

Viamão, 12 de fevereiro de 2014

LAUDO ANALÍTICO BQ-97921/13 - Revisão 01

Empresa: Petróleo Brasileiro S.A. - Petrobras

Endereço: Av. Elias Agostinho, 665 - 27913-350 - Macaé - RJ

Identificação da amostra: 32 / 13 - 2
 Amostrado por: Cliente Data da coleta: 22/10/2013
 Data de recebimento: 25/10/2013 Período de análise: 14/11/13 a 15/11/13

RESULTADOS

CENO = 1,25%; CEO = 2,5%

A amostra ensaiada causou 2 % de efeito sobre o desenvolvimento embrionário dos organismos expostos na menor concentração testada e 100% de efeito sobre os organismos da maior concentração testada

METODOLOGIA

Teste de toxicidade realizado conforme a ABNT – NBR 15350, 2006. Ecotoxicologia Aquática – Toxicidade crônica de curta duração – Método de ensaio com ouriço-do-mar (Echinodermata: Echinoidea).

Organismo teste: *Lytechinus variegatus*

Objetivo: avaliar os efeitos tóxicos de uma amostra, e suas diluições, sobre o desenvolvimento embrionário dos organismos.

Condições ambientais

Temperatura:	entre 23 e 27°C
Fotoperíodo:	16h luz / 8h escuro
Salinidade:	33 ± 3 PSU
Período de exposição:	24 horas

CRITÉRIOS DE VALIDAÇÃO

	Critério	Resultado
Mortalidade no controle	Máximo 20%	0%
Oxigênio dissolvido	≥ 40% da saturação (3,6 mg/L)	5,94 mg/L
Substância de referência	CL 50 entre 3,73 e 8,35 mg/L	6,71 mg/L
Ensaio considerado válido.		

Programa estatístico: Toxstat versão 3.5.



LAUDO ANALÍTICO BQ-97921/13 - Revisão 01

INFORMAÇÕES DO ENSAIO

Data início:	14/11/2013	Data término:	15/11/13
Nº réplicas/concentração:	4	Substância de referência:	Dicromato de potássio
Temperaturas (°C):	Mín.: 24	Máx.: 25	Média: 24.5

Preparo das soluções para o ensaio

As concentrações teste foram preparadas utilizando-se água natural

Concentração (%)	Preparo das soluções teste			
A- Controle	água natural			
B- 0,16	25 mL de C	→	50 mL de água natural	
C- 0,31	25 mL de D	→	50 mL de água natural	
D- 0,63	25 mL de E	→	50 mL de água natural	
E- 1,25	25 mL de F	→	50 mL de água natural	
F- 2,50	25 mL de G	→	50 mL de água natural	
G- 5	50 mL de amostra	→	--	
H- --	--	→	--	
I- --	--	→	--	
J- --	--	→	--	
K- --	--	→	--	

Resultados analíticos dos parâmetros físico químicos

Identificação	Salinidade (‰)		Oxigênio dissolvido (mg/L)		pH	
	Inicial	Final	Inicial	Final	Inicial	Final
Controle	32,4	34,5	6,27	5,94	7,89	7,85
0,15625 %	34,8	33,7	6,28	5,84	7,71	7,71
0,3125 %	34,4	33,9	6,27	5,81	7,71	7,71
0,625 %	34,5	33,4	6,27	5,82	7,72	7,72
1,25 %	34,7	33,5	6,28	5,84	7,71	7,71
2,5 %	34,3	33,4	6,27	5,82	7,71	7,71
5 %	34,7	33,3	6,26	5,83	7,72	7,72
-- %	--	--	--	--	--	--
-- %	--	--	--	--	--	--
-- %	--	--	--	--	--	--
-- %	--	--	--	--	--	--



