Permitidos e Limite de Detecção do Método, não são aplicáveis.
- As amostras foram guardadas em temperatura ambiente (conforme cadeia de custódia anexada aos laudos) e mantidas em local fresco, sob o abrigo da luz.
- As análises químicas foram realizadas pelo laboratório Analytical Solutions Ltda, localizada no endereço Alameda África, 685, Galpão 01 Pólo Industrial de Tamboré - Santana de Parnaíba, SP, CEP 06543-306, os respectivos laudos seguem em anexo.



## RESUMO DOS REQUISITOS PARA REALIZAÇÃO DO ENSAIO COM *L. variegatus*

REQUISITOS	<i>L. variegatus</i>
Tipo de ensaio	Crônico
Ensaio	Estático
Duração do ensaio	24 horas
Temperatura	25° ± 1
Idade do organismo-teste	Ovos com no máximo 30 minutos após a confirmação de 80% de fecundação
Água de diluição	Água do mar natural
Salinidade	35
Luz	900 a 1200 lux
Fotoperíodo	12 horas de luz
Aeração	Não
Recipiente-teste	15 mL
Número de soluções-teste	Cinco
Volume da solução-teste por réplica	10 mL
Número de réplicas por solução-teste	Quatro
Número de organismos-teste por mililitro	30
Efeito observado	Retardo ou anormalidade no desenvolvimento embriolarval
Validade do ensaio	Mínimo de 80% de larvas pluteus normais no controle

## IDENTIFICAÇÃO DA(S) AMOSTRA(S)

CLIENTE	APLYSIA
P003 – Let 4201	00667/2012



## DADOS REFERENTES À(S) AMOSTRA(S)

Identificação	Data de coleta	Hora da Coleta	Data de entrada no Lab	Matriz	Volume amostrado
00667/2012	29/06/2012	09h00min	24/07/2012	OT	1 L

Responsável pela coleta das amostras: CONTRATANTE  
Determinação dos pontos de coleta por: CONTRATANTE

Para a realização dos ensaios ecotoxicológicos com as amostras, foram preparadas: **(a)** fração solúvel em água (FSA) e **(b)** fração dispersa em água (FDA). O preparo dessas frações seguiram as recomendações apresentadas na norma **ABNT NBR 15469:2007 (Ecotoxicologia Aquática preservação e preparo de amostras)**.

### Metodologia de preparo das amostras:

**(a)** fração solúvel em água (FSA) – em um recipiente de vidro foi adicionado um volume na proporção de uma parte de amostra para nove partes de água de diluição (1:9). O recipiente foi fechado, em seguida colocado em agitador magnético e ajustada a velocidade de agitação de forma que o vórtex formado não ultrapasse 25% da altura da coluna de líquido. O recipiente foi mantido ao abrigo da luz e em agitação por 20 horas. Após o término da agitação foi deixado em repouso por 1 hora. Em seguida foi drenada somente a fase aquosa. O extrato recolhido foi mantido sob agitação lenta, no agitador magnético, durante a retirada das alíquotas necessárias ao ensaio ecotoxicológico.

**(b)** fração dispersa em água (FDA) – a amostra foi preparada avolumando-se 4,0 mL de óleo para 4.000 mL, com água do mar. Esta mistura foi agitada em homogeneizador elétrico por 5 segundos a uma velocidade de 13.000 rpm obtendo-se um extrato de óleo em água de 1.000 mg/L, que corresponde a 100% da FDA. O extrato foi utilizado como solução estoque para o preparo das seguintes soluções-teste: 62,5; 125; 250; 500 e 1.000 mg/L de óleo.



**RESULTADOS DO(S) ENSAIO(S) COM *Lytechinus variegatus***

Amostra	CENO %	CEO %	VC %	Clp50% (24h)	Data do início do ensaio	Hora do início do ensaio	Data do final do ensaio
00667/2012 – FSA	6,25	12,5	8,83	97,32	30/10/2012	13h40min	31/10/2012

Amostra	CENO mg/L	CEO mg/L	VC mg/L	Clp mg/L (24h)	Data do início do ensaio	Hora do início do ensaio	Data do final do ensaio
00667/2012 – FDA	250	500	353,5	NC	30/10/2012	13h40min	31/10/2012

**CENO:** Maior concentração real da amostra que não causa efeito deletério estatisticamente significativo no desenvolvimento embriolarval dos organismos, nas condições de ensaio;

**CEO:** Menor concentração real da amostra que causa efeito deletério estatisticamente significativo no desenvolvimento embriolarval dos organismos, nas condições de ensaio;

**VC (Valor Crônico):** Média geométrica da CENO e CEO;

**Clp50 (24h):** concentração da amostra que causa efeito a 50% dos organismos em 24 horas de exposição, nas condições de ensaio;

**NC:** Não calculável.



## SENSIBILIDADE DOS ORGANISMOS-TESTE AO Zn<sup>2+</sup>

Data final do ensaio 31/10/2012

**Resultado - CE(I)50%(24h)  
e Intervalo de Confiança**

0,1849 mg/L (0,1836 mg/L – 0,1862 mg/L)

**Intervalo de sensibilidade  
esperado CE(I)50%**

0,12 mg/L – 0,21 mg/L

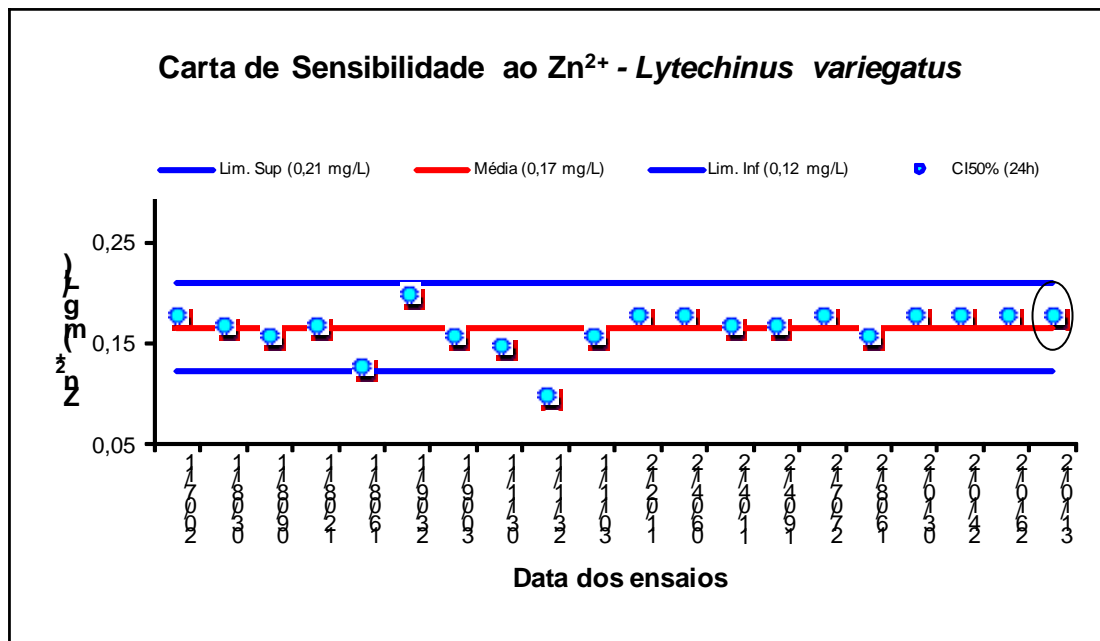


Figura 1: Carta controle de sensibilidade do organismo-teste ao zinco.

## CONCLUSÃO

As amostras 00667/2012 – FSA e 00667/2012 – FDA apresentaram ecotoxicidade crônica para o ouriço-do-mar *Lytechinus variegatus* nas condições de ensaio.



## DADOS BRUTOS DO(S) ENSAIO(S)

**Número de larvas normais, obtido no controle e no(s) ensaio(s) de sensibilidade.**

Controle												
	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9	R10	Média	D. Padrão
<b>Controle</b>	92	90	95	96	96	92	90	95	96	95	93,25	2,75

Sensibilidade						
Conc. (mg/L)	R1	R2	R3	R4	Média	D. Padrão
<b>0,03</b>	94	95	93	94	94,00	0,82
<b>0,06</b>	92	93	95	92	93,00	1,41
<b>0,12</b>	90	91	89	90	90,00	0,82
<b>0,25</b>	3	4	5	6	4,50	1,29
<b>0,50</b>	0	0	0	0	0,00	0,00

**Número de larvas normais, obtido no controle e nos ensaios com amostras.**

Controle												
	R1	R2	R3	R4	R5	R6	R7	R8	R9	R10	Média	D. Padrão
<b>Controle</b>	96	93	94	95	95	94	97	96	95	94	94,90	1,20

00667/2012 FSA						
Conc.(%)	R1	R2	R3	R4	Média	D. Padrão
<b>6,25</b>	96	95	94	96	95,25	0,96
<b>12,50</b>	93	92	94	90	92,25	1,71
<b>25,00</b>	91	89	90	89	89,75	0,96
<b>50,00</b>	75	72	79	70	74,00	3,92
<b>100,00</b>	52	44	50	38	46,00	6,32

00667/2012 FDA						
Conc.(mg/L)	R1	R2	R3	R4	Média	D. Padrão
<b>62,5</b>	96	97	96	96	96,25	0,50
<b>125,0</b>	95	96	94	97	95,50	1,29
<b>250,0</b>	93	95	92	93	93,25	1,26
<b>500,0</b>	90	92	90	88	90,00	1,63
<b>1000,0</b>	87	83	86	82	84,50	2,38



**Variáveis físicas e químicas obtidas no(s) ensaio(s) de sensibilidade.**

<b>CONTROLE</b>						
	<b>Salinidade</b>		<b>OD (mg/L)</b>		<b>pH</b>	
	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>
Controle	35	36	7,20	7,30	7,94	7,11

<b>Sensibilidade</b>						
<b>Conc. (mg/L)</b>	<b>Salinidade</b>		<b>OD (mg/L)</b>		<b>pH</b>	
	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>
0,03	35	36	7,40	7,60	7,98	7,45
0,06	35	36	7,40	7,70	8,00	7,51
0,12	35	35	7,40	7,80	8,01	7,58
0,25	35	35	7,50	7,80	8,01	7,58
0,50	35	35	7,50	7,80	8,02	7,62

**Medição dos parâmetros:** as variáveis salinidade, OD, e pH devem ser registrados no início e ao final do ensaio no controle e em todas as concentrações da amostra testada.

