

| | | |
|--|---------------------------------------|-----------------------|
| Boletim de Ensaio Ecotoxicológico Óleo - <i>Lytechinus variegatus</i> | Código: L 723/14 FDA LVC | Revisão: 01 |
| | Data de emissão: 19/06/2014 | Página: 1/8 |



Av. Carlos Chagas Filho, 791
Pólo Bio-Rio // Laboratório 4
Cidade Universitária // Ilha do Fundão
CEP 21941-904 // Rio de Janeiro // RJ
55 (21) 3867 5651 // 55 (21) 3525 2466
Email: labtox@labtox.com.br
http://www.labtox.com.br

Solicitante: PETROBRAS/CENPES/PDEDS/AMA
Endereço: Cidade Universitária – Ilha do Fundão - Rio de Janeiro, RJ
CEP: 21.941-915 - Tel: (21) 2162-6668

Técnico solicitante: Bruno Corrêa Pereira
e-mail: brunocorrea@petrobras.com.br

Identificação da amostra: ÓLEO - SCAD 2014-006744-23 / 19

Data de coleta ou preparo: Não informada

Código da amostra no Labtox: 723/14 Data de entrada no Labtox: 30/04/2014

Data de início do ensaio: 03/06/2014 Data de término: 04/06/2014

Tipo de amostra: Óleo

Fração utilizada no ensaio: Fração dispersa em água (FDA)

Manutenção da amostra até a realização do ensaio: Temperatura ambiente

Avaliação solicitada: Ensaio ecotoxicológico crônico de curta duração com ouriço-do-mar

Organismo-teste: *Lytechinus variegatus* (ECHINODERMATA-ECHINOIDEA)

Efeito observado: Retardo ou anormalidade no desenvolvimento embrionário

Expressão dos resultados:

CENO (I) – maior concentração nominal da amostra no início do ensaio que não causa efeito significativamente diferente do controle;

CEO (I) – menor concentração nominal da amostra no início do ensaio que causa efeito significativamente diferente do controle;

VC(I) – Valor crônico (média geométrica de CENO(I) e CEO(I))

Método de cálculo: Teste de “William” do pacote estatístico Toxstat (Gulley *et al.*, 1991)

Método de Referência para ensaio com ouriço-do-mar: ABNT-NBR 15.350:2012. Ecotoxicologia Aquática – Toxicidade crônica – Método de Ensaio com ouriço-do-mar (*Echinodermata, Echinoidea*)

Método de Referência para o preparo da amostra: ABNT-NBR 15.469:2007. Ecotoxicologia Aquática – Preservação e preparo de amostras

Solução-estoque: 1.000 ppm de óleo (100% da FDA)

Soluções-teste: 62,5; 125; 250; 500 e 1.000 ppm de óleo



Av. Carlos Chagas Filho, 791
Pólo Bio-Rio // Laboratório 4
Cidade Universitária // Ilha do Fundão
CEP 21941-904 // Rio de Janeiro // RJ
55 (21) 3867 5651 // 55 (21) 3525 2466
Email: labtox@labtox.com.br
http://www.labtox.com.br

RESULTADOS

CENO(I) 125 ppm de óleo (12,5 % da FDA)

CEO(I) 250 ppm de óleo (25 % da FDA)

VC(I) 176,8 ppm de óleo (17,7 % da FDA)

Controle: 85,2 % de larvas pluteus

Ensaio com DSS (03/06/2014): 3,01 mg.L⁻¹ (IC: 2,95 – 3,10 mg.L⁻¹)

IC: Intervalo de confiança

Critérios de validação do ensaio:

Larvas pluteus normais no controle: ≥ 80%

Sensibilidade ao DSS: CI₅₀(I): 1,00 - 4,32 mg.L⁻¹ (17/09/2013)

Percentual médio de larvas pluteus normais ao final do ensaio, valores de salinidade (%), pH e oxigênio dissolvido (mg.L⁻¹) medidos no início (I) e ao término (T) do ensaio, no controle e nas diferentes soluções-teste.

| Soluções-teste (ppm de óleo) | Larvas pluteus normais (%) | Salinidade | | Oxigênio dissolvido | | pH | |
|---------------------------------|----------------------------------|------------|----|------------------------|------|------|------|
| | | I | T | I | T | I | T |
| Controle | 85,2 | 35 | 35 | 7,48 | 7,95 | 7,85 | 7,89 |
| 62,5 | 86,2 | 35 | 35 | 7,27 | 7,49 | 7,99 | 7,91 |
| 125 | 85,0 | 35 | 35 | 7,00 | 7,29 | 7,95 | 7,91 |
| 250 | 75,5* | 35 | 35 | 6,81 | 8,01 | 7,96 | 7,86 |
| 500 | 58,0* | 35 | 35 | 6,36 | 7,25 | 7,90 | 7,90 |
| 1.000** | 0,0* | 35 | 35 | 7,54 | 7,10 | 7,92 | 7,87 |

Controle: exposição dos organismos à água de diluição (água do mar natural) nas mesmas condições da amostra. **Solução-estoque. *Diferença significativa em relação ao controle.