LAUDO ANALÍTICO BQ-97921/13 - Revisão 01

* Alterações no desenvolvimento embrionário

Identificação	Réplica	Desenvolvimento embrionário		% de Efeito
		Atrasado	Normal	
Controle	A1	0	100	0
	A2	0	100	
	A3	0	100	
	A4	0	100	
0,15625 %	B1	3	97	2
	B2	1	99	
	B3	2	98	
	B4	2	98	
0,3125 %	C1	4	96	3
	C2	2	98	
	C3	1	99	
	C4	5	95	
0,625 %	D1	2	98	3,75
	D2	5	95	
	D3	3	97	
	D4	5	95	
1,25 %	E1	1	99	3
	E2	6	94	
	E3	4	96	
	E4	1	99	
2,5 %	F1	3	97	2,75
	F2	2	98	
	F3	2	98	
	F4	4	96	
5 %	G1	100	0	100
	G2	100	0	
	G3	100	0	
	G4	100	0	
-- %	H1	--	--	--
	H2	--	--	
	H3	--	--	
	H4	--	--	
-- %	I1	--	--	--
	I2	--	--	
	I3	--	--	
	I4	--	--	
-- %	J1	--	--	--
	J2	--	--	
	J3	--	--	
	J4	--	--	



LAUDO ANALÍTICO BQ-97921/13 - Revisão 01

Desvios durante a condução do ensaio: Não observados - CE50 = 3,41%

Procedimentos estatísticos empregados:

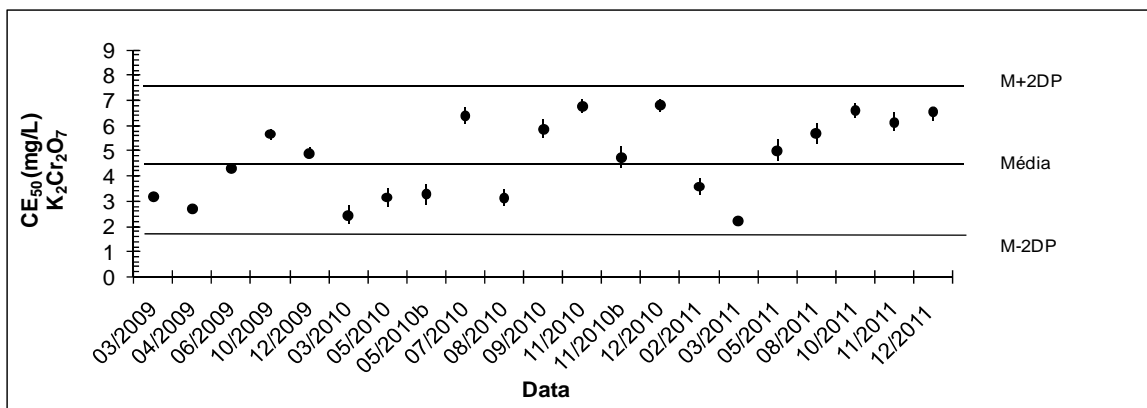
Normalidade:	Normal conforme Chi Square Test
Procedimento de comparação múltipla empregado:	Dunnett's Test

• Determinação de efeitos tóxicos comparado ao controle empregado

GROUP	IDENTIFICATION	TRANSFORMED MEAN	MEAN CALCULATED IN ORIGINAL UNITS	T STAT	SIG
1	Controle	0.2500	0.2500		
2	0,16%	2.0000	2.0000	0.9937	
3	0,31%	3.0000	3.0000	1.5616	
4	0,63%	3.7500	3.7500	1.9875	
5	1,25%	3.0000	3.0000	1.5616	
6	2,50%	5.7500	5.7500	3.1232	*
7	5,0%	100.0000	100.0000	56.6433	*

Dunnett critical value = 2.4600 (1 Tailed, alpha = 0.05, df [used] = 6,20)
(Actual df = 6,21)