**Variáveis físicas e químicas obtidas no(s) ensaio(s) com amostras**

<b>Controle Azul 35</b>						
	<b>Salinidade</b>		<b>OD (mg/L)</b>		<b>pH</b>	
	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>
	35	35	7,0	6,8	7,79	7,86

<b>00667/2012 FSA</b>						
<b>Conc. (%)</b>	<b>Salinidade</b>		<b>OD (mg/L)</b>		<b>pH</b>	
	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>
6,25	35	36	7,9	8,0	7,91	7,46
12,50	35	36	7,9	7,8	7,92	7,43
25,00	35	36	7,9	8,0	7,91	7,37
50,00	35	36	8,0	7,7	7,92	7,32
100,00	35	36	8,1	7,8	7,92	7,45

<b>00667/2012 FDA</b>						
<b>Conc. (mg/L)</b>	<b>Salinidade</b>		<b>OD (mg/L)</b>		<b>pH</b>	
	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>	<b>Inicial</b>	<b>Final</b>
62,5	35	36	7,0	6,8	7,89	7,92
125,0	35	36	6,9	6,7	7,92	7,94
250,0	35	36	6,8	6,5	7,92	7,95
500,0	35	36	6,7	6,4	7,94	7,95
1000,0	35	36	6,6	6,3	7,94	7,96

**Medição dos parâmetros:** as variáveis salinidade, OD, e pH devem ser registrados no início e ao final do ensaio no controle e em todas as concentrações da amostra testada.





## RESULTADOS ANALÍTICOS

### Amostra 00667/2012 FSA

Análises	Parâmetros	Unidade	LD	LQ	Resultados
<b>BTEX</b>	Benzeno	(µg/L)	0,1	1,0	1978,0
	Etilbenzeno	(µg/L)	0,1	1,0	130,2
	m,p-Xilenos	(µg/L)	0,1	1,0	500,1
	o-Xileno	(µg/L)	0,1	1,0	243,5
	Tolueno	(µg/L)	0,1	1,0	1968,5
<b>HPAs</b>	Acenafteno	(µg/L)	0,008	0,010	0,084
	Acenaftileno	(µg/L)	0,008	0,010	0,064
	Antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	0,040
	Benzo[a]antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Benzo[a]pireno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Benzo[b]fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Benzo[ghi]perileno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Benzo[k]fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Criseno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Dibenzo[a,h]antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Fenantreno	(µg/L)	0,08	0,10	0,64
	Fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Fluoreno	(µg/L)	0,008	0,010	0,374
	Indeno[1,2,3-cd]pireno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Naftaleno	(µg/L)	0,08	0,10	7,96
	Pireno	(µg/L)	0,008	0,010	0,023

Legenda: LD- limite de detecção; LQ- limite de quantificação; ND- não detectável.



**Amostra 00667/2012 FSA**

<b>Análises</b>	<b>Parâmetros</b>	<b>Unidade</b>	<b>LD</b>	<b>LQ</b>	<b>Resultados</b>
	nC10	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC11	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC12	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC13	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC14	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC15	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC16	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC17	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC18	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC19	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC20	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC21	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC22	(µg/L)	0,10	1,00	ND
<b>Alcanos</b>	nC23	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC24	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC25	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC26	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC27	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC28	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC29	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC30	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC31	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC32	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC33	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC34	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC35	(µg/L)	0,10	1,00	ND
	nC36	(µg/L)	0,10	1,00	ND
<b>n-alcános</b>	-	(µg/L)	-	-	ND
<b>HTP</b>	-	(µg/L)	-	-	707,8
<b>HRP</b>	-	(µg/L)	-	-	239,8
<b>MCNR</b>	-	(µg/L)	-	-	467,9

Legenda: ND - não detectável; HTP – Hidrocarbonetos Totais do Petróleo; HRP – Hidrocarbonetos Resolvidos do Petróleo; MCNR – Mistura Complexa Não Resolvida.



**Amostra 00667/2012 FDA**

Análises	Parâmetros	Unidade	LD	LQ	Resultados
<b>BTEX</b>	Benzeno	(µg/L)	0,1	1,0	140,6
	Etilbenzeno	(µg/L)	0,1	1,0	30,5
	m,p-Xilenos	(µg/L)	0,1	1,0	111,3
	o-Xileno	(µg/L)	0,1	1,0	53,5
	Tolueno	(µg/L)	0,1	1,0	245,6
<b>HPAs</b>	Acenafteno	(µg/L)	0,008	0,010	0,125
	Acenaftileno	(µg/L)	0,008	0,010	0,076
	Antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	0,041
	Benzo[a]antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	0,010
	Benzo[a]pireno	(µg/L)	0,008	0,010	0,010
	Benzo[b]fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Benzo[ghi]perileno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Benzo[k]fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Criseno	(µg/L)	0,008	0,010	0,074
	Dibenzo[a,h]antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Fenantreno	(µg/L)	0,08	0,10	1,11
	Fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	0,016
	Fluoreno	(µg/L)	0,008	0,010	0,477
	Indeno[1,2,3-cd]pireno	(µg/L)	0,008	0,010	ND
	Naftaleno	(µg/L)	0,08	0,10	4,52
Pireno	(µg/L)	0,008	0,010	0,087	

Legenda: LD- limite de detecção; LQ- limite de quantificação; ND- não detectável.



**Amostra 00667/2012 FDA**

Análises	Parâmetros	Unidade	LD	LQ	Resultados	
<b>Alcanos</b>	nC10	(µg/L)	0,10	1,00	ND	
	nC11	(µg/L)	0,10	1,00	3,8	
	nC12	(µg/L)	0,10	1,00	7,5	
	nC13	(µg/L)	0,10	1,00	11,2	
	nC14	(µg/L)	0,10	1,00	16,6	
	nC15	(µg/L)	0,10	1,00	18,1	
	nC16	(µg/L)	0,10	1,00	12,0	
	nC17	(µg/L)	0,10	1,00	12,2	
	nC18	(µg/L)	0,10	1,00	7,8	
	nC19	(µg/L)	0,10	1,00	7,3	
	nC20	(µg/L)	0,10	1,00	6,5	
	nC21	(µg/L)	0,10	1,00	5,2	
	nC22	(µg/L)	0,10	1,00	5,0	
	nC23	(µg/L)	0,10	1,00	5,0	
	nC24	(µg/L)	0,10	1,00	4,5	
	nC25	(µg/L)	0,10	1,00	5,1	
	nC26	(µg/L)	0,10	1,00	5,0	
	nC27	(µg/L)	0,10	1,00	4,7	
	nC28	(µg/L)	0,10	1,00	3,9	
	nC29	(µg/L)	0,10	1,00	3,4	
	nC30	(µg/L)	0,10	1,00	2,7	
	nC31	(µg/L)	0,10	1,00	2,2	
	nC32	(µg/L)	0,10	1,00	1,9	
	nC33	(µg/L)	0,10	1,00	1,1	
	nC34	(µg/L)	0,10	1,00	1,0	
	nC35	(µg/L)	0,10	1,00	1,1	
	nC36	(µg/L)	0,10	1,00	8,5	
	<b>n-alcenos</b>	-	(µg/L)	-	-	163,3
	<b>HTP</b>	-	(µg/L)	-	-	1081,2
	<b>HRP</b>	-	(µg/L)	-	-	355,6
	<b>MCNR</b>	-	(µg/L)	-	-	725,5

Legenda: ND- não detectável; HTP – Hidrocarbonetos Totais do Petróleo; HRP – Hidrocarbonetos Resolvidos do Petróleo; MCNR – Mistura Complexa Não Resolvida.



## ANÁLISES ESTATÍSTICAS

Memória de cálculos

*Lytechinus variegatus*

### Sensibilidade

\*\*\* Inhibition Concentration Percentage Estimate \*\*\*

Conc. ID	Number Replicates	Concentration	Response Means	Std. Dev.	Pooled Response Means
1	10	0.000	94.600	2.119	94.600
2	4	0.030	94.000	0.816	94.000
3	4	0.060	93.000	1.414	93.000
4	4	0.120	90.000	0.816	90.000
5	4	0.250	4.500	1.291	4.500
6	4	0.500	0.000	0.000	0.000

The Linear Interpolation Estimate: 0.1849 Entered P Value: 50

Number of Resamplings: 80 80 Resamples Generated  
 The Bootstrap Estimates Mean: 0.1850 Standard Deviation: 0.0007  
 Original Confidence Limits: Lower: 0.1836 Upper: 0.1862  
 Expanded Confidence Limits: Lower: 0.1833 Upper: 0.1865  
 Resampling time in Seconds: 0.00 Random\_Seed: -10203372

### Amostra 00667.2012/FSA

Conc. ID	Number Replicates	Concentration	Response Means	Std. Dev.	Pooled Response Means
1	10	0.000	94.900	1.197	95.000
2	4	6.250	95.250	0.957	95.000
3	4	12.500	92.250	1.708	92.250
4	4	25.000	89.750	0.957	89.750
5	4	50.000	74.000	3.916	74.000
6	4	100.000	46.000	6.325	46.000

The Linear Interpolation Estimate: 97.3214 Entered P Value: 50

Number of Resamplings: 80 64 Resamples Generated  
 Those resamples not used had estimates above the highest concentration/ %Effluent.  
 The Bootstrap Estimates Mean: 94.3313 Standard Deviation: 3.2090





Title: 00667.2012/FSA  
 File: 667FSA Transform: NO TRANSFORMATION

Shapiro - Wilk's Test for Normality

D = 193.1500  
 W = 0.9272

Critical W = 0.9000 (alpha = 0.01 , N = 30)  
 W = 0.9270 (alpha = 0.05 , N = 30)

Data PASS normality test (alpha = 0.01). Continue analysis.