ANÁLISE ESTATÍSTICA

Transform: NO TRANSFORMATION

WILLIAMS TEST (Isotonic regression model) TABLE 2 OF 2

| IDENTIFICATION | ISOTONIZED MEAN | CALC. WILLIAMS | SIG P=.05 | TABLE WILLIAMS | DEGREES OF FREEDOM |
|----------------|--------------------|-------------------|--------------|-------------------|-----------------------|
| Controle | 0.143 | | | | |
| 62,5 | 0.143 | 0.333 | | 1.75 | k= 1, v=15 |
| 125 | 0.148 | 0.000 | | 1.84 | k= 2, v=15 |
| 250 | 0.245 | 6.500 | * | 1.87 | k= 3, v=15 |
| 500 | 0.420 | 18.167 | * | 1.88 | k= 4, v=15 |

s = 0.021 Note: df used for table values are approximate when v > 20.

Boletim de Ensaio Ecotoxicológico
Óleo - *Lytechinus variegatus*

Código:
L 723/14 FDA LVC

Revisão:
01

Data de emissão:
19/06/2014

Página:
3/8



Av. Carlos Chagas Filho, 791
Pólo Bio-Rio // Laboratório 4
Cidade Universitária // Ilha do Fundão
CEP 21941-904 // Rio de Janeiro // RJ
55 (21) 3867 5651 // 55 (21) 3525 2466
Email: labtox@labtox.com.br
http://www.labtox.com.br

HISTÓRICO DE REVISÕES

| Nº da revisão | Responsável | Data | Alterações realizadas |
|---------------|-------------|------|-----------------------|
| - | - | - | - |

OBSERVAÇÕES:

- 1) O Labtox não é o responsável pela amostragem. A(s) amostra(s) foi (ram) coletada(s) e enviada(s) pelo solicitante.
- 2) Os dados apresentados nesse boletim são confidenciais e referem-se unicamente aos resultados obtidos no(s) ensaio(s) com a(s) amostra(s) acima citada(s). Os dados brutos encontram-se à disposição da Empresa solicitante no Labtox.
- 3) Este boletim só pode ser reproduzido por completo. A reprodução de partes deste, só pode ser realizada com autorização escrita do Labtox.

Signatário autorizado:

MSc Leila A. Silva Kraus
CRBio-2 - 12156/02
Diretora

Boletim de Ensaio Ecotoxicológico
Óleo - *Lytechinus variegatus*

Código:
L 723/14 FDA LVC

Revisão:
01

Data de emissão:
19/06/2014

Página:
4/8



Av. Carlos Chagas Filho, 791
Pólo Bio-Rio // Laboratório 4
Cidade Universitária // Ilha do Fundão
CEP 21941-904 // Rio de Janeiro // RJ
55 (21) 3867 5651 // 55 (21) 3525 2466
Email: labtox@labtox.com.br
<http://www.labtox.com.br>

ANÁLISES QUÍMICAS

Boletim de Ensaio Ecotoxicológico
Óleo - *Lytechinus variegatus*

Código:
L 723/14 FDA LVC

Revisão:
01

Data de emissão:
19/06/2014

Página:
5/8



Av. Carlos Chagas Filho, 791
Pólo Bio-Rio // Laboratório 4
Cidade Universitária // Ilha do Fundão
CEP 21941-904 // Rio de Janeiro // RJ
55 (21) 3867 5651 // 55 (21) 3525 2466
Email: labtox@labtox.com.br
http://www.labtox.com.br



Laboratório de Ensaio acreditado
pela Cgcre/Inmetro de acordo com
a ABNT NBR ISO/IEC 17025.