Carta controle da substância de referência



Bender

Elisangela Patrícia Bender
Bióloga – CRBio – 25645 03D

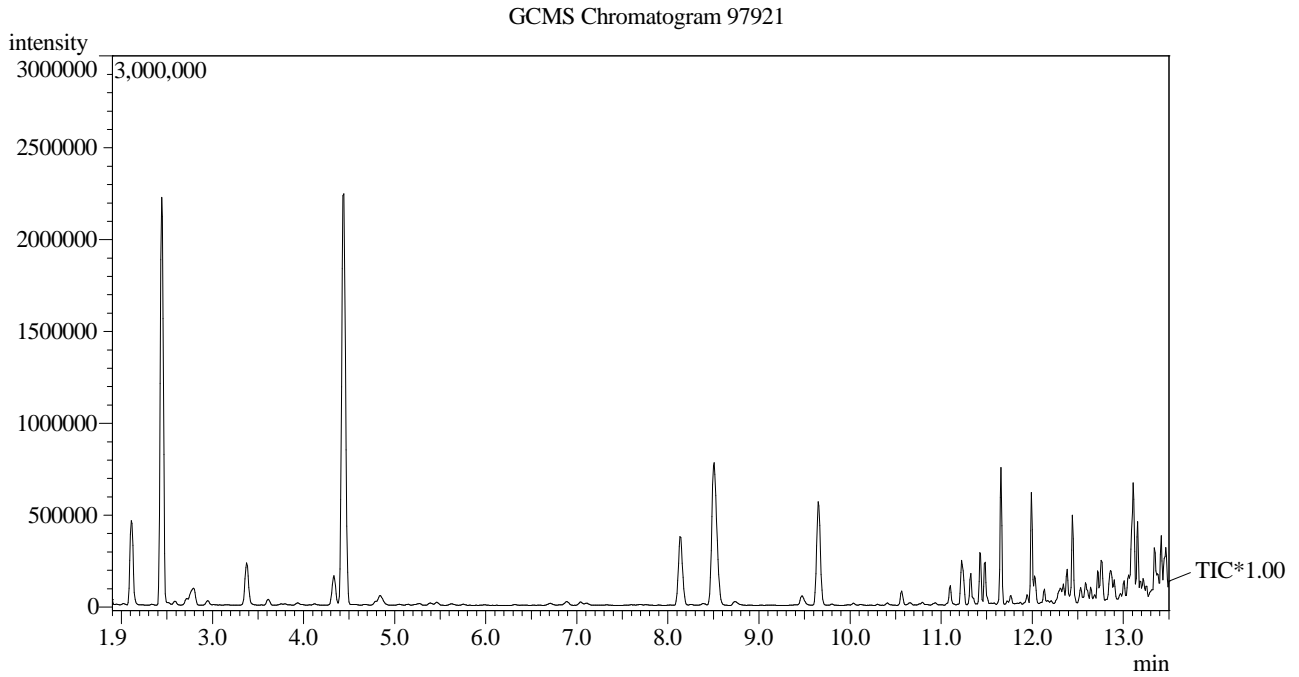
Os resultados contidos nesse documento têm significação restrita e se aplicam exclusivamente à amostra ensaiada. Este documento só pode ser reproduzido na íntegra.

Anexo

Cromatogramas

Analyzed by : Admin
 Analyzed : 6/11/2013 09:53:25
 Sample Type : Unknown
 Level # : 1
 Sample Name : 97921
 Sample ID : VOC
 Vial # : 1
 Injection Volume : 1
 Data File : C:\GCMSsolution\Data\Corrida\VOC\051113 CQ465\Bq97921.qgd
 \$EndIf\$Modified by : Admin
 Modified : 7/2/2014 13:20:07

Equipamento:GC-2010 GCMS-QP2010 Marca Shimadzu
 Detector: Espectrometria de Massas
 Coluna: ZB5ms - (30mX0,25umX0,25mm)
 Rampa de Aquecimento:40°C 5min 3°C/min 50°C 1 min 30°C/min 220°C 1min.
 Inj: 250 Det: 320°C
 Analise modo: Scan
 Split: 1:20 Fluxo: 1,49 ml/min