Title: 00667.2012/FSA  
 File: 667FSA Transform: NO TRANSFORMATION

Bartlett's Test for Homogeneity of Variance

Calculated B1 statistic = 22.2847 (p-value = 0.0005)

Data FAIL B1 homogeneity test at 0.01 level. Try another transformation.

Critical B = 15.0863 (alpha = 0.01, df = 5)  
 = 11.0705 (alpha = 0.05, df = 5)

Using Average Degrees of Freedom  
 (Based on average replicate size of 5.00)

Calculated B2 statistic = 22.9305 (p-value = 0.0003)

Data FAIL B2 homogeneity test at 0.01 level. Try another transformation.

Title: 00667.2012/FSA  
 File: 667FSA Transform: NO TRANSFORMATION

Wilcoxon's Rank Sum Test w/ Bonferroni Adjustment Ho: Control<Treatment

GROUP	IDENTIFICATION	MEAN IN ORIGINAL UNITS	RANK SUM	CRIT. VALUE	REPS	SIG 0.05
1	0	94.9000				
2	6.25	95.2500	34.00	13	4	
3	12.5	92.2500	13.00	13	4	*
4	25	89.7500	10.00	13	4	*
5	50	74.0000	10.00	13	4	*
6	100	46.0000	10.00	13	4	*

Critical values are 1 tailed ( k = 5 )



Amostra 00667.2012/FDA

\*\*\* Inhibition Concentration Percentage Estimate \*\*\*

Conc. ID	Number Replicates	Concentration	Response Means	Std. Dev.	Pooled Response Means
1	10	0.000	94.900	1.197	95.333
2	4	625.0	96.250	0.500	95.333
3	4	125.00	95.500	1.291	95.333
4	4	250.00	93.250	1.258	93.250
5	4	500.00	90.000	1.633	90.000
6	4	1000.00	84.500	2.380	84.500

\*\*\* No Linear Interpolation Estimate can be calculated from the input data since none of the (possibly pooled) group response means were less than 50% of the control response mean.

Title: 00667.2012/FDA

File: 667FDA Transform: NO TRANSFORMATION

Shapiro - Wilk's Test for Normality

D = 48.4000  
W = 0.9721

Critical W = 0.9000 (alpha = 0.01 , N = 30)  
W = 0.9270 (alpha = 0.05 , N = 30)

Data PASS normality test (alpha = 0.01). Continue analysis.

Title: 00667.2012/FDA

File: 667FDA Transform: NO TRANSFORMATION

Bartlett's Test for Homogeneity of Variance

Calculated B1 statistic = 6.0016 (p-value = 0.3061)

Data PASS B1 homogeneity test at 0.01 level. Continue analysis.

Critical B = 15.0863 (alpha = 0.01, df = 5)  
= 11.0705 (alpha = 0.05, df = 5)

Using Average Degrees of Freedom  
(Based on average replicate size of 5.00)

Calculated B2 statistic = 7.6611 (p-value = 0.1759)

Data PASS B2 homogeneity test at 0.01 level. Continue analysis.





Title: 00667.2012/FDA  
 File: 667FDA Transform: NO TRANSFORMATION

ANOVA Table

SOURCE	DF	SS	MS	F
Between	5	428.3000	85.6600	42.4760
Within (Error)	24	48.4000	2.0167	
Total	29	476.7000		

(p-value = 0.0000)

Critical F = 3.8951 (alpha = 0.01, df = 5,24)  
 = 2.6207 (alpha = 0.05, df = 5,24)

Since  $F > \text{Critical F}$  REJECT  $H_0$ : All equal (alpha = 0.05)

Title: 00667.2012/FDA  
 File: 667FDA Transform: NO TRANSFORMATION

Bonferroni t-Test - TABLE 1 OF 2 Ho: Control<Treatment

GROUP	IDENTIFICATION	TRANSFORMED MEAN	MEAN CALCULATED IN ORIGINAL UNITS	t STAT	SIG 0.05
1	0	94.9000	94.9000		
2	62.5	96.2500	96.2500	-1.6069	
3	125	95.5000	95.5000	-0.7142	
4	250	93.2500	93.2500	1.9640	
5	500	90.0000	90.0000	5.8324	*
6	1000	84.5000	84.5000	12.3789	*

Bonferroni t critical value = 2.4922 (1 Tailed, alpha = 0.05, df = 5,24)

Title: 00667.2012/FDA  
 File: 667FDA Transform: NO TRANSFORMATION

Bonferroni t-Test - TABLE 2 OF 2 Ho: Control<Treatment

GROUP	IDENTIFICATION	NUM OF REPS	MIN SIG DIFF (IN ORIG. UNITS)	% OF CONTROL	DIFFERENCE FROM CONTROL
1	0	10			
2	62.5	4	2.0938	2.2	-1.3500
3	125	4	2.0938	2.2	-0.6000
4	250	4	2.0938	2.2	1.6500
5	500	4	2.0938	2.2	4.9000
6	1000	4	2.0938	2.2	10.4000







## ENSAIO DE SENSIBILIDADE COM EMBRIÕES DE OURIÇO DO MAR

FO.ULE.TT.068

Revisão:04

**Método:** ABNT-NBR 15350/2012

### Parâmetros da Água de Diluição

OD (mg/L):	7,20	pH:	7,94	Salinidade:	35	Água/Lote:	60/12
Data de preparo do KCl:		8/10/2012					
<b>Início do Ensaio</b>		<b>Término do Ensaio</b>		<b>Organismo-teste:</b>			
Data:	Hora:	Data:	Hora:	<b>Local de coleta:</b>			
30/10/2012	13:40	31/10/2012	13:40	Vila Velha			
				<b>Data:</b>			
				29/10/12			

### Dados Brutos

Concentração (mg/L)	Número do frasco	Contagem			Variáveis físicas e químicas					
		Normais	Afetados	Total organismos	Iniciais			Finais		
					OD (mg/L)	pH	Sal	OD (mg/L)	pH	Sal
Controle Artificial 35	301	96	4	100	7,2	7,94	35	7,3	7,11	36
	302	94	6	100						
	303	97	3	100						
	304	95	5	100						
	305	96	4	100						
	306	92	8	100						
	307	90	10	100						
	308	95	5	100						
	309	96	4	100						
	310	95	5	100						
0,03	321	94	6	100	7,4	7,98	35	7,6	7,45	36
	322	95	5	100						
	323	93	7	100						
	324	94	6	100						
	325									
0,06	326	92	8	100	7,4	8,00	35	7,7	7,51	36
	327	93	7	100						
	328	95	5	100						
	329	92	8	100						
	330									
0,12	331	90	10	100	7,4	8,01	35	7,8	7,58	35
	332	91	9	100						
	333	89	11	100						
	334	90	10	100						
	335									
0,25	336	3	97	100	7,5	8,01	35	7,8	7,58	35
	337	4	96	100						
	338	5	95	100						
	339	6	94	100						
	340									
0,5	341	0	100	100	7,5	8,02	35	7,8	7,62	35
	342	0	100	100						
	343	0	100	100						
	344	0	100	100						
	345									

<b>Resultado</b>	CE50% - Intervalo de confiança:	0,1849 (0,1836 - 0,1862)	Calculado por:	Ericka
	Limite Inferior	0,12	Método Estatístico:	Interpolação linear
	Limite Superior	0,21		

### Condições Exigidas:

% de *pluteus* normais no controle igual ou superior a 80%

#### Medição de variáveis:

OD, pH e salinidade da água de diluição devem ser registrados. Os parâmetros Salinidade, OD, e pH devem ser registrados no início e ao final do ensaio em todas as concentrações testadas.



**ENSAIO DE ECOTOXICIDADE CRÔNICA COM EMBRIÕES DE OURIÇO DO MAR**

FO.ULE.TT.015

Revisão:14

Identificação do projeto	Início do Ensaio		Final do Ensaio		Variáveis físicas e químicas da água de diluição			
	Data	Hora	Data	Hora	OD (mg/L):	7,00	pH:	7,79
PTB-TOX-03-12	30/10/12	13:40	31/10/12	17:00	Salinidade:	35	Água/Lote:	68/12

<b>Método:</b>	ABNT-NBR 15350/2012	<b>Organismo-teste:</b>	Lytechinus variegatus	<b>Local de coleta:</b>	Vila Velha	<b>Data:</b>	29/11/2012
<b>Data de preparo do KCI:</b>	8/10/2012						

Informações da Amostra							
<b>Identificação:</b>	00667/2012 FSA						

<b>Tipo da Amostra</b>	( )	<b>Amostra Bruta</b>	( )	<b>Água Intersticial</b>	( )	<b>Elutriado</b>	
<b>Salinidade da amostra bruta:</b>	-	<b>Amostra foi salinizada?</b>	-	<b>Se sim, salinidade final:</b>	-		-