Innolab

Boletim de Ensaio

Emitido em: 18/07/2014

Orçamento Nº: 4670/2014
Amostra Nº: 34629/2014

Análise em amostras de ÁGUA SALINA

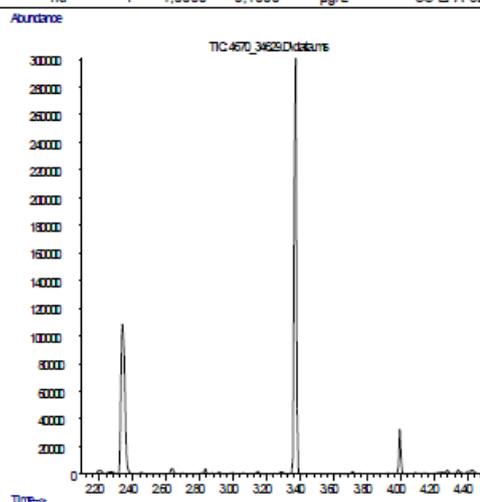
Cliente: LABTOX-LABORATORIO DE ANALISE AMBIENTAL LTDA
Endereço: Avenida Carlos Chagas Filho, 791 Fundação BIO-RIO - Cidade Universitária - Rio de Janeiro/RJ - CEP 21941-599
Localização do Projeto: Não fornecido
Data da Coleta: 03/06/2014 00:00
Entrega das amostras: 21/06/14
Início dos ensaios/extração: 30/06/2014
Término dos ensaios: 18/07/2014
Projeto: Não fornecido
Gerente do Projeto: Não fornecido

INNOLAB do Brasil Ltda.
Rua Sacadura Cabral - 236
Saúde - Rio de Janeiro - RJ
Cep. 20221-161
CNPJ. 04.183.043/0001-00
Tel. (21) 3509-1750
Fax (21) 2233-4621

Identificação da Amostra: Extrato FDA 423/14

Análises de BTEX Acreditadas

| Parâmetro | Resultado | D | L.Q. | L.D. | Unidade | Método |
|--------------|-----------|---|--------|--------|---------|---|
| Benzeno | nd | 1 | 1,0000 | 0,1000 | µg/L | US EPA 8260 C: 2006; US EPA 5021 A:2003 |
| Tolueno | nd | 1 | 1,0000 | 0,1000 | µg/L | US EPA 8260 C: 2006; US EPA 5021 A:2003 |
| Etilbenzeno | nd | 1 | 1,0000 | 0,1000 | µg/L | US EPA 8260 C: 2006; US EPA 5021 A:2003 |
| m.p - Xileno | nd | 1 | 2,0000 | 0,2000 | µg/L | US EPA 8260 C: 2006; US EPA 5021 A:2003 |
| O-Xileno | nd | 1 | 1,0000 | 0,1000 | µg/L | US EPA 8260 C: 2006; US EPA 5021 A:2003 |



Amostra Nº: 34629/2014

Página: 01 de 04

Boletim de Ensaio Ecotoxicológico
Óleo - *Lytechinus variegatus*

Código:
L 723/14 FDA LVC

Revisão:
01

Data de emissão:
19/06/2014

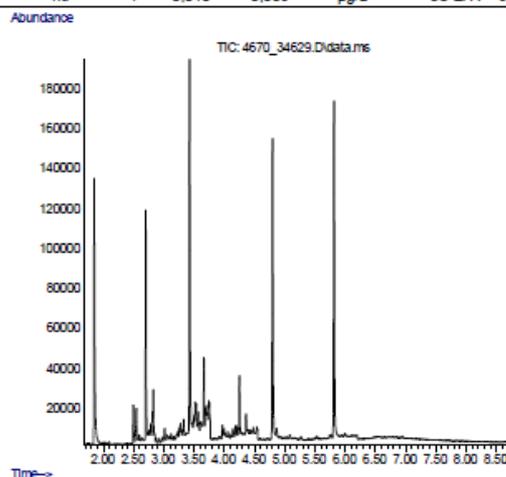
Página:
6/8



Av. Carlos Chagas Filho, 791
 Pólo Bio-Rio // Laboratório 4
 Cidade Universitária // Ilha do Fundão
 CEP 21941-904 // Rio de Janeiro // RJ
 55 (21) 3867 5651 // 55 (21) 3525 2466
 Email: labtox@labtox.com.br
 http://www.labtox.com.br

Análises de PAH Acreditadas

| Parâmetro | Resultado | D | L.Q. | L.D. | Unidade | Método |
|------------------------|-----------|---|-------|-------|---------|--|
| Naftaleno | nd | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Acenaftileno | nd | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Acenafteno | 0,014 | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Fluoreno | nd | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Fenantreno | 0,083 | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Antraceno | nd | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Fluoranteno | nd | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Fireno | 0,012 | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Benzo(a)antraceno | < 0,010 | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Criseo | 0,032 | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Benzo(b)fluoranteno | nd | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Benzo(K)fluoranteno | nd | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Benzo(a)pireno | < 0,010 | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Indeno(1,2,3,cd)Fireno | nd | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Dibenzo(a,h)antraceno | nd | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |
| Benzo(g,h,i)perileno | nd | 1 | 0,010 | 0,003 | µg/L | US EPA - 8270 D:2007; US EPA 3510 C:1996 |