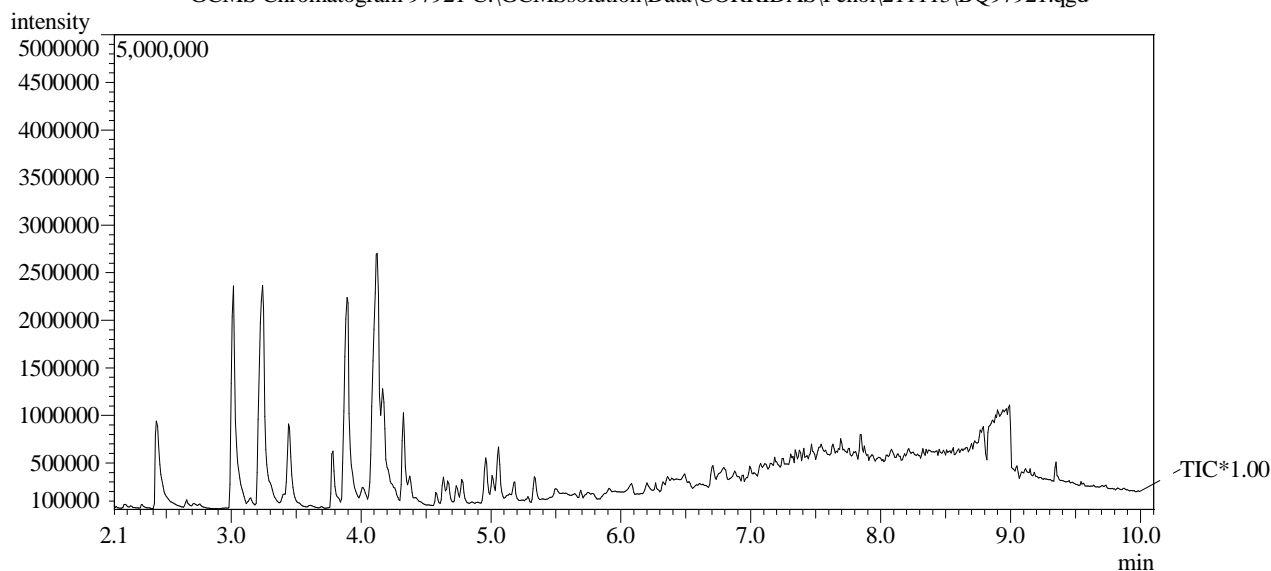
Quantitative Result Table

ID#	R.Time	m/z	Conc.	Conc.Un	Name
1	-	61.00	N.D.	mg/L	1,1-Dicloroetano
2	-	43.00	N.D.	mg/L	Cloroformio
3	2.443	78.00	1.760	mg/L	Benzeno
4	-	95.00	N.D.	mg/L	Tricloroetano
5	4.437	91.00	1.348	mg/L	Tolueno
6	8.137	91.00	0.273	mg/L	Etilbenzeno
7	8.505	106.00	0.338	mg/L	p-Xileno
8	8.506	91.00	0.361	mg/L	m-Xileno
9	9.652	91.00	0.443	mg/L	o-Xileno
10	-	146.00	N.D.	mg/L	1,4-Diclorobenzeno
11	-	105.00	N.D.	mg/L	1,3-Diclorobenzeno
12	-	146.00	N.D.	mg/L	1,5-Diclorobenzeno

Data Acquired by : Admin
 Acquisition Date : 21/11/2013
 Sample Name : 97921
 Sample ID : Fenol
 Injection Volume : 1.00
 Data File : C:\GCMSsolution\Data\CORRIDAS\Fenol\211113\BQ97921.qgd
 Tipo : Unknown

Equipamento:GC-2010 GCMS-QP2010 ULTRA, Marca Shimadzu
 Detector: Espectrometria de Massas
 Coluna: ZB-5 (10mX0,10umX0,10mm)
 Rampa de Aquecimento: 60°C (0,5 min); 14°C/min; 150°C; 50°C/min; 290°C (0,3 min).
 Inj: 310°C Det 310°C
 Analise modo: Sim
 Splitless Fluxo: 0,47 ml/min