Dados Brutos										
Concentração ( ) mg/L ( X ) %	Número do frasco	Contagem			Parâmetros Físico-químicos					
		Normais	Afetados	Total de larvas	Iniciais			Finais		
					OD (mg/L)	pH	Salinidade	OD (mg/L)	pH	Salinidade
Controle Azul 35	311	96	4	100	7,00	7,79	35	6,80	7,86	35
	312	93	7	100						
	313	94	6	100						
	314	95	5	100						
	315	95	5	100						
	316	94	6	100						
	317	97	3	100						
	318	96	4	100						
	319	95	5	100						
	320	94	6	100						
6,25	391	96	4	100	7,90	7,91	35	8,00	7,46	36
	392	95	5	100						
	393	94	6	100						
	394	96	4	100						
	395									
12,5	396	93	7	100	7,90	7,92	35	7,80	7,43	36
	397	92	8	100						
	398	94	6	100						
	399	90	10	100						
	400									
25	401	91	9	100	7,90	7,91	35	8,00	7,37	36
	402	89	11	100						
	403	90	10	100						
	404	89	11	100						
	405									
50	406	75	25	100	8,00	7,92	35	7,70	7,32	36
	407	72	28	100						
	408	79	21	100						
	409	70	30	100						
	410									
100	411	52	48	100	8,10	7,92	35	7,80	7,45	36
	412	44	56	100						
	413	50	50	100						
	414	38	62	100						
	415									

RESULTADOS		
Ensaio Quantitativo	Ensaio Qualitativo	
<b>CENO:</b>	6,25%	<b>Efeito</b>
<b>CEO:</b>	12,50%	
<b>VC:</b>	8,83%	
<b>CI50% - Intervalo de confiança:</b>	<b>97,32</b>	

<b>Calculado por:</b>	Ericka
<b>Método Estatístico:</b>	ICPIN-Interpolação linear e TOXSTAT-ANOVA Bonferroni t-Test

**Condições Exigidas:**  
% de *pluteus* normais no controle igual ou superior a 80%

**Medição das variáveis:**  
OD, pH e salinidade da água de diluição devem ser registrados. Os parâmetros Salinidade, OD, e pH devem ser registrados no início e ao final do ensaio em todas as concentrações testadas. Medir a amônia inicial e final, **somente**, de amostras líquidas de sedimento (água intersticial, elutriado e interface sedimento e água) na concentração de 100% e no controle.



**ENSAIO DE ECOTOXICIDADE CRÔNICA COM EMBRIÕES DE OURIÇO DO MAR**

FO.ULE.TT.015

Revisão:14

Identificação do projeto	Início do Ensaio		Final do Ensaio		Variáveis físicas e químicas da água de diluição			
	Data	Hora	Data	Hora	OD (mg/L):	7,00	pH:	7,79
PTB-TOX-03-12	30/10/12	13:40	31/10/12	17:00	Salinidade:	35	Água/Lote:	68/12

<b>Método:</b>	ABNT-NBR 15350/2012	<b>Organismo-teste:</b>	Lytechinus variegatus	<b>Local de coleta:</b>	Vila Velha	<b>Data:</b>	29/11/2012
<b>Data de preparo do KCI:</b>	8/10/2012						

Informações da Amostra							
<b>Identificação:</b>	00667/2012 FDA						

<b>Tipo da Amostra</b>	( )	<b>Amostra Bruta</b>	( )	<b>Água Intersticial</b>	( )	<b>Elutriado</b>	
<b>Salinidade da amostra bruta:</b>	-	<b>Amostra foi salinizada?</b>	-	<b>Se sim, salinidade final:</b>	-		-

Dados Brutos										
Concentração ( X ) mg/L ( ) %	Número do frasco	Contagem			Parâmetros Físico-químicos					
		Normais	Afetados	Total de larvas	Iniciais			Finais		
					OD (mg/L)	pH	Salinidade	OD (mg/L)	pH	Salinidade
Controle Azul 35	311	96	4	100	7,00	7,79	35	6,80	7,86	35
	312	93	7	100						
	313	94	6	100						
	314	95	5	100						
	315	95	5	100						
	316	94	6	100						
	317	97	3	100						
	318	96	4	100						
	319	95	5	100						
	320	94	6	100						
62,50	356	96	4	100	7,00	7,89	35	6,80	7,92	36
	357	97	3	100						
	358	96	4	100						
	359	96	4	100						
	360									
125,0	361	95	5	100	6,90	7,92	35	6,70	7,94	36
	362	96	4	100						
	363	94	6	100						
	364	97	3	100						
	365									
250	366	93	7	100	6,80	7,92	35	6,50	7,95	36
	367	95	5	100						
	368	92	8	100						
	369	93	7	100						
	370									
500	371	90	10	100	6,70	7,94	35	6,40	7,95	36
	372	92	8	100						
	373	90	10	100						
	374	88	12	100						
	375									
1000	376	87	13	100	6,60	7,94	35	6,30	7,96	36
	377	83	17	100						
	378	86	14	100						
	379	82	18	100						
	380									

RESULTADOS			
Ensaio Quantitativo		Ensaio Qualitativo	
<b>CENO:</b>	250mg/L	<b>Efeito</b>	
<b>CEO:</b>	500mg/L		
<b>VC:</b>	353,5mg/L		
<b>CI50% - Intervalo de confiança:</b>	NC		

<b>Calculado por:</b>	Ericka
<b>Método Estatístico:</b>	ICPIN - Interpolação linear e TOXSTAT - ANOVA Bonferroni t-Test

**Condições Exigidas:**  
% de *pluteus* normais no controle igual ou superior a 80%

**Medição das variáveis:**  
OD, pH e salinidade da água de diluição devem ser registrados. Os parâmetros Salinidade, OD, e pH devem ser registrados no início e ao final do ensaio em todas as concentrações testadas. Medir a amônia inicial e final, **somente**, de amostras líquidas de sedimento (água intersticial, elutriado e interface sedimento e água) na concentração de 100% e no controle.



RELATÓRIO DE ANÁLISE Nº 21533CS

DADOS DE REFERÊNCIA DO CLIENTE

Cliente:	Aplysia Assessoria
Endereço:	Rua Júlia Lacourt Penna, 501/915 - Jardim Camburí
Código do Projeto:	-

DADOS DE REFERÊNCIA DA AMOSTRA

Temperatura de Recebimento (Faixa):	de 5,0 °C	Data de amostragem	30/10/2012
Responsável pela coleta:	INTERESSADO	Data de Emissão do Relatório:	13/11/2012
Data de recebimento da amostra:	31/10/2012	Data de Reemissão do Relatório:	N.A.

IDENTIFICAÇÃO DA AMOSTRA

Referência Analytical Solutions	Referência do Cliente
21533CS001	0667 - FSA
21533CS002	0667 - FDA
21533CS003	0668 - FSA
21533CS004	0668 - FDA

Versão do Laudo: 1

**Laboratório responsável direto pela análise: Analytical Solutions Ltda**

Alameda África, 685, Galpão 01 Pólo Industrial de Tamboré - Santana de Parnaíba, SP 06543-306

Laboratório de Ensaio acreditado pela Cgcre de acordo com a ABNT NBR ISO/IEC 17025, sob o número CRL 0241

CÓDIGO DO PROJETO: -  
Versão do Laudo: 1  
RESULTADOS ANALÍTICOS DA AMOSTRA 21533CS001 - 0667 - FSA

HS VOC BTEX

PARAMETROS	UNIDADE	LD	LQ	RESULTADOS
Benzeno	(µg/L)	0,1	1,0	1978,0
Etilbenzeno	(µg/L)	0,1	1,0	130,2
m,p-Xilenos	(µg/L)	0,1	1,0	500,1
o-Xileno	(µg/L)	0,1	1,0	243,5
Tolueno	(µg/L)	0,1	1,0	1968,5

PAH SVOC

PARAMETROS	UNIDADE	LD	LQ	RESULTADOS
Acenafteno	(µg/L)	0,008	0,010	0,084
Acenaftileno	(µg/L)	0,008	0,010	0,064
Antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	0,040
Benzo[a]antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[a]pireno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[b]fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[ghi]perileno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[k]fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Criseno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Dibenzo[a,h]antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Fenantreno	(µg/L)	0,08	0,10	0,64
Fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Fluoreno	(µg/L)	0,008	0,010	0,374
Indeno[1,2,3-cd]pireno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Naftaleno	(µg/L)	0,08	0,10	7,96
Pireno	(µg/L)	0,008	0,010	0,023

TPH



**ANALYTICAL SOLUTIONS**

Alameda África, 685, Pólo Industrial de Tamboré - Santana do Parnaíba, SP 06543-306 - Galpão 01  
TEL:55 11 2424-2922 FAX:55 11 2121-2922 anasol@br.bureauveritas.com

## Análise de Hidrocarbonetos Extraíveis do Petróleo - HTP

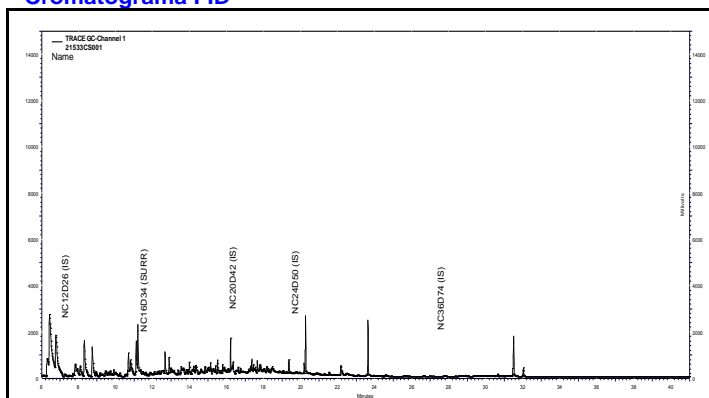
**Amostra:** 21533CS001 **Tipo de Amostra:** ÁGUA  
**Data de análise:** 01/11/2012 **Quantidade (mL):** 1050,0  
**Fator de diluição:** 1

