UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Instituto de Biociências
Câmpus do Litoral Paulista

Impactos ambientais do óleo na costa leste do litoral Nordeste brasileiro: toxicidade de sedimentos sobre organismos aquáticos e risco ambiental

Maysa Ueda de Carvalho

São Vicente, SP

2023

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Instituto de Biociências
Câmpus do Litoral Paulista

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"Júlio de Mesquita Filho"

INSTITUTO DE BIOCIÊNCIAS
CÂMPUS DO LITORAL PAULISTA

Impactos ambientais do óleo na costa leste do litoral Nordeste brasileiro: toxicidade de sedimentos sobre organismos aquáticos e risco ambiental.

Pós-graduanda: Maysa Ueda de Carvalho

Orientador: Prof . Dr . Denis Moledo de Souza Abessa

Coorientador: Prof . Dr . Lucas Buruaem Moreira

Dissertação apresentada ao Instituto de Biociências, Câmpus do Litoral Paulista, UNESP, para obtenção do título de Mestre no Programa de Pós-Graduação em Biodiversidade de Ambientes Costeiros.

São Vicente, SP

2023

UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Instituto de Biociências
Câmpus do Litoral Paulista

C331i

Carvalho, Maysa Ueda de
Impactos ambientais do óleo na costa leste do litoral Nordeste brasileiro: toxicidade de sedimentos sobre organismos aquáticos e risco ambiental / Maysa Ueda de Carvalho. -- São Vicente, 2023
87 p. : tabs., fotos, mapas

Dissertação (mestrado) - Universidade Estadual Paulista (Unesp), Instituto de Biociências, São Vicente
Orientador: Denis Moledo de Souza Abessa
Coorientador: Lucas Buruaem Moreira

1. Toxicidade Testes. 2. Impacto Ambiental Avaliação. 3. Petróleo. 4. Toxicologia ambiental. 5. Solos Poluição por óleo. I. Título.

Sistema de geração automática de fichas catalográficas da Unesp. Biblioteca do Instituto de Biociências, São Vicente. Dados fornecidos pelo autor(a).

Essa ficha não pode ser modificada.

"Posso não saber agora que riscos corro, mas sei que, como presença no mundo, corro risco. É que o risco é um ingrediente necessário à mobilidade sem a qual não há cultura nem história. Daí a importância de uma educação que, em lugar de procurar negar o risco, estimule mulheres e homens a assumi-lo. É assumindo o risco, sua inevitabilidade, que me preparo ou me torno apto a assumir este risco que me desafia agora e a que devo responder. É fundamental que eu saiba não haver existência humana sem risco, de maior ou de menor perigo. Enquanto objetividade o risco implica a subjetividade de quem o corre. Neste sentido é que, primeiro, devo saber que a condição de existentes nos submete a riscos; segundo, devo lucidamente ir conhecendo e reconhecendo o risco que corro ou que posso vir a correr para poder conseguir um eficaz desempenho na minha relação com ele."

-Paulo Freire

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer aos professores Denis Abessa e Lucas Buruaem por todo o apoio, orientação e amizade. Aos membros da banca de qualificação e defesa, por gentilmente contribuírem para a minha formação revisando e colaborando com este documento. E aos professores de diversos grupos de pesquisas que me auxiliaram me orientando informalmente em cada análise geológica, química, biológica e estatística, vocês me proporcionaram atalhos didáticos nessa estrada do conhecimento multidisciplinar.

À Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) (Processo n° 2020/04779-6 e 2020/03828-3), pelo suporte financeiro para a execução deste estudo e da minha formação durante a iniciação científica.

Ao laboratório de ecotoxicologia do NEPEA, onde me sinto em casa desde 2015, e que me proporcionou estrutura para a realização de várias experiências enriquecedoras. Assim como aos laboratórios parceiros que nos estendeu o espaço, amostras ambientais, estrutura para as análises e apoio: O LECOTOX – UNISANTA, LECMAR – UNIFESP, LABOMAR – UFC, LOGeo – UFPR por meio do Projeto Entre Mares (CAPES) na UFBA, LACE – UFPE e LABSED – USP.

Ao Programa de Pós-Graduação em Biodiversidade de Ambientes Costeiros e ao Instituto de Biociências do Campus do Litoral Paulista (UNESP - São Vicente), pela oportunidade de me desenvolver profissionalmente durante a minha formação, assim como, aos funcionários por todo o suporte.

A todos os meus amigos que mantiveram a confiança em mim, me estimulando a descansar, me dando abrigo e apoio quando precisei. A minha gatinha Xuxa por todas as massagens, carinhos e companhia. Um obrigada em especial a Gabi Madazio, Cristiane, Gabi Artimonte, Tremen, Huguinho, Caio, Giovanni, Lucas, Ney, Glaucco, Diego, João, Felipe, Breno e Raphael, é um privilégio poder compartilhar tantos momentos com vocês.

À minha família por aceitar minhas escolhas e me apoiarem a testar todas as possibilidades que almejei longe de casa. Me sinto honrada por trazer a resiliência das mulheres que me criaram, graças aos seus ensinamentos eu vendi muitos brigadeiros, prestei muitos "bicos" e nunca deixei de me sentir bem por ter a dignidade de trabalhar no que fosse preciso para me formar, fazendo tudo da melhor maneira que eu conseguisse.

RESUMO

Desde 30 agosto de 2019, toneladas de óleo bruto de origem desconhecida começaram a chegar à costa do Nordeste (NE) brasileiro, espalhando-se por 11 estados e atingindo mais de 55 áreas marinhas protegidas. Após atingir a costa, o óleo pode sofrer diversos processos de transformação, como interagir com diferentes matrizes sedimentares, podendo gerar efeitos nocivos a uma gama de organismos, comprometendo a biota local. Este estudo visou analisar o potencial tóxico de sedimentos de regiões afetadas pelo óleo, logo no início do evento em praias do Ceará (CE), e meses depois em áreas recifais de Pernambuco (PE) e estuarinas da Bahia (BA). Os sedimentos foram caracterizados quanto ao perfil químico, sedimentológico e ecotoxicológico. Em relação a toxicidade, foram empregados três tipos de exposição: (1) sedimento integral, pela toxicidade aguda com o anfípodo marinho *Tiburonella viscana* e crônica com o copépodo estuarino *Nitocra* sp.; (2) elutriatos e (3) interface sedimento água, ambos para toxicidade crônica com embriões do ouriço-do-mar (*Echinometra lucunter*) e *Nitocra* sp. Os resultados foram integrados através da análise de componentes principais (PCA). Nos sedimentos coletados no CE houve concentrações de HPAs e toxicidade para todos os organismos. Em PE, a toxicidade foi mais fortemente relacionada aos altos níveis de amônia e ao tamanho dos grãos, e houve a diminuição da toxicidade aguda para a *T. viscana* nas praias do Janga e Carneiros, ao longo do tempo, enquanto para *E. lucunter* e *Nitocra* sp., a maioria das amostras foi tóxica. Todas as amostras da BA foram tóxicas em pelo menos um teste, e algumas apresentaram altas concentrações de HPAs, além de amônia e sedimentos grosseiros. Em algumas das áreas da BA o baixo hidrodinamismo que pode ter favorecido o acúmulo dos componentes do óleo no sedimento. Em alguns pontos, sobretudo em PE, a toxicidade pode ter sido influenciada pelo histórico de contaminação antrópica difusa, e altos níveis de amônia natural. Estudos ecotoxicológicos com organismos tropicais são fundamentais para a efetiva avaliação dos impactos e riscos ambientais decorrentes de vazamentos de óleo, e deveriam constituir ferramentas dentro dos planos de contingência e ações de resposta a emergências por óleo que atingem os ecossistemas costeiros do Brasil.

Palavras-chaves: *Ecotoxicologia; petróleo; animais marinhos; emergências ambientais; poluição marinha.*

Environmental impacts of oil on the East Coast of the Brazilian Northeastern coastline: sediment toxicity on aquatic organisms and environmental risk.

ABSTRACT

Since August 30th, 2019, tons of crude oil from a mysterious origin started reaching the Brazilian Northeastern (NE) coast, spreading across the coastline of 11 states and causing a set of environmental impacts including the contamination of more than 55 marine protected areas. After reaching the coast, the oil is subjected to multiple transformation processes, which include its spreading in different environmental matrices and the consequent harmful effects on a range of organisms. This study aimed to analyze the toxicity of sediments collected from different regions affected by the oil. Sediment samples were collected from beaches of Ceará (CE), during the oil arrival, while sediments from reef zones of Pernambuco (PE) and estuarine areas of Bahia (BA) were collected months after the incident. The sediments were characterized for their chemical, sedimentological, and ecotoxicological profiles. The toxicity assessment included three types of exposure: (1) whole sediment, for acute toxicity with the marine amphipod *Tiburonella viscana* and chronic toxicity with the estuarine copepod *Nitocra* sp.; (2) elutriates; and (3) sediment-water interface, both evaluating the chronic toxicity on sea urchin (*Echinometra lucunter*) embryos and *Nitocra* sp. The results were integrated through principal component analysis (PCA). The sediments from CE beaches exhibited relevant concentrations of PAHs and toxicity for all organisms. In turn, in sediments from PE, toxicity was strongly related with the levels of ammonia and coarse grain size, and a decrease of acute toxicity to *T. viscana* was observed at samples from Janga and Carneiros beaches. Most samples were toxic for *E. lucunter* and *Nitocra* sp. All samples from BA were toxic in at least one test, and some showed high concentrations of PAHs and ammonia. In some areas of BA, the low hydrodynamics may have favored the accumulation of oil components in the sediment. In some sampling sites, such as Baía de Todos os Santos and others from PE, the sediment toxicity was likely influenced by other contaminants and high levels of natural ammonia. Ecotoxicological studies with tropical organisms are essential for the effective assessment of environmental impacts and risks resulting from oil spills and should be considered tools within contingency plans and emergency response actions for oil spills that affect Brazilian coastal ecosystems.