GCMS Chromatogram 97921 C:\GCMSsolution\Data\CORRIDAS\Fenol\211113\BQ97921.qgd



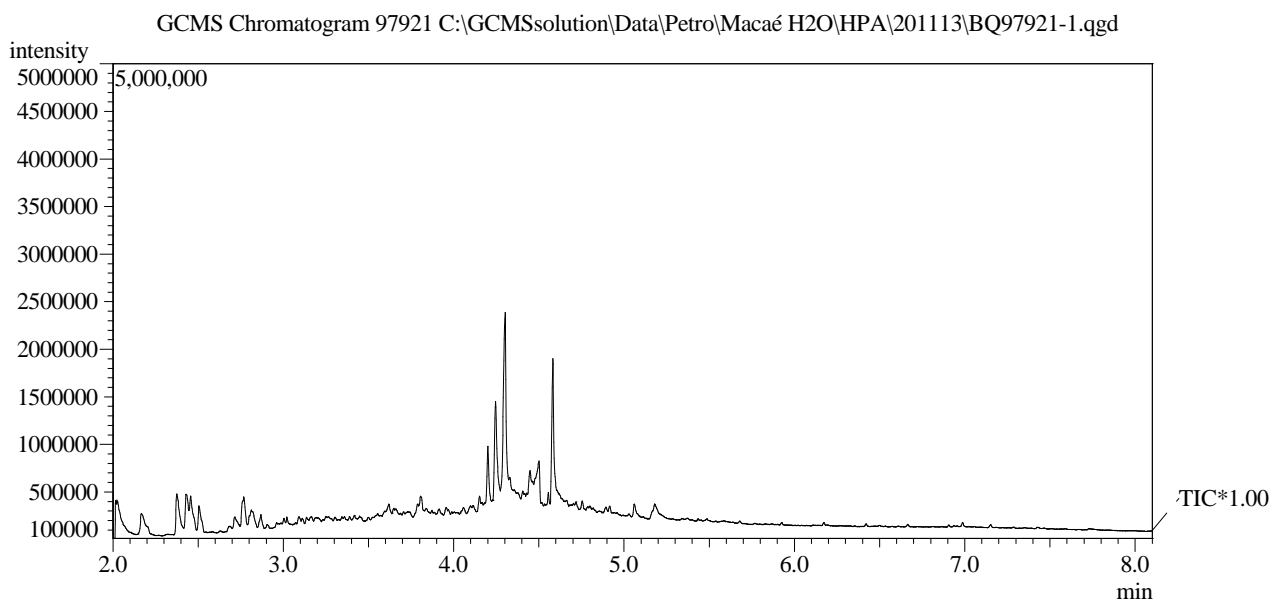
Quantitative Result Table

ID#	Name	Conc.	Conc.Un	Area	Height	R.Time
1	Fenol	61.049	ppm	2447287	782494	2.428
2	2-Clorofenol	N.D.	ppm	---	---	-
3	2-Metilfenol	117.525	ppm	2628665	1138530	3.015
4	3-Metilfenol	52.286	ppm	3236609	1066508	3.241
5	2-Etilfenol	N.D.(W/B)	ppm	---	---	-
6	4-Metilfenol	52.773	ppm	3321289	1026537	3.240
7	4-Etilfenol	N.D.(W/B)	ppm	---	---	-
8	2-Nitrofenol	N.D.	ppm	---	---	-
9	2,4-Dimetilfenol	74.211	ppm	2821158	998348	3.893
10	2,5-Dimetilfenol	N.D.(W/B)	ppm	---	---	-
11	2,6-Dimetilfenol	N.D.(W/B)	ppm	---	---	-
12	2,4-Diclorofenol	N.D.	ppm	---	---	-
13	2,6-Diclorofenol	N.D.	ppm	---	---	-
14	2,3,5-Trimetilfenol	N.D.(W/B)	ppm	---	---	-
15	3,4-Dimetilfenol	N.D.(W/B)	ppm	---	---	-
16	3,5-Dimetilfenol	N.D.(W/B)	ppm	---	---	-
17	4-Cloro-3-Metilfenol	N.D.	ppm	---	---	-
18	2,4,5-Triclorofenol	N.D.	ppm	---	---	-
19	2,4,6-Triclorofenol	N.D.	ppm	---	---	-
20	2,4-Dinitrofenol	N.D.	ppm	---	---	-
21	4-Nitrofenol	N.D.	ppm	---	---	-
22	2-Isopropilfenol	N.D.(W/B)	ppm	---	---	-
23	2,3,4,5-Tetraclorofenol	N.D.(Peak)	ppm	---	---	-
24	2,3,4,6-Tetraclorofenol	N.D.(W/B)	ppm	---	---	-
25	2,4,6-Tetraclorofenol	N.D.(Peak)	ppm	---	---	-
26	2,3,5,6-Tetraclorofenol	N.D.(Peak)	ppm	---	---	-