**Quantidade Alcanos (ug/L)**

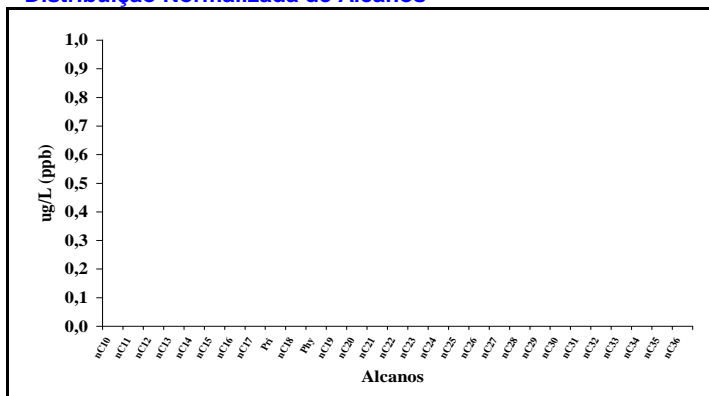
n C10	N.D.
n C11	N.D.
n C12	N.D.
n C13	N.D.
n C14	N.D.
n C15	N.D.
n C16	N.D.
n C17	N.D.
Pri	N.D.
n C18	N.D.
Phy	N.D.
n C19	N.D.
n C20	N.D.
n C21	N.D.
n C22	N.D.
n C23	N.D.
n C24	N.D.
n C25	N.D.
n C26	N.D.
n C27	N.D.
n C28	N.D.
n C29	N.D.
n C30	N.D.
n C31	N.D.
n C32	N.D.
n C33	N.D.
n C34	N.D.
n C35	N.D.
n C36	N.D.
<b>TOTAL</b>	<b>N.D.</b>

**Limite de Quantificação:** 1,0  
**Limite Detecção:** 0,1

**Cromatograma FID**



**Distribuição Normalizada de Alcanos**



**Recuperação (%)**

SU_C16D34	67
Faixa Aceitável de Recuperação:	40 - 135%

**Quantidades (ug/L, ppb)**

<b>n-Alcanos:</b>	N.D.	<b>HTP:</b>	707,8
<b>HRP:</b>	239,8		
<b>UCM:</b>	467,9		

**Definições**

UCM - *Unresolved Complex Mixture*  
HTP - *Hidrocarbonetos Totais do Petróleo*  
HRP - *Hidrocarbonetos Resolvidos do Petróleo*  
SU - *Surrogate*  
IS - *Padrão Interno*  
NA - *Não aplicado*

**Observação:**

Perfil cromatográfico não conclusivo.



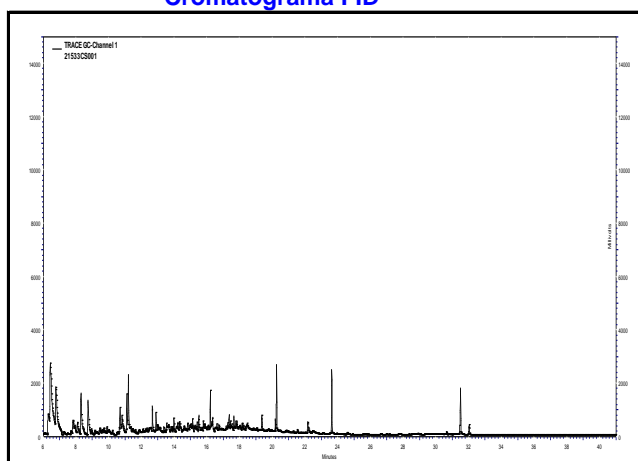
**ANALYTICAL SOLUTIONS**

Alameda África, 685, Pólo Industrial de Tamboré - Santana do Parnaíba, SP 06543-306 - Galpão 01  
TEL:55 11 2424-2922 FAX:55 11 2121-2922 anasol@br.bureauveritas.com

## TPH Total

<b>Amostra:</b>	21533CS001	<b>Quantidade (mL):</b>	1050
<b>Tipo de Amostra:</b>	Água	<b>Fator de diluição:</b>	1
<b>Data de análise:</b>	01/11/2012		

### Cromatograma FID



### Quantidades (ug/L, ppb)

<b>HTP</b>	<b>707,77</b>
------------	---------------

<b>Limite Quantificação</b>	1,00
<b>Limite Detecção</b>	0,10

### Recuperação (%)

<b>SU nC16d34:</b>	<b>67</b>
--------------------	-----------

### Definições

Faixa aceitável de recuperação do surrogate: 40 - 135 (%)

HTP - *Hidrocarbonetos Totais do Petróleo*

SU - *Surrogate*

NA - *Não aplicado*

Fator de Diluição: 1  
Umidade (%): N/A



### **Observações:**

N.D. = Não Detectado acima do Limite de Quantificação.  
L.D. = Limite de Detecção  
L.Q. = Limite de Quantificação.  
N.A. = Não Aplicável.

### **Data de Realização das análises:**

#### **Preparação:**

HS VOC BTEX - 01-11-2012  
PAH SVOC - 01-11-2012  
TPH n-Alcanos (C10 a C36) - 01-11-2012  
TPH Total - 01-11-2012

#### **Análise:**

HS VOC BTEX - 07-11-2012  
PAH SVOC - 07-11-2012  
TPH n-Alcanos (C10 a C36) - 09-11-2012  
TPH Total - 09-11-2012



CÓDIGO DO PROJETO: -  
Versão do Laudo: 1  
RESULTADOS ANALÍTICOS DA AMOSTRA 21533CS002 - 0667 - FDA

HS VOC BTEX

PARAMETROS	UNIDADE	LD	LQ	RESULTADOS
Benzeno	(µg/L)	0,1	1,0	140,6
Etilbenzeno	(µg/L)	0,1	1,0	30,5
m,p-Xilenos	(µg/L)	0,1	1,0	111,3
o-Xileno	(µg/L)	0,1	1,0	53,5
Tolueno	(µg/L)	0,1	1,0	245,6

PAH SVOC

PARAMETROS	UNIDADE	LD	LQ	RESULTADOS
Acenafteno	(µg/L)	0,008	0,010	0,125
Acenaftileno	(µg/L)	0,008	0,010	0,076
Antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	0,041
Benzo[a]antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	0,010
Benzo[a]pireno	(µg/L)	0,008	0,010	0,010
Benzo[b]fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[ghi]perileno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[k]fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Criseno	(µg/L)	0,008	0,010	0,074
Dibenzo[a,h]antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Fenantreno	(µg/L)	0,08	0,10	1,11
Fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	0,016
Fluoreno	(µg/L)	0,008	0,010	0,477
Indeno[1,2,3-cd]pireno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Naftaleno	(µg/L)	0,08	0,10	4,52
Pireno	(µg/L)	0,008	0,010	0,087

TPH



**ANALYTICAL SOLUTIONS**

Alameda África, 685, Pólo Industrial de Tamboré - Santana do Parnaíba, SP 06543-306 - Galpão 01  
TEL:55 11 2424-2922 FAX:55 11 2121-2922 anasol@br.bureauveritas.com

## Análise de Hidrocarbonetos Extraíveis do Petróleo - HTP

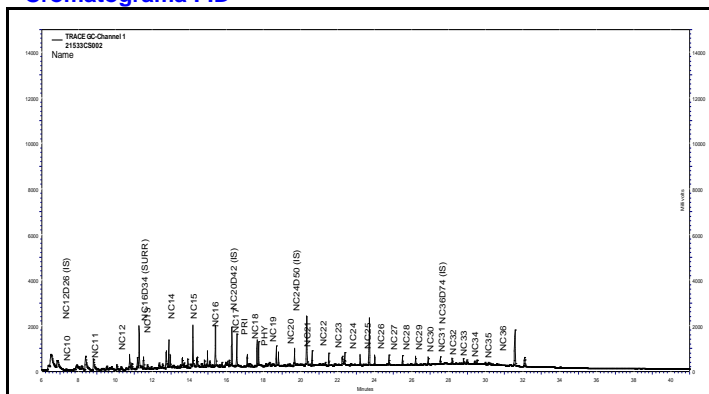
**Amostra:** 21533CS002 **Tipo de Amostra:** ÁGUA  
**Data de análise:** 01/11/2012 **Quantidade (mL):** 1060,0  
**Fator de diluição:** 1

**Quantidade Alcanos (ug/L)**

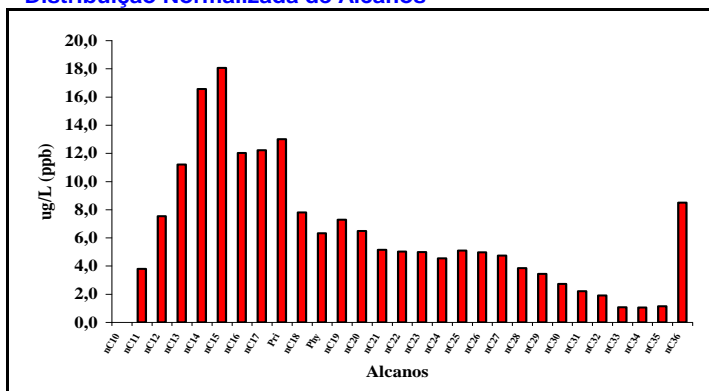
n C10	N.D.
n C11	3,8
n C12	7,5
n C13	11,2
n C14	16,6
n C15	18,1
n C16	12,0
n C17	12,2
Pri	13,0
n C18	7,8
Phy	6,3
n C19	7,3
n C20	6,5
n C21	5,2
n C22	5,0
n C23	5,0
n C24	4,5
n C25	5,1
n C26	5,0
n C27	4,7
n C28	3,9
n C29	3,4
n C30	2,7
n C31	2,2
n C32	1,9
n C33	1,1
n C34	1,0
n C35	1,1
n C36	8,5
<b>TOTAL</b>	<b>182,6</b>

**Limite de Quantificação:** 1,0  
**Limite Detecção:** 0,1

**Cromatograma FID**



**Distribuição Normalizada de Alcanos**



**Recuperação (%)**

SU_C16D34	90
Faixa Aceitável de Recuperação:	40 - 135%

**Quantidades (ug/L, ppb)**

<b>n-Alcanos:</b>	163,3	<b>HTP:</b>	1081,2
<b>HRP:</b>	355,6		
<b>UCM:</b>	725,5		

**Definições**

UCM - *Unresolved Complex Mixture*  
HTP - *Hidrocarbonetos Totais do Petróleo*  
HRP - *Hidrocarbonetos Resolvidos do Petróleo*  
SU - *Surrogate*  
IS - *Padrão Interno*  
NA - *Não aplicado*

**Observação:**

O perfil cromatográfico indica presença de compostos provenientes de derivado de petróleo, apresentando n-alcanos de C11 a C36.