Keywords: *Ecotoxicology; petroleum; marine animals; environmental emergencies; marine pollution.*

LISTA DE TABELAS

Tabela 1. Classificação Granulométrica de acordo com a Norma Técnica ABNT 6502/95.. 16

Tabela 2. Figuras de méritos analíticas..... 19

Tabela 3. Classificação granulométrica dos sedimentos do Ceará e do sedimento controle.. 29

Tabela 4. Classificação granulométrica dos sedimentos de Pernambuco e do sedimento controle.....29

Tabela 5. Classificação granulométrica dos sedimentos da Bahia e do sedimento controle...30

Tabela 6. Teores de MO (%) e amônia total dos sedimentos de Pernambuco e controle..... 30

Tabela 7. Teores de MO (%) e amônia dissolvida dos sedimentos da BA e controle..... 31

Tabela 8. Níveis de HPAs (ng/g), dos sedimentos do Ceará. (<LD: Menor que Limite de Detecção utilizado na medição)..... 31

Tabela 9. Níveis de HPAs (ng/g), dos sedimentos de Pernambuco, na primeira campanha. (<LD: Menor que Limite de Detecção utilizado na medição)..... 32

Tabela 10. Níveis de HPAs (ng/g), dos sedimentos da Bahia..... 34

Tabela 11: Resultado da análise de componentes principais para dados químicos e toxicidade referentes ao estado do Ceará. Os valores ≥ ±0,45 foram destacados em vermelho..... 41

Tabela 12: Resultado da análise de componentes principais para dados químicos e toxicidade referentes ao estado do Pernambuco. As correlações ≥ ±0,45 foram destacadas em vermelho.....42

Tabela 13: Resultado da análise de componentes principais para dados químicos e toxicidade referentes ao estado da Bahia. As correlações ≥ ±0,45 foram destacadas em vermelho..... 43

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Mapa da área de estudo com os pontos de coleta..... 11

Figura 2. Fotografia de uma das amostras obtidas na praia de Jericoacoara – CE, contendo aglomerados de óleo e areia..... 12

Figura 3. Sistema interface sedimento-água montado nos tubos de ensaio de vidro..... 21

Figura 4. Teste de toxicidade aguda com o anfípodo (*Tiburonella viscana*), exposto ao sedimento Integral..... 23

Figura 5. Fases do ciclo de vida do copépodo *Nitocra* sp. Fonte: Ueda-De-Carvalho et al., (2019)..... 23

Figura 6. Teste de toxicidade com copépodo *Nitocra* sp., exposto ao sedimento integral, fixado e corado com Rosa de Bengala..... 25

Figura 7. Fases do desenvolvimento embriolarval de *E. lucunter*, avaliadas no teste de toxicidade crônica. Larvas com desenvolvimento normal em 42h, e embriões e larvas em estágios anormais (com malformações e desenvolvimento retardo observados em 42h..... 27

Figura 8. Testes de toxicidade referentes ao estado do Ceará: (**A**) Teste de toxicidade aguda de sedimento integral com o anfípodo *T. viscana*; (**B**) teste de toxicidade crônica de sedimento integral com o copépodo *Nitocra* sp.; (**C**) teste de toxicidade crônica com o copépodo *Nitocra* sp.; (**D**) teste de toxicidade crônica com embriões do ouriço-do-mar *E. lucunter*; e (**E**) teste de toxicidade crônica do sistema interface sedimento-água sobre embriões do ouriço-do-mar *E. lucunter*..... 36

Figura 9. Comparação entre a 1ª campanha e a 2ª campanha dos testes de toxicidade aos sedimentos do estado de Pernambuco com: (A) O com o anfípodo *Tiburonella viscana*, expostos sedimento integral; (B) com o copépodo *Nitocra* sp., expostos sedimento integral; (C) *Nitocra* sp., e expostos aos elutriatos; (D) com embriões de ouriço-do-mar *E. lucunter*, expostos aos elutriatos; (E) e *E. lucunter*, expostos no sistema interface sedimento-água..... 38

Figura 10. Testes de toxicidade referentes ao estado da Bahia: (**A**) Teste de toxicidade aguda de sedimento integral com os anfípodos *T. viscana*; (**B**) Teste de toxicidade crônica de sedimento integral do copépodo *Nitocra* sp.; (**C**) Teste de toxicidade crônica dos elutriatos com *Nitocra* sp.; (**D**) Teste de toxicidade crônica dos elutriatos com embriões de ouriço-do-mar *E. lucunter*; (**E**) Teste de toxicidade crônica no sistema interface sedimento-água com *E. lucunter*. 40

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO..... 1
2. OBJETIVO..... 10
3. MATERIAIS E MÉTODOS..... 10
3.1 Área de estudo..... 10
3.1.1 Características específicas da área de estudo: Ceará..... 13
3.1.2 Características específicas da área de estudo: Pernambuco..... 14
3.1.3 Características específicas da área de estudo: Bahia..... 15
3.2 Caracterização sedimentológica..... 15
3.2.1 Análise granulométrica..... 15
3.2.2 Análise dos teores de matéria orgânica (% MO) 17
3.2.3 Análise química dos HPAs (cromatografia gasosa) 18
3.3 Preparação das amostras para os testes de toxicidade..... 20
3.3.1 Sedimento integral..... 20
3.3.2 Elutriato obtido do sedimento..... 20
3.3.3 Sistema interface sedimento – água..... 21
3.4 Testes de toxicidade..... 21
3.4.1 Teste de toxicidade aguda com o anfípodo (*Tiburonella viscana*), exposto ao sedimento integral..... 21
3.4.2 Teste de toxicidade crônica com o copépodo (*Nitocra* sp.), exposto ao sedimento integral 23
3.4.3 Teste de toxicidade crônica com o copépodo (*Nitocra* sp.), expostos ao elutriato..... 25
3.4.4 Teste de toxicidade crônica de curta duração com embriões de ouriço-do-mar (*Echinometra lucunter*), expostos ao elutriato. 25
3.4.5 Teste de toxicidade crônica de curta duração com embriões do ouriço-do-mar (*Echinometra lucunter*), expostos no sistema interface sedimento-água..... 27
3.5 Análise dos parâmetros físico-químicos..... 28
3.6 Análise estatística dos testes de toxicidade..... 28
3.7 Integração dos dados 28
4. Resultados.....28
4.1 Caracterização sedimentológica..... 28
4.1.1 Análise granulométrica..... 28

4.1.2 Teores de matéria orgânica (% MO) e amônia..... 30
4.1.3 Análise química dos HPAs..... 31
4.2 Testes de toxicidade 35
4.2.1 Ceará..... 35
4.2.2 Pernambuco..... 37
4.2.3 Bahia..... 39
4.3 Integração dos resultados..... 41
4.3.1 PCA – CE..... 41
4.3.2 PCA – PE..... 42
4.3.3 PCA – BA..... 42
5. DISCUSSÃO..... 43
6. CONCLUSÃO..... 51
7. REFERÊNCIAS 52
8. ANEXOS..... 66

1. INTRODUÇÃO

No Brasil, a década de 1970 foi marcada como ponto de início de uma forte industrialização e desenvolvimento econômico, e isto se deu também pelo crescimento da atividade de exploração do petróleo, que se dá até os dias atuais. Recentemente, a descoberta de extensas jazidas na camada do pré-sal intensificou ainda mais o tráfego de embarcações de apoio e navios petroleiros na plataforma continental brasileira, aumentando o risco de acidentes provocados por colisões, encalhes, rompimento de dutos, e vazamentos operacionais em plataformas e terminais. Segundo a Agência Nacional do Petróleo (ANP, 2019), o Brasil ocupa a 15ª posição no ranking mundial de reservas provadas de petróleo, com um volume de 13,4 bilhões de barris, produção estimada de 2,7 milhões de barris/dia (2,8% do total mundial), e está em oitavo lugar no ranking de capacidade de refino, com 2,3 milhões de barris/dia.

Apesar do número de vazamentos de óleo originados por navios petroleiros ter diminuído nas últimas duas décadas, apenas um acidente envolvendo esse tipo de embarcação, já pode ser capaz de provocar danos ecológicos e socioeconômicos catastróficos (HÖFER, 1998; HUIJER, 2005). Um exemplo desses grandes vazamentos internacionais, a partir de uma fonte móvel, foi o Exxon Valdez, um navio petroleiro que liberou cerca de 36.000 toneladas de petróleo bruto no Alaska em 1989, afetando 1.500 quilômetros de costa (VAN DE WIEL & VAN DORP, 2011), contrastando com as plataformas de exploração, que também são consideradas fontes fixa de contaminação. Um dos casos mais relevantes foi a explosão da plataforma Deepwater Horizon em 2010, no Golfo do México, que produziu um vazamento de cerca de 5 milhões de barris de óleo no mar (RAMSEUR, 2010; KUJAWINSKI, et al., 2020).

No que se refere ao Brasil, os dois maiores vazamentos de petróleo ocorreram no Sudeste, o primeiro na Baía de Guanabara (Rio de Janeiro), em 2000, onde houve uma falha no projeto do oleoduto PE-II, e 1,3 milhão de litros de óleo atingiram o mar (MONTEIRO, 2003). E o outro ocorreu em um poço de perfuração localizado no Campo de Frade (na Bacia de Campos, próximo a costa do Espírito-Santo/Rio de Janeiro), em 2011, que ocasionou o derramamento de cerca de 592 mil litros de óleo no mar[1]. Segundo o Sistema de Informações sobre Emergências Químicas da CETESB (SIEQ)[2], no período de janeiro de 1978 a outubro de

[1] http://www.ebc.com.br/noticias/meio-ambiente/2012/07/chevron-foi-responsavel-por-vazamento-de-oleo-na-bacia-de-campos

[2] https://sistemasinter.cetesb.sp.gov.br/emergencia/relatorio.php

2022, no litoral paulista foram registrados 178 atendimentos especificamente relacionados a vazamento de petróleo. Desta maneira, os acidentes são fontes representativas de contaminação de óleo para o ambiente costeiro-marinho, e ainda existe a necessidade do aprimoramento dos planos de resposta a emergências desse tipo, devendo ser específicos para cada ecossistema.

Existem legislações brasileiras que orientam o planejamento das ações de combate ao derramamento de óleo no mar. A Lei Federal nº 9.966, de 28 de abril de 2000 (BRASIL, 2000), determina que plataformas, bem como suas instalações de apoio, deverão dispor de planos de emergência individuais para o combate à poluição por óleo. Tais planos devem ser consolidados pelo órgão ambiental em planos de contingência locais e regionais, como prevê o Decreto Federal 4.871 (BRASIL, 2003), referente aos Planos de Área, e o Decreto Federal 8.127 (BRASIL, 2013), que institui o Plano Nacional de Contingência (PNC), para Incidentes de Poluição por Óleo em Águas sob Jurisdição Nacional. No entanto, no caso de acidentes em larga escala em alto-mar, o PNC prevê a ação direta da Marinha, ao passo que no caso de acidentes em águas profundas, a Agência Nacional de Petróleo deve agir.

Embora esse conjunto de normas legais seja bastante completo para apontar ações de planejamento de contenção e recolhimento do óleo, ele é pouco claro no que diz respeito às ações para avaliar e monitorar os impactos ambientais originados dos vazamentos de óleo. O mesmo ocorre com a maioria dos manuais internacionais, que são pouco específicos sobre quais os estudos se devem fazer sobre os impactos do óleo, frequentemente indicando apenas a necessidade de avaliação dos aspectos biológicos e químicos (IPIECA/IOGP, 2015; IMO/UNEP, 2009), de modo genérico, sem estabelecer as metodologias que podem ou devem ser usadas. Assim, muitas vezes os procedimentos usados acabam sendo definidos pelas autoridades estaduais, ou acabam baseando-se em medidas excessivamente simples e incapazes de efetivamente mensurar os impactos sobre os ambientes afetados.

Medir e monitorar os impactos dos derrames de óleo engloba uma grande quantidade de estudos, pois os riscos de contaminação ambiental podem ocorrer em diversas etapas, que vão desde a exploração, transporte e refino do petróleo, até a comercialização dos seus derivados. Sua versatilidade para produzir produtos de alto valor econômico é advinda da sua ampla composição, o que faz com que o petróleo seja muito explorado mundialmente, e é por essa razão também que é preocupante quando ocorre um vazamento. Isso porque o petróleo é constituído por substâncias como os Hidrocarbonetos aromáticos (benzeno, tolueno, etil benzeno, xileno - BTEX), e hidrocarbonetos poliaromáticos (HPAs) que são classificados como

poluentes orgânicos persistentes (POPs)[3], que possuem baixa biodegradabilidade (JONES & VOOGT, 1999), com potencial de causar efeitos mutagênicos imunotóxicos, teratogênicos e genotóxicos, produzindo assim, risco a qualidade dos ecossistemas e a biota associada (OROS et al., 2007; VARJANI et al., 2017).