Análises de TPH Fingerprint Acreditadas

| Parâmetro | Resultado | D | L.Q. | L.D. | Unidade | Método |
|-----------|-----------|---|-------|-------|---------|---|
| C 08 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 09 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 10 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 11 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 12 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 13 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 14 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 15 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 16 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 17 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| Pristano | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 18 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| Fitano | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 19 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 20 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 21 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 22 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |

Boletim de Ensaio Ecotoxicológico
Óleo - *Lytechinus variegatus*

Código:
L 723/14 FDA LVC

Revisão:
01

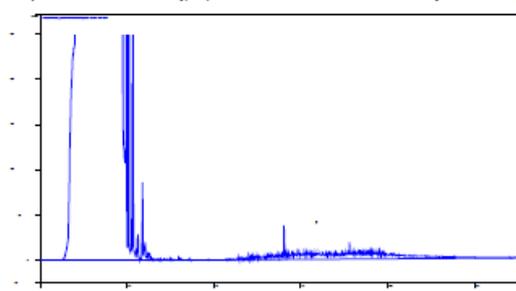
Data de emissão:
19/06/2014

Página:
7/8



Av. Carlos Chagas Filho, 791
 Pólo Bio-Rio // Laboratório 4
 Cidade Universitária // Ilha do Fundão
 CEP 21941-904 // Rio de Janeiro // RJ
 55 (21) 3867 5651 // 55 (21) 3525 2466
 Email: labtox@labtox.com.br
 http://www.labtox.com.br

| | | | | | | |
|-----------|-----|---|-------|-------|------|---|
| C 23 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 24 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 25 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 26 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 27 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 28 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 29 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 30 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 31 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 32 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 33 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 34 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 35 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 36 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 37 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 38 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 39 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| C 40 | nd | 1 | 2,000 | 1,000 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |
| TPH Total | 173 | 1 | 100 | 30 | µg/L | ISO 9377-2:2000 (E); US EPA 8015 D:2003 |



Padrões de Controle Analítico – PCA (Surrogate)

Taxa de Recuperação (Faixa de Aceitação: 70-130%)

| | | |
|----------------|-----|---|
| D6-Benzeno | 117 | % |
| p-Terfenil d14 | 76 | % |

Boletim de Ensaio Ecotoxicológico
Óleo - *Lytechinus variegatus*

Código:
L 723/14 FDA LVC

Revisão:
01

Data de emissão:
19/06/2014

Página:
8/8



Av. Carlos Chagas Filho, 791
Pólo Bio-Rio // Laboratório 4
Cidade Universitária // Ilha do Fundão
CEP 21941-904 // Rio de Janeiro // RJ
55 (21) 3867 5651 // 55 (21) 3525 2466
Email: labtox@labtox.com.br
http://www.labtox.com.br

1. Legenda

- L.D. – Limite de detecção reportado
- L.Q. – Limite de Quantificação reportado
- na – Não analisado
- nd – Não detectado
- D – diluição

2. Foram utilizados Brancos de Controle conforme metodologia informada.

3. Caso a amostragem não tenha sido realizada pela equipe da Eurofins Innolab, os resultados apresentados referem-se a amostra como recebida.

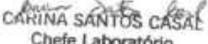
4. Os métodos utilizados neste(s) ensaios(s) apresentam-se conformes em relação ao método referenciado. Caso o(s) ensaio(s) tenha(m) apresentado desvio(s), adições ou exclusões, estes estarão listados no item informações adicionais do relatório.

5. Os valores para amostras sólidas são reportados em base seca.

6. As metodologias utilizadas nos ensaios encontram-se referenciadas ao final de cada parâmetro. As metodologias acreditadas poderão ser localizadas no site do INMETRO sob CRL 0310.

7. Este Boletim de Ensaio só deverá ser reproduzido por completo.

8. (*) = Análises terceirizadas ou subcontratadas em laboratórios acreditados e homologados pela Eurofins Innolab


CARINA SANTOS CASAL
Chefe Laboratório
Químico
CRQ - 03251114

Verificação de autenticidade : 953B3EE826176E828911FF262F45E934

Verifique a autenticidade do seu boletim de ensaio em: <http://relatorio.innolab.com.br/> e acesse o seu boletim on line digitando o código de segurança no campo indicado.