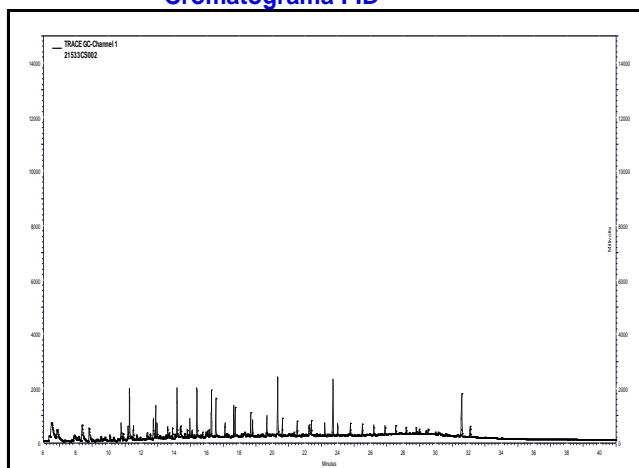
**ANALYTICAL SOLUTIONS**

Alameda África, 685, Pólo Industrial de Tamboré - Santana do Parnaíba, SP 06543-306 - Galpão 01  
TEL:55 11 2424-2922 FAX:55 11 2121-2922 anasol@br.bureauveritas.com

## TPH Total

<b>Amostra:</b>	21533CS002	<b>Quantidade (mL):</b>	1060
<b>Tipo de Amostra:</b>	Água	<b>Fator de diluição:</b>	1
<b>Data de análise:</b>	01/11/2012		

### Cromatograma FID



### Quantidades (ug/L, ppb)

<b>HTP</b>	1081,18
------------	---------

<b>Limite Quantificação</b>	1,00
<b>Limite Detecção</b>	0,10

### Recuperação (%)

<b>SU nC16d34:</b>	90
--------------------	----

### Definições

Faixa aceitável de recuperação do surrogate: 40 - 135 (%)

HTP - *Hidrocarbonetos Totais do Petróleo*

SU - *Surrogate*

NA - *Não aplicado*

Fator de Diluição: 1  
Umidade (%): N/A



### **Observações:**

N.D. = Não Detectado acima do Limite de Quantificação.  
L.D. = Limite de Detecção  
L.Q. = Limite de Quantificação.  
N.A. = Não Aplicável.

### **Data de Realização das análises:**

#### **Preparação:**

HS VOC BTEX - 01-11-2012  
PAH SVOC - 01-11-2012  
TPH n-Alcanos (C10 a C36) - 01-11-2012  
TPH Total - 01-11-2012

#### **Análise:**

HS VOC BTEX - 07-11-2012  
PAH SVOC - 07-11-2012  
TPH n-Alcanos (C10 a C36) - 09-11-2012  
TPH Total - 09-11-2012

CÓDIGO DO PROJETO:  
Versão do Laudo: 1  
RESULTADOS ANALÍTICOS DA AMOSTRA 21533CS003 - 0668 - FSA

HS VOC BTEX

PARAMETROS	UNIDADE	LD	LQ	RESULTADOS
Benzeno	(µg/L)	0,1	1,0	N.D.
Etilbenzeno	(µg/L)	0,1	1,0	N.D.
m,p-Xilenos	(µg/L)	0,1	1,0	N.D.
o-Xileno	(µg/L)	0,1	1,0	N.D.
Tolueno	(µg/L)	0,1	1,0	N.D.

PAH SVOC

PARAMETROS	UNIDADE	LD	LQ	RESULTADOS
Acenafteno	(µg/L)	0,008	0,010	0,032
Acenaftileno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[a]antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[a]pireno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[b]fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[ghi]perileno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[k]fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Criseno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Dibenzo[a,h]antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Fenantreno	(µg/L)	0,08	0,10	N.D.
Fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Fluoreno	(µg/L)	0,008	0,010	0,050
Indeno[1,2,3-cd]pireno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Naftaleno	(µg/L)	0,08	0,10	0,14
Pireno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.



TPH



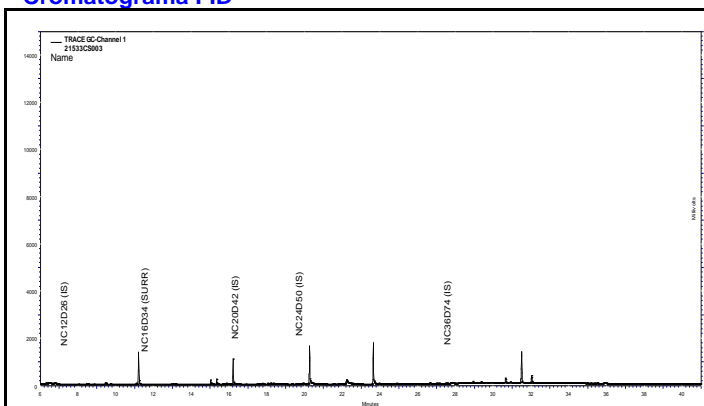
## Análise de Hidrocarbonetos Extraíveis do Petróleo - HTP

**Amostra:** 21533CS003 **Tipo de Amostra:** ÁGUA  
**Data de análise:** 01/11/2012 **Quantidade (mL):** 1090,0  
**Fator de diluição:** 1

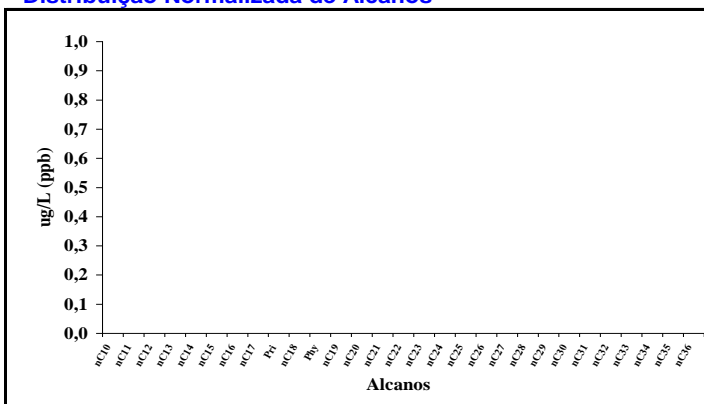
### Quantidade Alcanos (ug/L)

n C10	N.D.
n C11	N.D.
n C12	N.D.
n C13	N.D.
n C14	N.D.
n C15	N.D.
n C16	N.D.
n C17	N.D.
Pri	N.D.
n C18	N.D.
Phy	N.D.
n C19	N.D.
n C20	N.D.
n C21	N.D.
n C22	N.D.
n C23	N.D.
n C24	N.D.
n C25	N.D.
n C26	N.D.
n C27	N.D.
n C28	N.D.
n C29	N.D.
n C30	N.D.
n C31	N.D.
n C32	N.D.
n C33	N.D.
n C34	N.D.
n C35	N.D.
n C36	N.D.
<b>TOTAL</b>	<b>N.D.</b>
<b>Limite de Quantificação:</b>	<b>1,0</b>
<b>Limite Detecção:</b>	<b>0,1</b>

### Cromatograma FID



### Distribuição Normalizada de Alcanos



### Recuperação (%)

SU_C16D34	75
Faixa Aceitável de Recuperação:	40 - 135%

### Quantidades (ug/L, ppb)

<b>n-Alcanos:</b>	N.D.	<b>HTP:</b>	29,8
<b>HRP:</b>	29,8		
<b>UCM:</b>	N.D.		

### Definições

UCM - *Unresolved Complex Mixture*  
HTP - *Hidrocarbonetos Totais do Petróleo*  
HRP - *Hidrocarbonetos Resolvidos do Petróleo*  
SU - *Surrogate*  
IS - *Padrão Interno*  
NA - *Não aplicado*

### Observação:

O perfil cromatográfico não indica presença de compostos provenientes de derivados de petróleo.



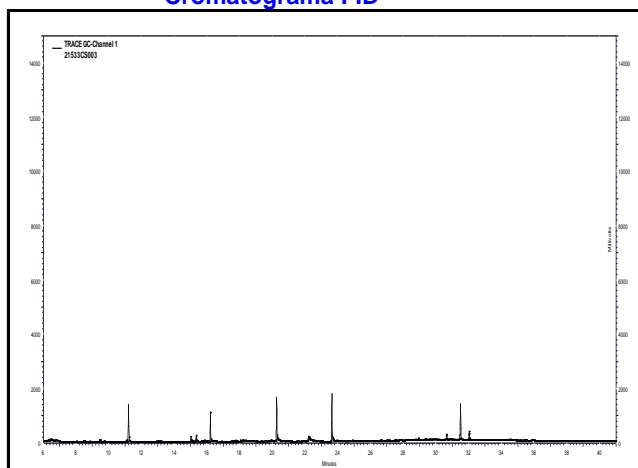
**ANALYTICAL SOLUTIONS**

Alameda África, 685, Pólo Industrial de Tamboré - Santana do Parnaíba, SP 06543-306 - Galpão 01  
TEL:55 11 2424-2922 FAX:55 11 2121-2922 anasol@br.bureauveritas.com

## TPH Total

<b>Amostra:</b>	21533CS003	<b>Quantidade (mL):</b>	1090
<b>Tipo de Amostra:</b>	Líquida	<b>Fator de diluição:</b>	1
<b>Data de análise:</b>	01/11/2012		

### Cromatograma FID



### Quantidades (ug/L, ppb)

<b>HTP</b>	29,81
------------	-------

<b>Limite Quantificação</b>	1,00
<b>Limite Detecção</b>	0,10

### Recuperação (%)

<b>SU nC16d34:</b>	75
--------------------	----

### Definições

Faixa aceitável de recuperação do surrogate: 40 - 135 (%)

HTP - *Hidrocarbonetos Totais do Petróleo*

SU - *Surrogate*

NA - *Não aplicado*

Fator de Diluição: 1

Umidade (%): N/A





### **Observações:**

N.D. = Não Detectado acima do Limite de Quantificação.  
L.D. = Limite de Detecção  
L.Q. = Limite de Quantificação.  
N.A. = Não Aplicável.