Mesmo assim, o desenvolvimento e a consolidação de programas científicos com o objetivo de investigar os impactos dos derrames de óleo a biota em ambientes marinhos e costeiros ainda são recentes. A escassez de informações científicas, principalmente, sobre a contaminação dos ecossistemas tropicais a longo prazo, dificulta a compreensão dos impactos reais, pois é necessário isso para que se possa gerar e eleger protocolos de ação pós derramamento específico para cada região.

Para ajudar a preencher essas lacunas, há o incentivo criado em 2015, pela Organização das Nações Unidas[4] que estabeleceu 17 Objetivos para o Desenvolvimento Sustentável (ODS) até 2030, e as avaliações de impacto ambiental auxiliam principalmente no 14º, intitulado "Vida na Água", que visa conservar e promover a utilização sustentável dos oceanos, mares e os recursos marinhos, e para isso uma das suas metas é prevenir e reduzir a poluição marinha.

Sabe-se que os oceanos contribuem com cerca de 2/3 dos serviços ecossistêmicos do planeta, especificamente pela oferta de habitats, a regulação climática, a geração de oxigênio atmosférico, a absorção de carbono e calor, a produção alimentícia, a capacidade de absorção e diluição de uma gama de poluentes (COSTANZA, 1997). As regiões onde existe maior registro de biodiversidade e exploração de recursos vivos são os ambientes costeiros, por causa principalmente da facilidade do acesso humano e devido ao fato dos ambientes rasos serem altamente biodiversos e produtivos.

No Brasil a zona costeira é considerada patrimônio nacional, devido às suas características ambientais, econômicas e sociais (BRASIL, 1988). O aumento do tráfego marítimo próximo da costa brasileira (TOURNADRE, 2014), e o amplo território litorâneo que se estende em proporções continentais, torna o litoral do Brasil um mais vulneráveis aos impactos ambientais da poluição por petróleo. Segundo a revisão de Nunes et al. (2021), o Brasil possui o maior número de registros de ocorrência de um dos principais compostos do óleo, que são os hidrocarbonetos policíclicos aromáticos HPAs (69% das localidades - 837

[3] http://www.pops.int/TheConvention/Overview/TextoftheConvention/tabid/2232/Default.aspx

[4] https://sdgs.un.org/goals

registros), em um levantamento que inclui áreas costeiras da America Latina e Caribe (entre 2004 e 2017), sendo 253 desses registros de ocorrência foram dentro de áreas marinhas protegidas.

O Nordeste brasileiro possui ecossistemas recifais de águas rasas e mesofóticas com características únicas no globo, e eles se estendem do estado do Maranhão ao sul da Bahia percorrendo cerca de 3.000 km (AMARAL & JABLONSKI, 2005). Os ecossistemas coralíneos de recifes mesofóticos se desenvolvem em águas de 30 a 150 m de profundidade em regiões tropicais e subtropicais (HINDERSTEIN et al., 2010). Esses locais são locais valorosos para o repovoamento e restabelecimento de espécies degradadas, além de serem potentes sistemas produtores de carbonato de cálcio, e estão localizados entre a Margem Continental Amazônica (ARAUJO et al., 2021) e na Bacia Sergipe-Alagoas (VALE, 2022). Portanto, são fundamentais para a manutenção das principais atividades econômicas ligadas diretamente ao litoral como a pesca, a carcinicultura e o turismo (BRANNSTROM et al., 2017; SÁ et al., 2013).

Desde o final de agosto de 2019, grandes manchas de óleo de começaram a atingir a costa brasileira, contabilizando, em março de 2020, mais de 1009 localidades afetadas, em onze dos dezessete Estados litorâneos principalmente no Nordeste[5]. Conforme o registro do aparecimento das manchas, o derramamento teve início provável na Corrente Equatorial Sul ou próximo à sua bifurcação, e o óleo foi carregado pelas correntes marítimas na direção Noroeste pela corrente Norte do Brasil e para o Sudoeste pela Corrente do Brasil (SOARES et al. 2020a; LESSA et al., 2021). O evento foi contabilizado como o derramamento de óleo mais extenso na história do Brasil, no oceano Atlântico Sul e nas regiões costeiras tropicais do mundo (SOARES et al. 2022a).

Os impactos causados pelo óleo se tornaram mais severos e duradouros devido ao atraso no início das ações de resposta a emergências, advindas do governo federal. Isso se deu também pois, três meses antes do acidente, houve cortes orçamentários de políticas públicas que incluíram reduções de financiamento e recursos humanos. Além disso, houve o encerramento de dois comitês do Plano Nacional de Contingência para Incidentes de Poluição por Óleo (PNC), que desmobilizou a capacidade de responder prontamente a chegada do óleo, principalmente pela falta dos especialistas para coordenar as ações (SOARES et al. 2020a). Isso

[5] https://www.ibama.gov.br/phocadownload/emergenciasambientais/2020/manchasdeoleo/2020-03-04_LOCALIDADES_AFETADAS.pdf

fez com que a população local (não especializada) se voluntariasse a coletar as manchas de óleo mesmo sem equipamentos de proteção, por conta do desconhecimento dos riscos a saúde (SOARES et al. 2020a, b; BRUM et al., 2020), a falta de informações oficiais sobre a destinação do óleo recolhido, fez com que ele fosse armazenado inadequadamente em locais que registraram pessoas com sintomas de intoxicação dias após o recolhimento[6]. Além da falta de ação governamental, diversas especulações (sem evidências) eram declaradas nas mídias sociais pelo ministro do Meio Ambiente e outras autoridades públicas (ESCOBAR, 2019; BASTOS & COSTA, 2022) o que pode ter contribuído para falta de integração das esferas federal, estadual e municipal, no que diz respeito às ações de resposta e remoção do óleo.

Em 20 de março de 2020, foi desmobilizada a coordenação unificada do Grupo de Acompanhamento e Avaliação (GAA), do PNC responsáveis pelas ações de resposta e monitoramento do Governo Federal. O GAA havia disso formado pelo Ibama, Marinha e Agência Nacional de Petróleo, Gás Natural e Biocombustíveis, porém não incluía os principais pesquisadores especialistas sobre poluição por óleo e seus efeitos. Em suas investigações foi concluído pelo GAA que *"as ações emergenciais de resposta foram efetivas, os danos ao meio ambiente foram mitigados*"[7]. Entretanto o oposto é apresentado em estudos científicos publicados sobre o caso, que apontaram as ações como atuações tardias, fracas e descoordenadas do governo durante as emergências sociais, de saúde pública e ambientais (BRUM et al., 2020; GONÇALVES et al., 2020; PENA et al., 2020; SOARES et al., 2020a, b; SOARES et al., 2022a, b; NASRI et al., 2020). A grande quantidade de disseminação de desinformação em redes sociais (LEMOS et al., 2020), adoção das medidas de distanciamento social com o início da pandemia de COVID-19, em meados de março de 2020 (MAGALHÃES et al., 2021), e a redução de orçamentos científicos e ambientais afetaram a eficiência das ações de levantamento de dados, assim como na elaboração de medidas para mitigar e compensar os impactos do derramamento (BARBOSA et al., 2021; GONÇALVES et al., 2020; SOARES et al., 2020a, b).

A origem derramamento do óleo ainda é um mistério, por enquanto as hipóteses exploradas apontam que há uma grande semelhança química entre o óleo que chegou à costa brasileira e o óleo da Bacia da Venezuela (DE OLIVEIRA et al., 2021a, b; LOURENÇO et al.,

[6] https://apublica.org/2019/12/o-destino-incerto-do-oleo-que-atinge-o-litoral-do-nordeste/

[7] http://www.ibama.gov.br/manchasdeoleo-desmobilizacao

2020; CARREGOSA et al., 2021; REDDY et al., 2022). Porém o transporte direto da fonte como o que ocorreria em um vazamento natural não seria possível, pois o óleo que atingiu as praias brasileiras tinha um aspecto pouco intemperizado para ter sido transportado dessa maneira (LOURENÇO et al., 2020), além disso as correntes no Atlântico Tropical fluem na direção oposta (i.e. do Brasil para a Venezuela). Foram detectadas também concentrações de 1-metilpireno, que é afetado pela foto-oxidação, sugerindo então que o transporte das manchas ocorreu abaixo da superfície do mar, o que explicaria o óleo não ter sido identificado por técnicas de sensoriamento remoto antes de aparecer no litoral já próximo a zona de arrebentação (SOARES et al. 2020a; LESSA et al., 2021). Em dezembro de 2021, a Polícia Federal do Brasil declarou encerramento das investigações e apontou que um petroleiro grego foi o responsável (SOARES et al., 2022b). Entretanto, posteriormente o estudo de Reddy et al., (2022), utilizou de forma combinada um amplo conjunto de ferramentas e abordagens geoquímicas, e apontou outra possível fonte do óleo, sugerindo ser possivelmente a mesma que as dos fardos de borracha que vêm chegando ao nordeste desde 2018, provenientes do naufrágio do SS Rio Grande, e de outros navios afundados durante a Segunda Guerra Mundial (1939-1945) em águas internacionais no Atlântico Sul, no entanto, os autores salientam que são necessárias mais investigações, pois o aparecimento advém de uma matéria-prima antiga.

Durante este período, têm sido encontradas diversas espécies de peixes, tartarugas[8] e aves cobertos pelo óleo, com muitos indivíduos mortos (DANTAS et al., 2019). Foram registradas anormalidades no desenvolvimento embriolarval de peixes amostrados na plataforma continental de Salvador pretéritas ao evento, e posteriormente, houve o aumento significativo desses efeitos crônicos, que não foram específicos apenas da exposição ao óleo, mas podem ter sido causados pelo efeito sinérgico de fatores físico-químicos estressantes (DE SOUZA et al., 2022). Além de recobrir a epiderme dos organismos, foi observada a presença do óleo no trato digestório e respiratório de peixes, moluscos e crustáceos (CAMPELO et al., 2021; SOARES et al., 2020a). Salienta-se que algumas espécies estão na lista de ameaçadas de extinção (MAGRIS & GIARRIZZO, 2020). Segundo Soares (2022a), os registros de avistamento das manchas de óleo atingiram 57 áreas marinha protegidas (AMPs) brasileiras, e 30 delas estão localizadas dentro dos três estados selecionados para avaliação neste estudo.

[8] https://www.correio24horas.com.br/noticia/nid/de-novo-oleo-reaparece-em-192-km-de-praias-no-sul-da-bahia-e-ameaca-desova-de-tartarugas/

Os organismos presentes em um ambiente atingido por um vazamento de óleo podem sofrer basicamente dois tipos de impacto: danos devido ao recobrimento físico; e efeitos tóxicos devido à incorporação/absorção dos compostos químicos do óleo. Na maior parte das vezes, os impactos ocorrem devido a uma combinação de ambos (DUKE, 2016; LOPES et al., 1997), causando alterações negativas como a diminuição da abundância e diversidade das comunidades bentônicas (PERHAR & ARHONDITSIS, 2014; TEAL & HOWARTH, 1984), em concentrações elevadas causa a morte dos organismos, e em baixas concentrações o decaimento das taxas de reprodução, desenvolvimento anômalo da prole, bioacumulação e alterações mutagênicas (CHASE et al., 2013; PRIMOST et al., BOULAIS et al., 2018; MOREIRA et al., 2019; CHEN &WHITE, 2004).