ID#	Name	Conc.	Conc.Un	Area	Height	R.Time
27	4,6-Dinitro-2-Metilfenol	N.D.	ppm	---	---	-
28	Pentaclorofenol	N.D.	ppm	---	---	-
29	Dinoseb	N.D.	ppm	---	---	-
30	2-Ciclohexil-4,6-Dinitrofenol	N.D.	ppm	---	---	-

Data Acquired by : Admin
 Acquisition Date : 20/11/2013
 Sample Name : 97921
 Sample ID : HPA
 Injection Volume : 1.00
 Data File : C:\GCMSsolution\Data\Petro\Macaé H2O\HPA\201113\BQ97921-1.qgd
 Tipo : Unknown

Equipamento:GC-2010 GCMS-QP2010 ULTRA, Marca Shimadzu
 Detector: Espectrometria de Massas
 Coluna: ZB-5 (10mX0,10umX0,10mm)
 Rampa de Aquecimento: 85°C (0,8 min); 50°C/min; 150°C; 40°C/min; 160°C; 40°C/min; 250°C.
 Inj: 310°C Det 310°C
 Analise modo: Sim
 Splitless Fluxo: 0,46 ml/min



Quantitative Result Table

ID#	Name	Conc.	Conc.Un	m/z	Area	Height	R.Time
1	Naftaleno	N.D.	(Ref) ppm	128.00	---	---	-
2	1-Metilnaftaleno	N.D.	(W/B) ppm	141.00	---	---	-
3	2-Metilnaftaleno	N.D.	(W/B) ppm	141.00	---	---	-
4	C2-Naftalenos	0.000	ppm	156.00	520940	141953	2.769
5	C3-Naftalenos	0.000	ppm	170.00	277027	37749	3.090
6	C4-Naftalenos	N.D.	(W/B) ppm	184.00	---	---	-
7	Acenaftaleno	N.D.	(Ref) ppm	152.00	---	---	-
8	Acenafteno	N.D.	(Ref) ppm	153.00	---	---	-
9	Fluoreno	0.066	ppm	165.00	19495	27291	3.250
10	C1-Fluorenos	N.D.	ppm	180.00	---	---	-
11	C2-Fluorenos	N.D.	ppm	194.00	---	---	-
12	C3-Fluorenos	N.D.	(W/B) ppm	208.00	---	---	-
13	Dibenzotiofeno	N.D.	ppm	184.00	---	---	-
14	C1-Dibenzotiofenos	N.D.	ppm	198.00	---	---	-
15	C2-Dibenzotiofenos	N.D.	ppm	212.00	---	---	-
16	C3-Dibenzotiofenos	N.D.	(W/B) ppm	226.00	---	---	-
17	Fenantreno	0.431	ppm	178.00	151269	146720	3.809
18	C1-Fenantrenos	0.000	ppm	192.00	185629	66696	4.166
19	C2-Fenantrenos	N.D.	ppm	206.00	---	---	-
20	C3-Fenantrenos	N.D.	ppm	220.00	---	---	-
21	C4-Fenantrenos	N.D.	ppm	234.00	---	---	-
22	Antraceno	N.D.	(Ref) ppm	178.00	---	---	-
23	Fluoranteno	N.D.	(Ref) ppm	202.00	---	---	-
24	Pireno	N.D.	ppm	202.00	---	---	-
25	C1-Pirenos	N.D.	ppm	216.00	---	---	-
26	C2-Pirenos	N.D.	ppm	216.00	---	---	-

ID#	Name	Conc.	Conc.Un	m/z	Area	Height	R.Time
27	Benzo(a)antraceno	N.D.	ppm	228.00	---	---	-
28	Criseno	0.039	ppm	228.00	12589	10273	5.480
29	C1-Crisenos	0.000	ppm	242.00	21454	5799	5.771
30	C2-Crisenos	N.D.	ppm	256.00	---	---	-
31	Benzo(b)fluoranteno	N.D.(Ref)	ppm	252.00	---	---	-
32	Benzo(k)fluoranteno	N.D.(Ref)	ppm	252.00	---	---	-
33	Benzo(e)pireno	N.D.(Ref)	ppm	252.00	---	---	-
34	Benzo(a)pireno	N.D.	ppm	252.00	---	---	-
35	Perileno	N.D.(Ref)	ppm	252.00	---	---	-
36	Indeno(1,2,3-cd)pireno	N.D.	ppm	276.00	---	---	-
37	Dibenzo(a,h)antraceno	N.D.(Ref)	ppm	278.00	---	---	-
38	Benzo(g,h,i)perileno	N.D.(Ref)	ppm	276.00	---	---	-