### **Data de Realização das análises:**

#### **Preparação:**

HS VOC BTEX - 01-11-2012  
PAH SVOC - 01-11-2012  
TPH n-Alcanos (C10 a C36) - 01-11-2012  
TPH Total - 01-11-2012

#### **Análise:**

HS VOC BTEX - 07-11-2012  
PAH SVOC - 07-11-2012  
TPH n-Alcanos (C10 a C36) - 09-11-2012  
TPH Total - 09-11-2012

CÓDIGO DO PROJETO:  
Versão do Laudo: 1  
RESULTADOS ANALÍTICOS DA AMOSTRA 21533CS004 - 0668 - FDA

HS VOC BTEX

PARAMETROS	UNIDADE	LD	LQ	RESULTADOS
Benzeno	(µg/L)	0,1	1,0	N.D.
Etilbenzeno	(µg/L)	0,1	1,0	N.D.
m,p-Xilenos	(µg/L)	0,1	1,0	N.D.
o-Xileno	(µg/L)	0,1	1,0	N.D.
Tolueno	(µg/L)	0,1	1,0	N.D.

PAH SVOC

PARAMETROS	UNIDADE	LD	LQ	RESULTADOS
Acenafteno	(µg/L)	0,008	0,010	0,018
Acenaftileno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[a]antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[a]pireno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[b]fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[ghi]perileno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Benzo[k]fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Criseno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Dibenzo[a,h]antraceno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Fenantreno	(µg/L)	0,08	0,10	N.D.
Fluoranteno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Fluoreno	(µg/L)	0,008	0,010	0,028
Indeno[1,2,3-cd]pireno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.
Naftaleno	(µg/L)	0,08	0,10	0,18
Pireno	(µg/L)	0,008	0,010	N.D.

TPH



**ANALYTICAL SOLUTIONS**

Alameda África, 685, Pólo Industrial de Tamboré - Santana do Parnaíba, SP 06543-306 - Galpão 01  
TEL:55 11 2424-2922 FAX:55 11 2121-2922 anasol@br.bureauveritas.com

## Análise de Hidrocarbonetos Extraíveis do Petróleo - HTP

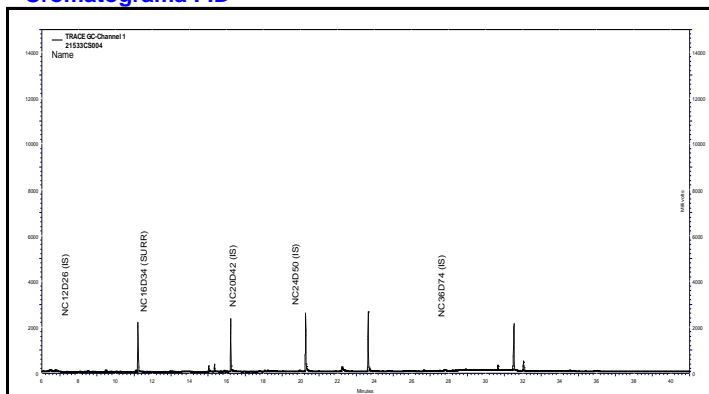
**Amostra:** 21533CS004 **Tipo de Amostra:** ÁGUA  
**Data de análise:** 01/11/2012 **Quantidade (mL):** 1040,0  
**Fator de diluição:** 1

**Quantidade Alcanos (ug/L)**

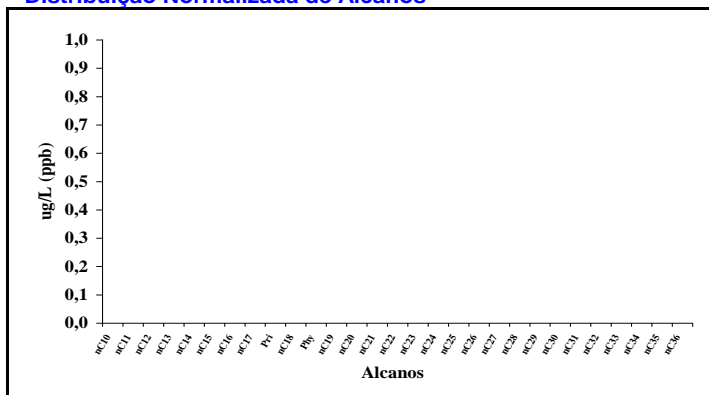
n C10	N.D.
n C11	N.D.
n C12	N.D.
n C13	N.D.
n C14	N.D.
n C15	N.D.
n C16	N.D.
n C17	N.D.
Pri	N.D.
n C18	N.D.
Phy	N.D.
n C19	N.D.
n C20	N.D.
n C21	N.D.
n C22	N.D.
n C23	N.D.
n C24	N.D.
n C25	N.D.
n C26	N.D.
n C27	N.D.
n C28	N.D.
n C29	N.D.
n C30	N.D.
n C31	N.D.
n C32	N.D.
n C33	N.D.
n C34	N.D.
n C35	N.D.
n C36	N.D.
<b>TOTAL</b>	<b>N.D.</b>

**Limite de Quantificação:** 1,0  
**Limite Detecção:** 0,1

**Cromatograma FID**



**Distribuição Normalizada de Alcanos**



**Recuperação (%)**

SU\_C16D34 95

Faixa Aceitável de Recuperação:  
40 - 135%

**Quantidades (ug/L, ppb)**

**n-Alcanos:** N.D. **HTP:** 23,2  
**HRP:** 23,2  
**UCM:** N.D.

**Definições**

UCM - *Unresolved Complex Mixture*  
HTP - *Hidrocarbonetos Totais do Petróleo*  
HRP - *Hidrocarbonetos Resolvidos do Petróleo*  
SU - *Surrogate*  
IS - *Padrão Interno*  
NA - *Nao aplicado*

**Observação:**

O perfil cromatográfico não indica presença de compostos provenientes de derivados de petróleo.



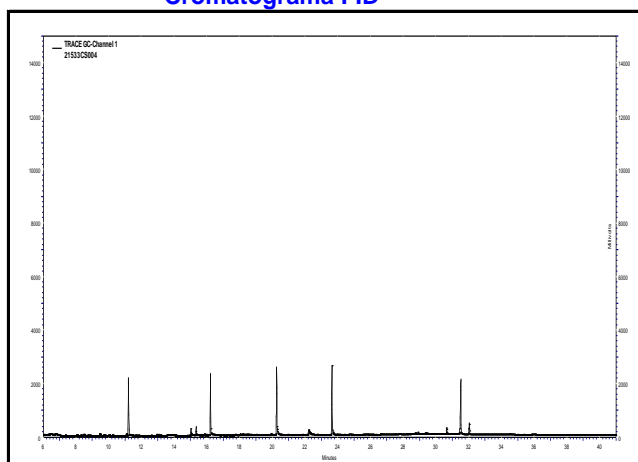
**ANALYTICAL SOLUTIONS**

Alameda África, 685, Pólo Industrial de Tamboré - Santana do Parnaíba, SP 06543-306 - Galpão 01  
TEL:55 11 2424-2922 FAX:55 11 2121-2922 anasol@br.bureauveritas.com

## TPH Total

<b>Amostra:</b>	21533CS004	<b>Quantidade (mL):</b>	1040
<b>Tipo de Amostra:</b>	Líquida	<b>Fator de diluição:</b>	1
<b>Data de análise:</b>	01/11/2012		

### Cromatograma FID



### Quantidades (ug/L, ppb)

<b>HTP</b>	23,22
------------	-------

<b>Limite Quantificação</b>	1,00
<b>Limite Detecção</b>	0,10

### Recuperação (%)

<b>SU nC16d34:</b>	95
--------------------	----

### Definições

Faixa aceitável de recuperação do surrogate: 40 - 135 (%)

HTP - Hidrocarbonetos Totais do Petróleo

SU - Surrogate

NA - Não aplicado

Fator de Diluição: 1  
Umidade (%): N/A



### **Observações:**

N.D. = Não Detectado acima do Limite de Quantificação.

L.D. = Limite de Detecção

L.Q. = Limite de Quantificação.

N.A. = Não Aplicável.

### **Data de Realização das análises:**

#### **Preparação:**

HS VOC BTEX - 01-11-2012

PAH SVOC - 01-11-2012

TPH n-Alcanos (C10 a C36) - 01-11-2012

TPH Total - 01-11-2012

#### **Análise:**

HS VOC BTEX - 07-11-2012

PAH SVOC - 07-11-2012

TPH n-Alcanos (C10 a C36) - 09-11-2012

TPH Total - 09-11-2012



Todos os ensaios em branco e controles de qualidade foram efetuados e os resultados dos mesmos foram avaliados segundo os critérios preconizados pelo PS 4.22 - 01, não apresentando nenhuma informação ou característica que fosse relevante quanto à qualidade, validade e veracidade dos resultados analíticos reportados.