O óleo é constituído principalmente hidrocarbonetos, que são os poluentes mais encontrados no meio ambiente, e nas avaliações de impacto são representados comumente pela presença dos hidrocarbonetos policíclicos aromáticos (HPAs), e os hidrocarbonetos alifáticos (AHs) (FERNANDES et al., 2021; REYES et al., 2014). Os HPAs são constituídos por mais um anel aromático fundido, e são de origens petrogênica, biogênica ou pirogênicas, e podem ser produzidos e disponibilizados para o ambiente aquático por fontes naturais, como, atividade vulcânica, biossíntese e incêndios, ou por fontes antropogênicas que liberam para o ambiente pela queima de combustíveis e vazamentos durante processos de extração, refino e transporte (VOLKMAN et al., 1992; LIMA et al., 2005). Já os AHs são compostos por cadeias abertas ou cíclicas, e são recorrentemente estudado como um conjunto de hidrocarbonetos alifáticos totais (HAT), os quais podem ser gerados pela ação do fitoplâncton, pela ressurgência natural de petróleo e derramamentos de óleo, e disponibilizados no ambiente marinho (FERNANDES et al., 2021; VOLKMAN et al., 1992).

O impacto imediato do óleo cru e seus derivados pode ser avaliado inicialmente por análises químicas que detectem os hidocarbonetos nas matrizes ambientais que podem ter entrado em contato direto ou indireto com o óleo, como por exemplo, em um costão rochoso onde após seis dias de um derramamento foram detectados altos níveis de HPA dissolvidos na água do mar adjacente (LOPES et al., 1997). Porém cada matriz ambiental interagirá singularmente com o óleo, e no caso de investigações com sedimentos é possível também apontar a contaminação a longo prazo dada a deposição e o soterramento das partículas em suspensão associadas ao óleo, como nos estudos de Burns et al., (1993, 1994), que apontaram níveis tóxicos de óleo preso no substrato lamoso, os quais persistiram de 5 à 20 anos após o derramamento.

Para caracterizar e quantificar esses níveis de contaminação, e os efeitos induzidos sobre a biota, é preciso incluir, na avaliação ambiental, estudos ecotoxicológicos com os organismos considerados bioindicadores de qualidade ambiental pertencentes a fauna associada a essas matrizes sedimentares. A toxicidade de um sedimento potencialmente contaminado por óleo ou metais pode ser estimada pela exposição direta do organismo à fase sólida (ou sedimento integral), e comumente é realizada com organismos bentônicos escavadores como anfípodos (MELO & ABESSA, 2002; PODLESIŃSKA & DĄBROWSKA, 2019), copépodos (LOTUFO & ABESSA, 2002; WARD et al., 2013), poliquetos, moluscos, entre outros, pois esses animais possuem o seu ciclo de vida diretamente associado com o sedimento que lhe oferece alimento e abrigo contra predadores (ABESSA et al., 2006).

Além disso também podem ser feitas em laboratório simulações da interação entre o sedimento e a água que ocorrem no ambiente, como por exemplo, os elutriatos, que simulam a transferência de substâncias do sedimento causada pela ressuspensão que ocorre naturalmente em ambientes com alta energia hidrodinâmica; e por meio de um sistema que reproduza a interface do sedimento com água sem a interação direta dos organismos com o sedimento (LOTUFO & ABESSA, 2002; ANDERSON, 2001; LIB & AHLF, 1997), que por sua vez estima os efeitos advindos dos fluxos de contaminantes do sedimento para a coluna d'água de locais com baixo hidrodimanismo.

Os organismos planctônicos que habitam a coluna d'água durante as suas fases iniciais de desenvolvimento são considerados mais sensíveis, e incluem embriões e larvas de ouriço-do-mar, que são comumente utilizados em ensaios com frações aquosas extraídas de sedimentos marinhos (PRÓSPERI & ARAUJO, 2002). Assim como os organismos bentônicos, como os copépodos harpaticoides que habitam sedimentos estuarinos (LOTUFO & ABESSA, 2002; ABNT, 2021). Apesar dos contaminantes atingirem também regiões de salinidades intermediárias, como os estuários e lagunas costeiras, a maioria das avaliações ambientais é realizada com matrizes ambientais dulcícolas ou marinha, havendo então uma necessidade de também investigar os efeitos do óleo usando organismos representativos de áreas estuarinas (LOTUFO & ABESSA, 2002).

O sistema de interface entre o sedimento e a água, além de ter a função de simular as regiões onde há menor energia de ressuspensão do sedimento, também minimiza as interferências da manipulação de amostras de sedimentos, pois neste cenário a disponibilidade da amônia e sulfetos de hidrogênio é menor do que na água intersticial, e isso torna a avaliação mais próxima da realidade (ANDERSON et al., 2001). A biodisponibilidade de contaminantes

em níveis potencialmente tóxicos pode ser fortemente influenciada por fatores como tamanho de grão do sedimento, salinidade, potencial hidrogeniônico (pH), e teor de matéria orgânica (CHOUERI et al., 2009), devendo estes fatores ser considerados durante estudos ecotoxicológicos.

Informações sobre a toxicidade auxiliam na elaboração da avaliação do risco ambiental do óleo para espécies representativas dos ecossistemas tropicais, assim como o entendimento do comportamento da toxicidade a longo prazo para as espécies, constituindo assim uma eficiente ferramenta para o monitoramento ambiental no Brasil (DE PAIVA, 2008; ABESSA, 2002). Para a elaboração da avaliação de risco ambiental é fundamental que se tenha pelo menos a caracterização química e granulométrica dos sedimentos, permitindo interpretar quais formas de exposição podem estar ocorrendo; e a partir delas determinar quais os tipos de efeitos biológicos que ocorreram advindos da exposição, onde a integração desses fatores (geoquímico, toxicológico e biológico) pode caracterizar o risco (USEPA, 1998; ROHR et al., 2016).

Testes de toxicidade com matrizes sedimentares estão inclusos nas avaliações ambientais brasileiras pela resolução CONAMA 454 (BRASIL, 2012), para caracterização de sedimentos dragados. No âmbito internacional, eles têm sido recomendados como fundamentais no monitoramento da qualidade dos ambientes estuarinos e marinhos (ASTM, 1992; CCME, 1999; EPA, 1998). De acordo com a USEPA (2003), a qualidade de sedimentos pode ser estimada por meio de diferentes linhas de evidências, como parâmetros físicos, químicos, sedimentológicos e ecotoxicológicos. Para essa avaliação dos impactos da chegada do óleo em curto e longo prazo foram utilizadas a combinação dessas linhas que se complementam, pois as análises físico-químicas forneceram se há a presença e quantidade de substâncias potencialmente tóxicas nos sedimentos, enquanto os ensaios ecotoxicológicos elucidam os efeitos que esses compostos causam na sobrevivência, desenvolvimento e nas taxas de reprodução aos organismos em diferentes cenários de exposição.

2. OBJETIVO

Este estudo avaliou os impactos ecotoxicológicos da chegada do óleo na porção leste do litoral do Nordeste brasileiro a organismos aquáticos. Tendo como hipótese de que o óleo tenha contaminado os sedimentos costeiros em praias, recifes e estuários, e que essa contaminação tenha perdurado durante os dois anos posteriores, produzindo efeitos tóxicos potenciais. Para isso foram estabelecidos os seguintes objetivos específicos:

- Realização da caracterização sedimentológica, onde foram determinados os perfis granulométricos.
- Análises químicas para identificação e quantificação dos hidrocarbonetos totais decorrentes do óleo e teores de amônia total.
- Estimativa do potencial tóxico dos sedimentos utilizando testes de toxicidade aguda e crônica com organismos aquáticos tropicais marinhos (o anfípodo *Tiburonella viscana,* e o ouriço-do-mar *Echinometra lucunter*) e estuarinos (o copépodo *Nitocra* sp.), em diferentes cenários de exposição: no sedimento integral, em elutriatos, e na interface sedimento-água.
- Integração dos resultados por meio de análises estatísticas multivariadas, para identificação das correlações entre os componentes, para a avaliação de risco ambiental do óleo para essas espécies tropicais.

3. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1 ÁREA DE ESTUDO

Foram selecionados três estados da região Nordeste brasileira onde foram registradas as machas de óleo, os trechos representativos se localizam no Ceará (CE), Pernambuco (PE) e na Bahia (BA). As manchas começaram a aparecer na Paraíba no dia 30 de agosto de 2019, foram carregadas pelas correntes marítimas para Noroeste pela corrente Norte do Brasil e para Sudoeste pela Corrente do Brasil (**Figura 1**), atingindo as regiões selecionadas nesse estudo. De acordo com o IBAMA[9] foram coletados entre setembro de 2019 e março de 2020, no CE 39,76 toneladas de resíduos de óleo, em PE 1676,26 tons, e na BA, 459,49 tons.

Os mapas com as áreas de estudo, incluindo os pontos amostrados, estão dispostos na **Figura 1**. No **Ceará** foram selecionados pontos de amostragem ao longo da costa e coletadas amostras de sedimento praial, logo após e durante a chegada do óleo nas praias, entre novembro de 2019 e janeiro de 2020 nas localidades: Sabiaguaba, Caetanos, Canto Verde, Icapuí, Canoa Quebrada, Icaraí de Amontada, Cumbuco, Jericoacoara e Acaraú. A coleta foi conduzida pelo grupo pesquisa coordenado pelo Prof. Rivelino Cavalcante, do Instituto de Ciências do Mar da Universidade Federal do Ceará (LABOMAR-UFC). Nas áreas amostradas, em vários pontos foram observados muitos aglomerados de óleo com areia (**Figura 2**). As amostras foram coletadas seguindo o protocolo descrito por Mendes et al., (2022) e a NBR 15469 (ABNT,

[9] http://www.ibama.gov.br/manchasdeoleo-fauna-atingida

2015), o sedimento foi coletado com espátulas de metal na área acima da linha de maré alta e acondicionadas em bandejas de alumínio (previamente limpas com água destilada, detergente neutro e solvente diclorometano), e então foram vedadas e refrigeradas em caixas térmicas para o transporte até o laboratório e posteriormente realocadas na geladeira em temperatura média (7±2 ºC), até a preparação para os ensaios ecotoxicológicos, que ocorreram a partir de cinco meses posteriores a coleta (USEPA, 1994). Alíquotas foram mantidas congeladas visando as análises químicas.