Sample Information

Analysis Date & Time : 21/11/2013 16:35:05
 User Name : Admin
 Vial# : 2
 Sample Name : 97921
 Sample ID : TPH
 Sample Type : Unknown
 Injection Volume : 1,00
 Multi Injection# : 1

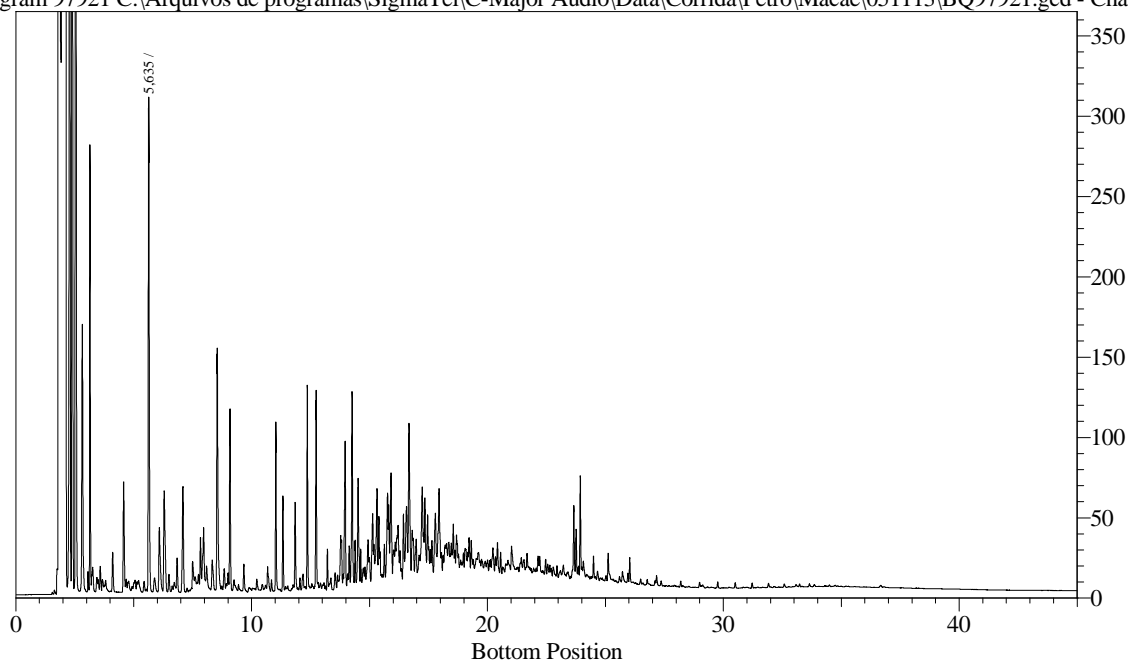
Level# : 1
 Data Name : C:\Arquivos de programas\SigmaTel\C-Major Audio\Data\Corrida\Petro\Macaé\051113\BQ97921.gcd

Coluna cromatografica
 DB1 (30m 0.25mm 0.25µm) (ou equivalente)

Condições para o cromatografo

Volume de injeção: 1,0 µL
 Temperatura da coluna: 35°C
 Temperatura do injetor: 280°C
 Temperatura do detector: 325°C
 Rampa de aquecimento: 35°C(5min) - 10°C/min - 325°C(15min)
 Split 1:10
 Fluxo: 1,53 mL/min

romatogram 97921 C:\Arquivos de programas\SigmaTel\C-Major Audio\Data\Corrida\Petro\Macaé\051113\BQ97921.gcd - Channe



Peak Table - Channel 1

Ret.Time	Area	Conc.	Units
5,635	11042875	0,000	
Total	11042875		