Os resultados obtidos têm seu valor restrito às amostras analisadas. A reprodução deste relatório só pode ser total e depende da aprovação formal deste laboratório.

As incertezas estão disponíveis em caso de solicitações adicionais.

As opiniões, interpretações e informações adicionais não fazem parte do escopo de acreditação do laboratório.

Em caso de reemissão do relatório esta versão substitui as versões anteriores.

#### **Plano de Amostragem:**

As amostras foram analisadas como recebidas, isentando o laboratório de qualquer responsabilidade referente aos procedimentos e dados de coleta.



## Referências Metodológicas

Análise	Método Externo	Método Interno	Local
HS VOC BTEX	EPA 5021A, Revisão 1 (2003) / EPA 8015D, Revisão 4 (2003) / EPA 8021B, Revisão 2 (1996)	PE 4.9 - 405/SP	SP
PAH SVOC	EPA 8270D, Revisão 4 (1998)	PE 4.9 - 406/SP	SP
TPH n-Alcanos (C10 a C36)	EPA 8015D, Revisão 4 (2003)	PE 4.9 - 407/SP	SP
TPH Total	EPA 8015D, Revisão 4 (2003)	PE 4.9 - 407/SP	SP

<b>Relatório Emitido por</b>	Amanda Moura
------------------------------	--------------

RESPONSÁVEL TÉCNICO	
São Paulo: Rodrigo Sylvain Ribeiro – 03212653 CRQ IV	

Opiniões, Interpretações e Informações Adicionais.
<b>Não se aplica</b>
<b>Obs.: As opiniões interpretações e informações adicionais não fazem parte do escopo do credenciamento do laboratório listado no quadro de credenciamento</b>



**ANALYTICAL SOLUTIONS - CADEIA DE CUSTODIA / GUIA DE REMESSA - PROPOSTA Nº 21533 CS**

RIO DE JANEIRO: Rua José de Figueiredo, 320 / Bl 2; Rodovia MG 10 Km 26,7 Barra da Tijuca - Rio de Janeiro  
 CEP 22793-170 - RJ  
 CNPJ: 03.426.761/0001-06

MINAS GERAIS: Vespasiano  
 CEP 33200-000 - MG

SÃO PAULO: Alameda África, 685, Tamboré, Santana de Parnaíba  
 CEP: 06543-306  
 CNPJ: 03.426.761/0010-99

Ident. projeto: \_\_\_\_\_

Cliente: APLYSIA ASSESSORIA

Endereço: RUA JÚLIA LACOURT PENNA, 501/915 - JARDIM CAMBURI

Coleta:  CLIENTE  JANSOL Nome coletor: \_\_\_\_\_

Emissão do LAUDO em nome de: galvaine @ aplysia . com . br

Razão Social: \_\_\_\_\_

Endereço: \_\_\_\_\_ UF: \_\_\_\_\_

Enviar LAUDO FÍSICO para: galvaine @ aplysia . com . br

Razão Social: \_\_\_\_\_

Endereço: \_\_\_\_\_

Tel. / Fax: \_\_\_\_\_

Enviar LAUDO ELETRÔNICO para: galvaine @ aplysia . com . br

Emprese contatante do serviço: \_\_\_\_\_

Endereço: \_\_\_\_\_

Tel. / Fax: \_\_\_\_\_

E-Mail: \_\_\_\_\_

Análises Requeridas	
1	HS VOC BTEX
2	PAH SVOC
3	TPH n-Alcanos (C10 a C35)
4	TPH Total
5	
6	
7	
8	
9	
10	
11	
12	
13	
14	
15	
16	

Selecionar abaixo os respectivos números que correspondem às análises requeridas acima.

N	Ident. da amostra	Data	Hora	Matriz	qt.	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16
1	0663 - FSA	30/10/12	09:00	Líquido	1,080L	X	Y	X	X												
2	0663 - FDA	30/10/12	09:30	Sólido	1,080L	Y	Y	X	X												
3	0668 - FSA	30/10/12	09:00	Sólido	1,080L	X	Y	+	X												
4	0668 - FDA	30/10/12	10:00	Sólido	1,080L	X	X	X	X												
5		/ /	:																		
6		/ /	:																		
7		/ /	:																		
8		/ /	:																		
9		/ /	:																		
10		/ /	:																		
11		/ /	:																		
12		/ /	:																		
13		/ /	:																		
14		/ /	:																		

Recebido em 31/10/12  
 Departamento de Amostras  
 Laboratório de Análises

Razão Social: APLYSIA ASSESSORIA E CONSULTORIA LTDA IM/IE ISENTO CNPJ: 02.290.210/0001-97

Endereço Completo: RUA JÚLIA LACOURT PENNA, 501/915 - JARDIM CAMBURI CEP: 29090-210 Tel.: 02.290.210/0001-97

Contato Financeiro: \_\_\_\_\_ E-mail: \_\_\_\_\_

Endereço para Envio NF: \_\_\_\_\_

Obs: elaborada baseada na proposta 01749-11-00

Amostras enviadas por: \_\_\_\_\_ Assinatura: \_\_\_\_\_ Data: \_\_\_\_\_ Hora: \_\_\_\_\_



Login:	<b>Lista de verificação de amostras</b> ANS IT 07 F 01 Rev.: 00	
21533CS		

Cliente	APLYSIA ASSESSORIA				
Data	31/12/12	Hora	10:00	Nº Amostras	04
Matriz	LIQUIDA	SIF			

#### Dados do recebimento de amostras

1. Embalagem	A caixa ou embalagem das amostras está fechada e não apresenta sinais de violação?				Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não	<input type="checkbox"/>	
2. Frasco	Os frascos ou embalagens contendo diretamente as amostras estão íntegros?				Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não	<input type="checkbox"/>	
3. Rótulos	Os rótulos dos frascos ou embalagens contendo diretamente as amostras estão íntegros e identificam as amostras?				Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não	<input type="checkbox"/>	
4. Ofícios	Existem ofícios, informando as análises solicitadas?				Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não	<input type="checkbox"/>	
5. Análises	É possível identificar as análises solicitadas pelo cliente?				Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não	<input type="checkbox"/>	
6. Temperatura	5.0 °C	A temperatura das amostras está dentro da faixa de aceitação para as análises?				Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não	<input type="checkbox"/>
7. Estado Geral	Congelada Sim <input type="checkbox"/> Não <input type="checkbox"/>	Frescas Sim <input type="checkbox"/> Não <input type="checkbox"/>	Temp. amb. Sim <input type="checkbox"/> Não <input type="checkbox"/>	Putrefata Sim <input type="checkbox"/> Não <input type="checkbox"/>					
Termômetro usado	03	04	05	06	07	08	10	11	09
8. Amostras	O número de amostras recebidas está de acordo com o número de amostras listadas nos documentos de envio pelo cliente?				Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não	<input type="checkbox"/>	
9. Lacres	Os números de lacres das amostras estão de acordo com os documentos enviados pelo cliente?				Sim	<input checked="" type="checkbox"/>	Não	<input type="checkbox"/>	
<p>Se as respostas acima forem positivas as amostras podem ser logadas e identificadas no sistema interno do laboratório.</p> <p>Se as respostas acima forem negativas as amostras só poderão ser logadas e identificadas no sistema interno do laboratório após a checagem dos dados junto ao cliente.</p>									
<input type="checkbox"/> Separar alíquota para análise de BTEX / VOC									

As amostras estão:	Aprovadas	<input type="checkbox"/>	Reprovadas	<input type="checkbox"/>	Aprovada com restrição	<input type="checkbox"/>
--------------------	-----------	--------------------------	------------	--------------------------	------------------------	--------------------------

Obs.:

SOLO: (S)    ÁGUA: (A)    FARELO: (F)    ÓLEO: (O)    CPP: (CP)    CAL: (C)    RES.TENAX: (RT)    RES.XAD: (RX)    SEDIMENTO: (SD)    ALIMENTO: (AL)    MEXILHÃO: (MX)

Lista de verificação preenchida por

*AM*



# Cadeia de Custódia

FO.ULE.031

Revisão:09

Cliente: Petróleas

Projeto: PTB-TOX-03-12

Contato: Nina Lopes - [nina.lopes@petroleas.com.br](mailto:nina.lopes@petroleas.com.br)

Fone: (21) 2162-9333

Responsável pela coleta: \*

### Legenda para preenchimento do Campo Matriz

AS - Água Subterrânea

A - Água Superficial

E - Efluente

Sd - Sedimento

S - Solo

AM - Água do Mar

PQ - Produto Químico

BI - Biológico

AI - Água Intersticial

OT - Outros

Análises Requeridas:

Par. medidos in Situ

Identificação da Amostra APLYSIA	Nome da amostra/ Nome do Ponto	Data Coleta	Hora	Matriz	Vol. de Amostra	Nº Frascos	T °C Receb.	ky	ky
00665/2012	P001 - det 4199	29/06/12	09:00	OT	1L	1	24°	X	X
00666/2012	P002 - det 4200	29/06/12	09:00	OT	1L	1	24°	X	X
00667/2012	P003 - det 4201	29/06/12	09:00	OT	1L	1	24°	X	X
00668/2012	P004 - det 4202	29/06/12	09:00	OT	1L	1	24°	X	X
00669/2012	P005 - det 4203	29/06/12	09:00	OT	1L	1	24°	X	X

ky: *ky: técnico responsável*

Recebido por: Kellyene

Condições dos frascos na recepção: Intactos

Danificados:

Armazenamento:

Geladeira: APLY

Freezer: APLY

Hora: 09:00

Data: 24/04/12

Ambiente

Obs.:

05150018  
05160018

Despachado por:

Data:

Hora:

Resp pela retirada:

Local de despacho:

Meio de Transporte:

Número das Amostras Despachadas:

CADEIA Nº 154/2012