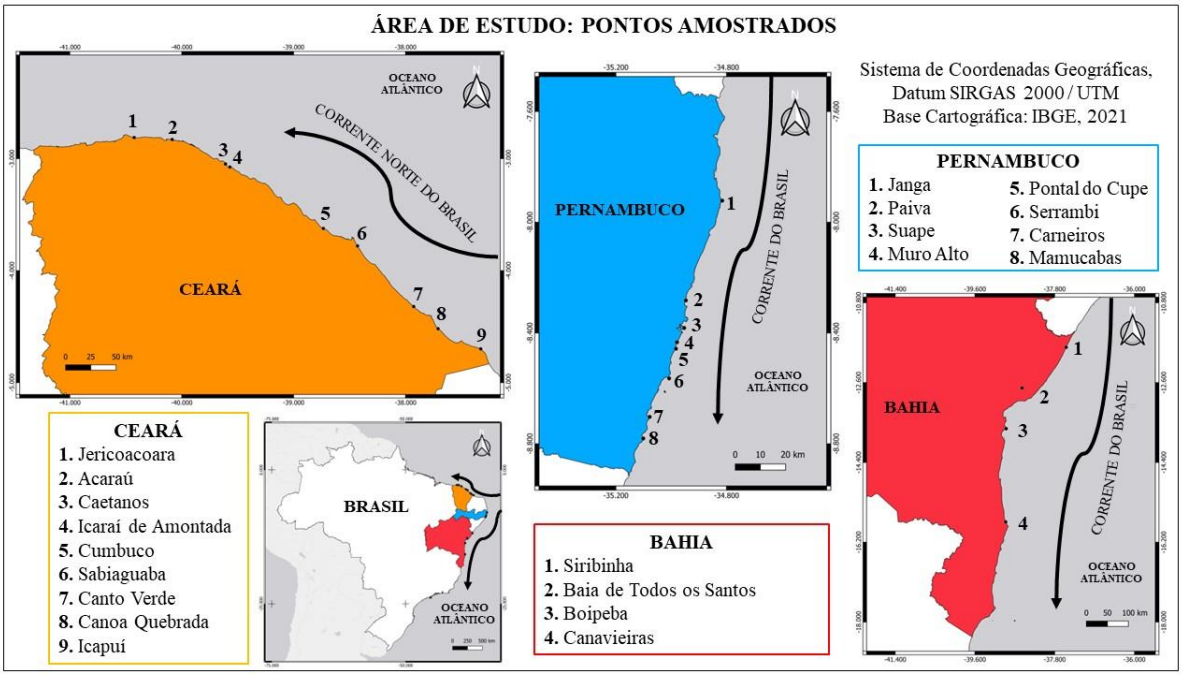

Figura 1. Mapa da área de estudo com os pontos de coleta.

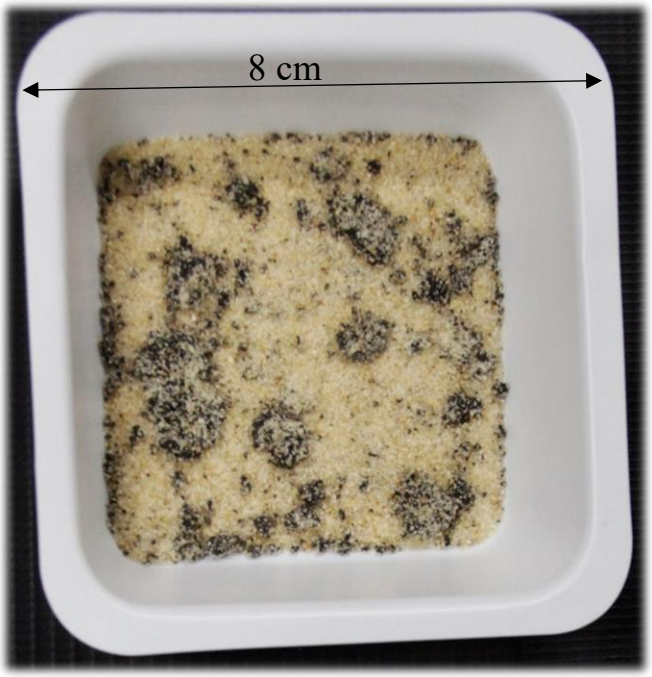

Figura 2. Fotografia de uma das amostras obtidas na praia de Jericoacoara – CE, contendo aglomerados de óleo e areia.

Em **Pernambuco**, as coletas foram realizadas em duas campanhas: a primeira ocorreu em março de 2021, e a segunda em outubro do mesmo ano. As amostragens foram lideradas pelo Laboratório de Compostos Orgânicos em Ecossistemas Costeiros e Marinhos (OrganoMAR – UFPE), coordenado pela Dra. Eliete Zanardi com apoio do Laboratório de Ecotoxicologia e Contaminação Marinha (LECMAR – UNIFESP). As coletas visaram amostrar o período seco, entre setembro e março, e a estação chuvosa, que vai de abril a agosto (ARAÚJO, 2003). Em cada uma das 8 áreas recifais próximas às praias de Janga, Paiva, Suape, Muro Alto, Pontal do Cupe, Carneiros, Serrambi, e na Foz do Rio Mamucabas (**Figura 1**), foram amostrados sedimentos em 4 locais, estabelecidos como réplicas de campo verdadeiras de cada área. Os sedimentos foram coletados na região recifal, durante a maré baixa, raspando a camada oxigenada superficial com frascos de vidros. O material foi imediatamente armazenado em caixas térmicas e levado ao Laboratório de Cultivo e Ecotoxicologia do Departamento de Oceanografia (UFPE), e então foram vedadas e refrigeradas na geladeira em temperatura média (7±2 ºC), até a preparação para os ensaios ecotoxicológicos, que ocorreram a partir de dois meses posteriores as coletas (USEPA, 1994).

O terceiro estado amostrado foi a **Bahia**, em estuários localizados em Canavieiras, Boipeba, Siribinha e Baia de Todos os Santos. As coletas foram realizadas pelo grupo liderado pela Dra. Tatiane Combi, do Instituto de Geociências da UFBA, entre janeiro e abril de 2021 (**Figura 1**). As amostras foram armazenadas igualmente as coletadas no Ceará e seguiram os mesmos supracitados até a utilização nos testes (USEPA, 1994).

3.1.1 CARACTERÍSTICAS ESPECÍFICAS DA ÁREA DE ESTUDO: CEARÁ

O Ceará possui uma zona litorânea com cerca de 577 km de extensão, com a predominância de praias com baixa inclinação e irregularmente interrompidas por pontas litorâneas, falésias e estuários (CLAUDINO-SALES, 2014).

Devido à proximidade da linha do Equador, a costa semiárida da região NE possui um clima tropical chuvoso, caracterizado por dois períodos bem definidos: um seco e longo, e outro úmido e curto (FUNCEME, 2022). A grande sazonalidade do clima de ondas é regida principalmente por ventos Leste, Nordeste e Sudeste, com eventos de alta energia (i.e. ondas de ressaca), e regime de marés caracterizado por mesomarés com uma amplitude máxima de 3,2 metros, configurando as ondas do tipo *sea* e *swell*[10] *(*MAIA, 2014; MORAIS et al., 2006). A maré é uma forçante oceanográfica que interfere diretamente na hidrodinâmica costeira (GUERRA, 2014), e consequentemente pode influenciar no transporte de contaminantes associados as matrizes ambientais.

Os sedimentos das praias atingidas localizam-se na Bacia do Ceará, que possui características de composição divididas em duas fácies principais, a fácies organogênica de carbonato de cálcio biogênico (de 75-95% do substrato, e são derivados principalmente de algas calcárias), com tamanho predominantemente arenoso com uma pequena porcentagem de tamanho cascalho biodetrítico; e a fácies terrígena composta por sedimentos silicláticos com areias quartzosas, feldspatos, minerais pesados e argila, que constituem a menor proporção das composições (FREIRE et al., 2004). Nesse território foram registradas sete Áreas Marinhas Protegidas (AMPs), consideradas áreas exclusivas na América do Sul (SOARES et al., 2022b).

O litoral do Ceará possui um histórico de constantes registros de manchas de óleo de origem desconhecida (SEMA, 2022; DE AZEVEDO et al., 2022), hidrocarbonetos derivados

[10] Ondas do tipo *Sea*: quando as ondas são formadas em decorrência de ventos locais, sendo ondas irregulares que se movem em diferentes direções e possuem diferentes períodos; e *swell:* quando as ondas se propagam por longas distâncias do seu local de origem sem perder as suas propriedades. São ondas mais uniformes, com grandes comprimentos de ondas e de pequenas amplitudes, e com períodos a 10 segundos (GUERRA, 2014).

da combustão de petróleo (FERNANDES et al., 2021), e metais advindos de atividades portuárias e industriais (BURUAEM et al., 2012; NILIN et al., 2013).

3.1.2 CARACTERÍSTICAS ESPECÍFICAS DA ÁREA DE ESTUDO: PERNAMBUCO

O litoral de Pernambuco se estende por 187 km, e está disposto sobre a Bacia Sedimentar de Pernambuco, uma bacia do *rift* cretáceo da margem Leste brasileira (MATOS, 1999). Em suas praias há a predominância de sedimentos arenosos ricos em quartzo, bioclastos, arenitos de *beachrocks* e minerais pesados, como, ilmenita, rutilo e zircão (DOMINGUEZ, 1990). As *beachrocks* são feições morfológicas paralelas à costa, que funcionam como anteparo contra a ação das ondas, e constituem um substrato para o desenvolvimento de recifes de corais e de algas calcárias (CITRÃO, 2009), o que favorece o desenvolvimento de sistemas lagunares e depósitos sedimentares associados, com uma grande diversidade de ambientes, incluindo praias arenosas, recifes, estuários, planícies de maré hipersalinas, costões rochosos e manguezais.

Sua zona costeira concentra 56% da população do estado, além das principais atividades nos setores econômicos, industriais e turísticos (MINISTÉRIO DO TURISMO, 2014). Essa alta densidade populacional consequentemente gera uma elevada produção de esgoto urbano, segundo o Sistema Nacional de Informações sobre Saneamento, do Ministério de Desenvolvimento Regional[11], o estado consegue atender apenas 30,8% do esgotamento, e disso, somente 32,4% do esgoto gerado é tratado.

Pernambuco é o quarto maior produtor nacional do camarão marinho, porém, de um modo geral, as atividades de aquicultura vêm sendo desenvolvida de forma desordenada, representando um risco para os recursos naturais existentes, uma vez que essas atividades acabam liberando para o ambiente produtos metabólicos que aumentam os níveis de amônia e nutrientes orgânicos na coluna d'água e consequentemente se depositam e acumulam no sedimento (VLADMIR, 2004). Além disso, o Complexo Industrial Portuário de Suape é apontado como uma das principais fontes de poluições antrópicas para a região costeira de Pernambuco (YOGUI, 2018; GONDRA et al., 2016; DE OLIVEIRA et al., 2014), que desde 1979, fez uma série de modificações durante implementação e manutenção dos terminais que

[11] http://www.snis.gov.br/

afetaram a hidrodinâmica local, com a remoção de mangues, abertura e rebaixamento nos arrefices, dragagem entre outros aprofundamentos na região (CINTRÃO, 2009).

3.1.3 CARACTERÍSTICAS ESPECÍFICAS DA ÁREA DE ESTUDO: BAHIA

O litoral da Bahia é o maior do país, possuindo 1.075,85 km de extensão (IBGE, 2018). Os sedimentos são compostos predominantemente por fragmentos bioclásticos, produzidos em topos de recifes, siliciclásticos fluviais, transportados por rios de vários tamanhos, e materiais erodidos de falésias ativas da Formação Barreiras (DOMINGUEZ et al., 2016). Em parte do litoral Sul do estado, os recifes de Abrolhos promovem uma área de proteção das ondas pelas estruturas de coral, o que faz com que haja maior dissipação de energia, resultando na dominância de praias refletoras de baixa hidrodinâmica (DOMINGUEZ, et al., 2016). Este é um fator agravante em um derramamento de óleo, pois as taxas de remoção natural por intemperismo são mais demoradas, principalmente nas áreas úmidas e abrigadas, como os ecossistemas de mangue (BILLAH, 2022).

A Bahia possui também diversas atividades que influenciam negativamente na qualidade ambiental da área litorânea, como o esgoto doméstico, industrial e portuário, resíduos das atividades de mineração e agricultura (HATJE et al., 2009), concentrações relativamente altas de hidrocarbonetos (HPAs) são observadas em invertebrados marinhos (AMADO-FILHO et al., 2008), e em sedimentos na Baía de Todos os Santos (VENTURINI & TOMMASI, 2004; BARROS et al., 2008).

3.2 CARACTERIZAÇÃO SEDIMENTOLÓGICA

3.2.1 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

Como o presente estudo agregou amostras de diferentes projetos maiores, as caracterizações dos sedimentos foram feitas no âmbito de cada um dos projetos; deste modo, as metodologias variaram dependendo do lote de amostras analisadas. As amostras das praias do estado do Ceará foram analisadas em parceria com o Laboratório de Petrografia Sedimentar e de Sedimentologia (Instituto de Geociências – USP), por difração de raios *laser*, seguindo a norma ISO 13320 (ISO, 2020). Para isso, foi utilizando o granulômetro Mastersizer 2000 (Malvern Instruments Ltd, Worcestershire, UK) com a unidade úmida, módulo Hydro 2000MU, em cinco repetições de cada ponto para fazer a verificação da Velocidade de Dissolução por espalhamento de luz *laser* – *efavirenz* (USP 35, 2012).

As amostras secas foram homogeneizadas por agitação mecânica e separadas aleatoriamente de cada amostra uma quantidade de 0,4±0,1 g, e então foi adicionada em uma solução de 800 ml de água destilada + 0,25 mL de pirofosfato de sódio 0,1 g/100 mL, e posteriormente o granulômetro agitou a amostra em ultrassom, por 1,5 min, visando aumentar sua dispersão e garantir a homogeneização da solução. Por meio de um fluxo contínuo a amostra foi injetada no equipamento, que analisa os tamanhos pela variação angular na intensidade da luz difundida à medida que o *laser* interage com as partículas na solução. A classificação dos sedimentos foi conforme a Norma Técnica NBR 6502 (ABNT, 1995), disposta na **Tabela 1**.

Tabela 1. Classificação Granulométrica de acordo com a Norma Técnica ABNT 6502/95.

Classificação Granulométrica	Areia	0,06 - 2 mm
	Silte	0,002 - 0,06 mm
	Argila	<0,002 mm

As amostras de sedimento coletadas no estado de Pernambuco foram analisadas em parceria com o Laboratório de Ecotoxicologia e Contaminação Marinha (LECMAR – UNIFESP), seguindo a metodologia proposta por Dias (2004). A classificação granulométrica foi feita de acordo com o proposto por Larsonneur (1977), que considera a fração grossa (areias e cascalhos, com diâmetro > 0,06 mm) e fração fina (argila e silte, diâmetro < 0,06 mm). Inicialmente, as amostras foram levadas a estufa para secagem a cerca de 60° C. Após a estufa, a fração grossa passou pelo peneiramento seco em que os grãos de sedimento foram divididos em frações granulométricas num agitador magnético de peneiras de malhas com tamanhos 4,00 mm, 2,83 mm, 2,00 mm, 1,410 mm, 1,00 mm, 0,710 mm, 0,500 mm, 0,354 mm, 0,250 mm, 0,177 mm, 0,125 mm, 0,088 mm e 0,062 mm.

A análise granulométrica das amostras da Bahia seguiu o método descrito por Folk e Ward (1957), e foi realizado no Laboratório de Oceanografia Geológica do Centro de Estudos do Mar (CEM-UFPR). As amostras de sedimento passaram pela subtração dos teores de carbonato e matéria orgânica pelo processo supracitado. Posteriormente 2g de cada amostra foi introduzida no equipamento granulômetro *BlueWave S54000*. A determinação do tamanho de grão por este equipamento também é medida por raio *laser*, neste caso, o cálculo se baseia na interação entre três raios *laser* vermelhos (λ = 780 nm) e a partícula de sedimento. Os parâmetros sedimentológicos foram calculados com o software *Microtrac FLEX 10.6.2.*

3.2.2 ANÁLISE DOS TEORES DE MATÉRIA ORGÂNICA (% MO)

O sedimento precisou ser tratado anteriormente para a retirada dos teores de Carbonato de Cálcio (CaCO3), e para isso seguiu-se a metodologia descrita por Gross (1971). O sedimento foi seco na estufa, e separados 20g de cada amostra, aos quais foi adicionado o Ácido Clorídrico 10% e aguardou-se até a ausência da reação química, com isso assume-se que houve a completa dissolução do CaCO3. A solução foi filtrada e lavada com água destilada, e o peso do filtro desumidificado foi mensurado para o cálculo. Na sequência, os filtros com o sedimento foram secos na estufa à 60ºC. O peso final foi medido e subtraído o peso do filtro final para obter a quantidade (em peso) do CaCO3 retirada do sedimento; e o cálculo foi realizado pela diferença entre os pesos finais e iniciais.

Para determinar o teor de matéria orgânica nas amostras recifais foi seguido o método descrito por Luczak et al., (1997). Foram separados 5g de sedimento seco, sem Carbonato de Cálcio, de cada amostra e colocados em cadinhos previamente pesados, então foram incinerados em mufla a 450°C durante 4 horas. A quantidade de matéria orgânica foi obtida pela diferença do peso inicial e do final, sendo posteriormente calculados os respectivos valores em porcentagem conforme a equação:

$$\%M.O. = [(PI - PII)/ PII] \times 100$$

Onde:
%MO = Teor de matéria orgânica;
PI = peso da amostra com a Matéria orgânica;
PII = o peso da amostra sem a Matéria orgânica.

Não foram medidos os teores de MO das amostras de praia do Ceará, em virtude do pequeno volume das amostras.

Para a análise dos teores de matéria orgânica das amostras da Bahia foi seguido o método descrito por Gross (1971), o cálculo é realizado semelhante ao supracitado, porém nesse é considerado o peso do filtro:

$$PMO = (P1 - PF) - PFILTRO$$

PMO = Peso da Matéria Orgânica
P1= peso da amostra com a Matéria orgânica;
PF = Peso final (sedimento + filtro)
PFILTRO = Peso do filtro (desumidificado)

A equação da transformação do peso da Matéria Orgânica em teor de Matéria Orgânica (%MO), em porcentagem que foi:

$$\%MO= (PMO \times 100) / P1$$

3.2.3 ANÁLISE QUÍMICA DOS HPAs (CROMATOGRAFIA GASOSA)

As análises cromatográficas foram realizadas em um cromatógrafo gasoso *Focus GC (Thermo-Fisher Scientific*, EUA) acoplado a um detector de espectrometria de massa *PolarisQ Ion Trap Mass Spectrometer (Thermo Fisher Scientific*, EUA), no modo SIM e MS/MS com MSn (n=1 a 5) e as injeções foram movidas com um amostrador automático AS2000 (*Thermo-Fisher Scientific*, EUA).

Para separação por GC, foi utilizada coluna capilar TR-5MS (30 m × 0,25 mm × 0,25 μm). As condições do GC foram: gás hélio de alta pureza usado como gás de arraste na vazão de 1,0 mL/min; o programa de gradiente de temperatura do forno foi o seguinte: temperatura inicial de 80°C mantida por 5,0 min, aumentada para 130°C a uma taxa de 25°C/min, depois aumentada para 300°C a uma taxa de 5°C/min e finalmente mantida por 9 min para ser o tempo total de corrida de 50 min; temperatura do injetor 260°C; modo *splitless* (tempo 3 min) e volume de injeção: 1,0 μL. A interface GC/MS foi mantida a 270°C, e a temperatura da fonte de íons a 230°C. O sinal foi adquirido operando no modo de varredura completa (intervalo de 40-650 m/z) e modo de monitoramento de íons selecionado (SIM) selecionando fragmentos específicos de cada HPA (valores m/z do íon característico mais abundante) (**Tabela 2**).

Tabela 2. Figuras de méritos analíticas.

Analitos	Condições cromatográfica e espectrométrica			Curva de Calibração			Sensibilidade	
	Tempo de retenção (min)	Íon Principal	Íons de Confirmação	Equação de regressão	Linearidade (ng/ml)	Coeficiente de correlação (R^2)	LD (ng/g)	LQ (ng/g)
Naftaleno-D8 (PS)	7,95	136	152,115,78	y=-0.0189+0.0013x	50-500	0,990	0,003	0,009
Naftaleno	7,98	128	134, 108, 137	y=-0.0454+0.002x	5-1500	0,993	0,007	0,021
2-metil-naftaleno	9.53	142	127,129,51	y=-0.0049+0.0023x	25-1000	0,992	0,002	0,006
1-metil-naftaleno	9.79	142	141, 115, 143	y=-0.0098+0.0033x	10-500	0,999	0,008	0,025
Acenaftileno	12.06	152	141, 115, 143	y=-0.0045+0.0017x	10-1000	0,991	0,005	0,015
Acenafteno-D10 (PS)	12.58	162	153,151,76	y=-0.1112+0.0025x	50-500	0,993	0,012	0,038
Acenafteno	12.68	154	164, 160, 163	y=0.0006+0.0037x	25-1000	0,991	0,005	0,017
Dibenzotiofeno	17.68	184	153,152,76	y=-0.0141+0.0021x	5-500	0,995	0,004	0,014
Fenantreno-D10 (PS)	18.1	188	189, 80, 184	y=-0.0547+0.002x	50-500	0,990	0,005	0,014
Antraceno	18.4	178	185,139,152	y=-0.0181+0.0014x	25-500	0,995	0,003	0,008
Fluoranteno	23.44	202	176,177,179	y=-0.0878+0.0033x	50-1000	0,999	0,014	0,042
Pireno	24.33	202	200,203,201	y=-0.1235+0.0035x	50-1000	0,996	0,031	0,094
p-terfenil-D14 (PI)	25.57	244	200,201,203					
Benz (a) antraceno	29.93	228	243, 245, 122	y=-0.0268+0.0024x	25-1000	0,999	0,006	0,017
Criseno-D12 (PS)	30.03	240	226,229,114	y=-0.139+0.0038x	50-500	0,997	0,043	0,131
Criseno	30.14	228	236, 241, 120	y=-0.096+0.0038x	50-500	0,997	0,009	0,028
Benzo (b) fluoranteno	34.66	252	226,229,227	y=-0.057+0.0025x	25-500	0,997	0,049	0,148
Benzo (k) fluoranteno	34.76	252	253,250,126	y=-0.0063+0.0027x	25-500	0,997	0,023	0,070
Benzo (e) pireno	35.72	252	253,250,126	y=-0.0418+0.0038x	25-500	0,997	0,020	0,061
Benzo (a) pireno	35.9	252	253,250,125	y=-0.0251+0.0022x	25-500	0,994	0,024	0,073
Perileno-D12 (PS)	36.14	264	253,250,126	y=-0.1518+0.0029x	50-500	0,992	0,045	0,138
Perileno	36.24	252	260, 262, 132	y=-0.0599+0.0038x	25-500	0,989	0,043	0,130
Indeno (1 2 3cd) pireno	39.99	276	253,250,126	y=-0.011+0.0013x	25-500	0,998	0,005	0,015
Dibenzo (ah) antraceno	40.14	278	138,277,274	y=-0.0218+0.0024x	25-500	0,992	0,014	0,043
Benzo (ghi) perileno	40,81	276	279,276,139	y=-0.0094+0.002x	10-500	0,999	0,041	0,124

3.3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA OS TESTES DE TOXICIDADE

3.3.1 SEDIMENTO INTEGRAL

Os sedimentos são compartimentos do ecossistema aquático que acumulam as partículas trazidas pela maré nas praias ou precipitadas a partir da coluna d'água, sendo também por isso frequentemente repositórios finais de diversos compostos. O que torna o ambiente sedimentar uma complexa fonte de contaminação a longo prazo, uma vez que além de acumular, as substâncias podem interagir com os componentes do sedimento, por processos químicos, físicos e biológicos (SANTSCHI et al., 1990). Assim, os testes de toxicidades com sedimento integral são realizados considerando os efeitos aditivos e interativos de misturas complexas já presentes no ambiente antes da possível contaminação.

As respostas de sobrevivência dos organismos expostos no teste de toxicidade com as amostras potencialmente contaminadas foram comparadas com o sedimento da Praia do Engenho d'Água, em Ilhabela (SP,). Esse local é o habitat dos anfípodos utilizados nos testes, é uma região considerada como de boa qualidade ambiental, considerado como um ponto Controle em outros estudos sobre qualidade de sedimentos (NILIN et al., 2013; CAMPOS et al., 2019; ABESSA, 2002), tendo sua caracterização sedimentológica descrita com 97% de areia e 2% de lama (silte + argila), e níveis de HPA em torno de 0,001 µg/g (ABESSA, 2002).

Para os testes de toxicidade todas as amostras foram homogeneizadas dentro dos frascos de armazenamento com o auxílio de um bastão de vidro, e então pesadas, para a separação das alíquotas para cada teste. Para avaliação da toxicidade aguda, seguiu-se o protocolo descrito por Melo & Abessa (2002), e pela norma NBR-15638 (ABNT, 2021), e para os testes de toxicidade crônica seguiu-se o protocolo descrito por Lotufo & Abessa (2002).

3.3.2 ELUTRIATO OBTIDO DO SEDIMENTO

Os elutriatos foram obtidos através de mistura do sedimento integral água de diluição na proporção 1:4 (EPA, 1998). A água do mar utilizada para todos os testes como água de diluição, passa por processos de filtração a vácuo, e posteriormente autoclavada, com a salinidade ajustada para cada teste, assim como o sedimento controle supracitado, a água foi obtida Parque Estadual Marinho da Laje de Santos (SP), uma área livre de contaminantes[12]. A mistura de água de diluição e sedimento

[12]Plano de Manejo 2018: https://sigam.ambiente.sp.gov.br/sigam3/Default.aspx?idPagina=15391

foi homogeneizada com o auxílio do agitador magnético por 30 minutos, e em seguida o elutriato foi reservado por 24 horas, a 4º C, para a decantação, sendo utilizado apenas o sobrenadante nos testes.

3.3.3 SISTEMA INTERFACE SEDIMENTO – ÁGUA

O teste com interface sedimento-água foi montado utilizando a metodologia proposta por César et al., (2004), onde foram alocados 2 ml de amostra, no fundo do tubo de ensaio, com uma seringa de 5ml (com a ponta cortada), para evitar que as paredes do tubo entre em contato com o sedimento. Então foi colocado uma rede de malha de 125 µm presa por um anel de plástico (feito com o tambor da seringa estéril cortada com cerca de um centímetro de altura). Então foi introduzido 8 ml de água de diluição, cuidadosamente, para evitar a ressuspensão, e os tubos de ensaio foram reservados por 24h a 4º C, para a total decantação e interação entre a coluna d'água e o sedimento (**Figura 3**).

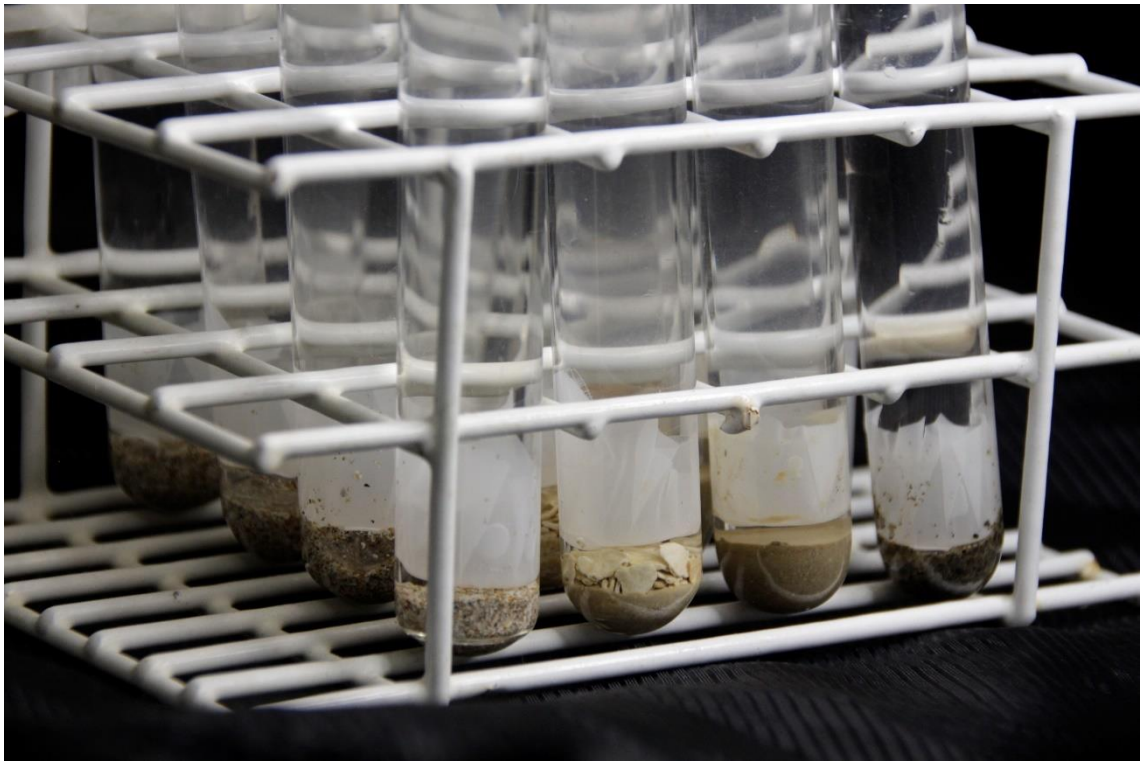

Figura 3. Sistema interface sedimento-água montado nos tubos de ensaio de vidro.

3.4 TESTES DE TOXICIDADE

3.4.1 TESTE DE TOXICIDADE AGUDA COM O ANFÍPODO (*Tiburonella viscana),* EXPOSTO AO SEDIMENTO INTEGRAL

Os testes de toxicidade aguda do sedimento integral foram realizados com anfípodo escavador da espécie *Tiburonella viscana*. Os indivíduos foram coletados na Praia do Engenho d'Água, em Ilhabela - SP. Para a coleta dos anfípodos, utilizou-se uma draga manual, equipada com peneiras de malha de 1mm. Eles foram acondicionados em frascos de 1 litro, preenchidos com água do mar do local. No laboratório, os organismos foram aclimatados por 3 dias, em tanques com água do mar filtrada e uma camada de 1-2 cm de sedimento-controle, a 25 ºC, aeração e iluminação constantes, seguindo o método de Melo & Abessa (2002), com adaptações da norma NBR-15638 (ABNT, 2021).

O método consistiu na exposição dos anfípodos adultos ao sedimento integral, para a avaliação da sobrevivência (ABESSA et al., 1998). As amostras foram homogenizadas como descrito na subseção 3.3.1. Para isso, foram adicionadas alíquotas de cerca de 100ml de sedimento em frascos de polietileno e introduzidos cuidadosamente 375 ml de água do mar de diluição obtida na área controle Parque Estadual Marinho da Laje de Santos– SP, com salinidade de aproximadamente 34‰. Para cada ponto foram feitas quatro réplicas com dez organismos em cada. O teste foi mantido com aeração e iluminação constantes, com temperatura controlada (25 ± 2 ºC), por 10 dias (**Figura 4**). No final do período de exposição, a mortalidade foi registrada, e os dados comparados com a mortalidade do controle interno (Ilhabela, SP). Foram realizadas análises dos parâmetros físico-químicos nos testes, tais como oxigênio dissolvido (OD), pH, salinidade e amônia total no início e fim do experimento.

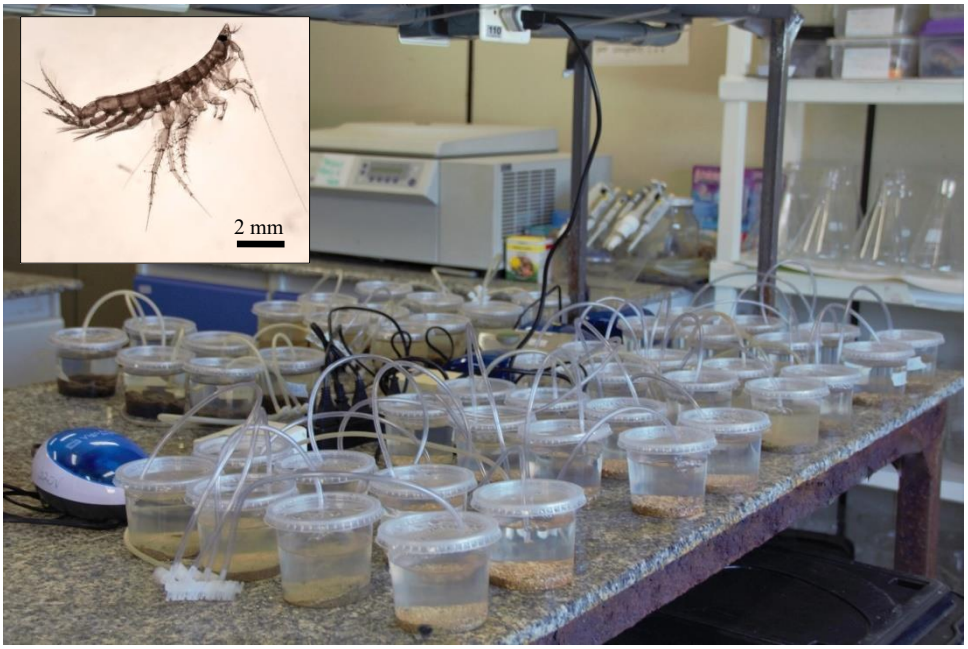

Figura 4. Teste de toxicidade aguda com o anfípodo (*Tiburonella viscana*), exposto ao sedimento Integral.

3.4.2 TESTE DE TOXICIDADE CRÔNICA COM O COPÉPODO (*Nitocra* sp.), EXPOSTO AO SEDIMENTO INTEGRAL.

O copépodo harpacticóide *Nitocra* sp., vive em abundância no ambiente estuarino tropical e subtropical, possui hábito bentônico, com alta resistência à variação de salinidade. Ele tem o ciclo de vida relativamente curto, com cerca de 20 dias, contando desde a liberação do ovo que dá origem ao filhote (náuplio), que se desenvolve até a fase juvenil (copepodito), e posteriormente a fase adulta onde se diferenciam as fêmeas dos machos pela presença do saco ovígero (fêmeas ovadas) (**Figura 5**), o que torna possível a observação em pouco tempo no laboratório dos efeitos das exposições nas taxas de reprodução durante os testes de toxicidade crônica (LOTUFO & ABESSA, 2002). São detritívoros, se enterram no sedimento a procura de alimentos e proteção de predadores, sendo representantes o segundo elo da teia trófica, compondo uma parte importante da alimentação de diversos organismos aquáticos, como peixes (principalmente os filhotes), e crustáceos (RUPPERT & BARNES, 1996).

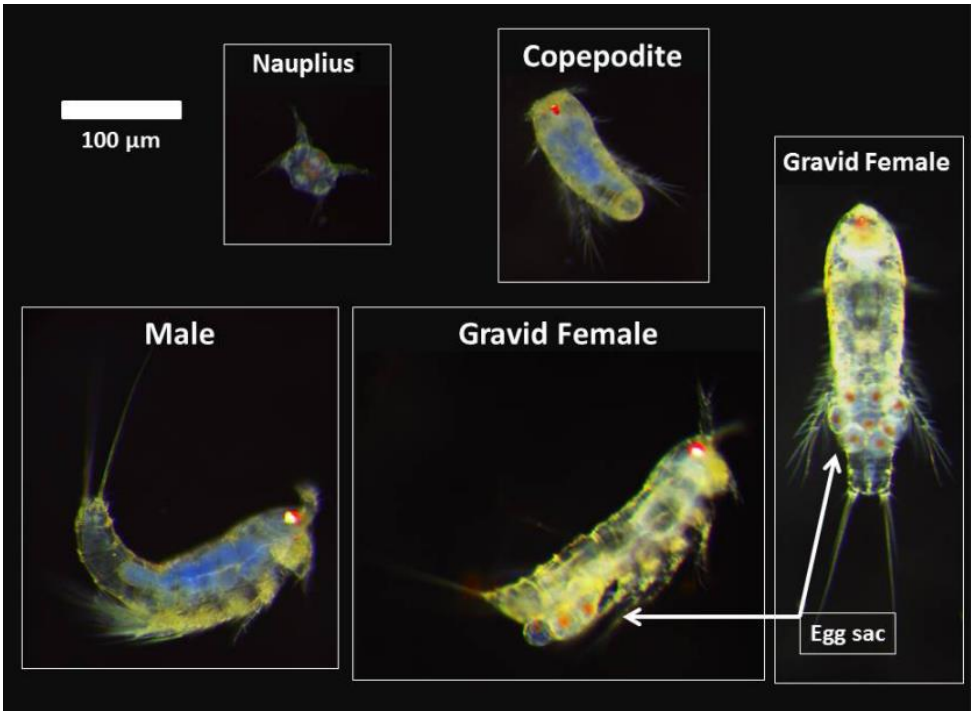

Figura 5. Fases do ciclo de vida do copépodo *Nitocra* sp. Fonte: Ueda-De-Carvalho et al., (2019).

Apesar de serem encontrados com facilidade no ambiente, o cultivo em laboratório é possível, e a espécie vive bem sem a interação com o sedimento, o que facilita a manutenção e a separação dos

organismos para a utilização nos testes, além de poder ser utilizado tanto nos testes com sedimento integral, quando com amostras aquosas (SOUSA et al., 2012). Além disso, os copépodos são organismos diminutos, o que faz ser possível a realização da exposição de muitos organismos em pequenas amostras, e com isso há uma redução de resíduos de sedimentos potencialmente tóxicos produzidos durante os estudos em comparação com os organismos macro-invertebrados utilizados comumente (LOTUFO & ABESSA, 2002).

Os organismos utilizados nos ensaios ecotoxicológicos nessa avaliação foram cultivados no laboratório NEPEA - UNESP. A cultura de *Nitocra* sp., é monoespecífica e foi estabelecida em 1998, a partir de organismos coletados na superfície de sedimentos da zona intersticial no estuário de Cananéia, na costa sul do estado de São Paulo (LOTUFO & ABESSA, 2002). Este cultivo é mantido em *Erlenmeyers*, com 750 ml de água do mar autoclavada em salinidade de 17 ± 3‰, em temperatura constante de 25 ± 3ºC dentro da incubadora. O cultivo é alimentado duas vezes na semana com uma mistura feita de 0,5 mg de ração de peixe (*Tetra BloodWorms*®, à base de larvas de mosquitos), macerada com 1,5 ml de alimento líquido para invertebrados filtrantes (*Sera Marin Coraliquid*®, à base de plâncton), e microalga *Tetraselmis* sp., diluídos em 100ml de água destilada.

Os testes foram realizados segundo protocolo descrito por Lotufo & Abessa (2002). Para isso, foram adicionadas alíquotas de 2ml de sedimento no fundo de frascos de vidro, e cuidadosamente, 8ml de água do mar de diluição, sendo feitas quatro réplicas de cada ponto, em algumas amostras as salinidades foram ajustadas para ficarem semelhantes ao cultivo (18±2). Após 24 horas da montagem dos frascos foram introduzidas 10 fêmeas ovadas do cultivo em cada réplica. A alimentação consistiu na adição de 100 µL de uma mistura supracitada utilizada no cultivo. Os frascos foram mantidos em uma incubadora sem aeração e sob a temperatura constante de 25 ± 2 ºC, iluminação de 16h claro e 8h escuro durante 7 dias. Foram realizadas análises dos parâmetros físico-químicos nos testes em uma quinta réplica de cada ponto, que possuía organismos, porém não foram contabilizados, pois a função dessas réplicas era a medição dos parâmetros, tais como, oxigênio dissolvido (OD), pH, salinidade (ppm) e amônia total (mg/L), no início e fim do experimento. Ao final do experimento, o teste foi fixado e corado com uma solução de formalina tamponada 10% e Rosa de Bengala (**Figura 6**). Os organismos foram retirados do sedimento com auxílio de uma peneira de malha de 45 µm. Posteriormente, o material retido na peneira foi observado em estereomicroscópio, visando identificar e quantificar as fêmeas e a prole (náuplios e copepoditos), produzida durante a exposição ao sedimento.

Figura 6. Teste de toxicidade com copépodo *Nitocra* sp., exposto ao sedimento integral, fixado e corado com Rosa de Bengala.

3.4.3 TESTE DE TOXICIDADE CRÔNICA COM O COPÉPODO (*Nitocra* sp.), EXPOSTOS AO ELUTRIATO.

Os testes foram elaborados segundo protocolo descrito por Lotufo & Abessa (2002), e ABNT – ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS (2021). Para isso após a obtenção do elutriato, a salinidade foi ajustada para ser semelhante ao cultivo, e foram alocados 10 ml em cada tubo de ensaio de vidro (com quatro réplicas por ponto), e adicionadas 10 fêmeas ovadas em cada réplica. Após isto, seguiram os mesmos passos de introdução dos organismos, condições de exposição na incubadora e análise dos resultados descritos anteriormente na subseção **3.5.2**.

3.4.4 TESTE DE TOXICIDADE CRÔNICA DE CURTA DURAÇÃO COM EMBRIÕES DE OURIÇO-DO-MAR (*Echinometra lucunter*), EXPOSTOS AO ELUTRIATO.

O ouriço-do-mar *E. lucunter*, é uma espécie cosmopolita cujos gametas e embriões vêm sendo utilizados com sucesso em estudos ecotoxicológicos, pois possuem sensibilidade aos efeitos de contaminação em ambientes marinhos, além de se obter com facilidade os gametas em laboratório, por baixo custo, e com rapidez na execução dos experimentos (ABNT, 2020). São animais bioerosivos, sendo capazes de modificar a arquitetura do ecossistema ao perfurarem as rochas, que

servem de abrigo não apenas para o próprio ouriço, mas também a uma série de outros organismos, modificando também, a estrutura da comunidade residente (SCHOPPE & WERDING, 1996). Outra função ecológica que o ouriço exerce, é o controle populacional de algas, podendo evitar a eutrofização do ambiente e também incorporar a energia destes autótrofos (CORDEIRO et al., 2014), que consequentemente será transferida a seus predadores, como lontras (DUGGINS, 1983), peixes (MCCLANAHAN et al., 2000), aves (SCHNEIDER, 1985), gastrópodes marinhos (SANFORD, 2002), entre outros.

Indivíduos adultos de *E. lucunter* foram coletados nos costões rochosos da Ilha da Palmas, Guarujá (SP), por meio de mergulho livre. Foram mantidos em caixas envoltos em macroalgas do local, e levados ao laboratório, onde foram aclimatados em tanques com água do mar sob condições controladas, até o início do experimento (ABNT, 2020).

A liberação dos gametas foi feita por estímulos químicos onde foram injetados de 1-3 mL de Cloreto de Potássio (0,5M) na cavidade celomática. Para os testes, foram utilizados três machos e três fêmeas, maduros sexualmente. O dimorfismo foi confirmado após a liberação dos gametas: o esperma de cor branca e os óvulos de cor amarelo-alaranjada (PRÓSPERI & ARAÚJO, 2002). Cada fêmea foi apoiada em um béquer de 400 mL, preenchido com água do mar, permitindo a deposição dos óvulos. Após a liberação foram analisados em microscópio óptico a fim de verificar seu estágio de maturação e sua morfologia. Os óvulos foram misturados em um béquer e lavados três vezes, para que não houvesse contaminação da amostra por fezes dos animais, espinhos e resíduos orgânicos. O esperma foi colhido com o auxílio de pipeta *Pasteur*, e em seguida acondicionado *in natura* em um béquer mantido em gelo, sendo posteriormente ativado por diluição em água do mar, na proporção de 0,5 ml de esperma para 24,5 ml de água de diluição, imediatamente antes da fecundação. Para a fecundação, foram adicionados de 1 a 2 mL da solução de esperma à solução de óvulos, agitando levemente o frasco. Passados cerca de cinco minutos, foi verificada a taxa mínima de fecundidade de mais de 90%, e com isso foi aceito o sucesso da fecundação.

Em seguida, uma alíquota de solução de ovos recém-fecundados foi acrescentada em cada réplica dos elutriatos, contendo cerca de 300 a 500 ovos por tubo. Os testes foram mantidos em câmara de germinação sob fotoperíodo de 8:16h (luz:escuro) e temperatura de 20 ± 2 ºC e os parâmetros físico-químicos foram mensurados. Quando 80% das larvas do controle atingiram o estágio de larva pluteus (após um intervalo aproximado de 36 a 42 horas), os embriões foram fixados com adição de 40 µl de formol 10% neutralizado em cada tubo (ABNT, 2020). Para a contagem das

larvas cerca de 1 mL de cada réplica foi analisada em câmara de Sedgewick-Rafter; em microscópio óptico sob aumento de 40X. As primeiras 100 larvas foram contabilizadas, e analisadas quanto ao seu desenvolvimento normal, se atingiram o estágio pluteus, ou anormal, se o desenvolvimento foi retardado ou com deformações (**Figura 7**).

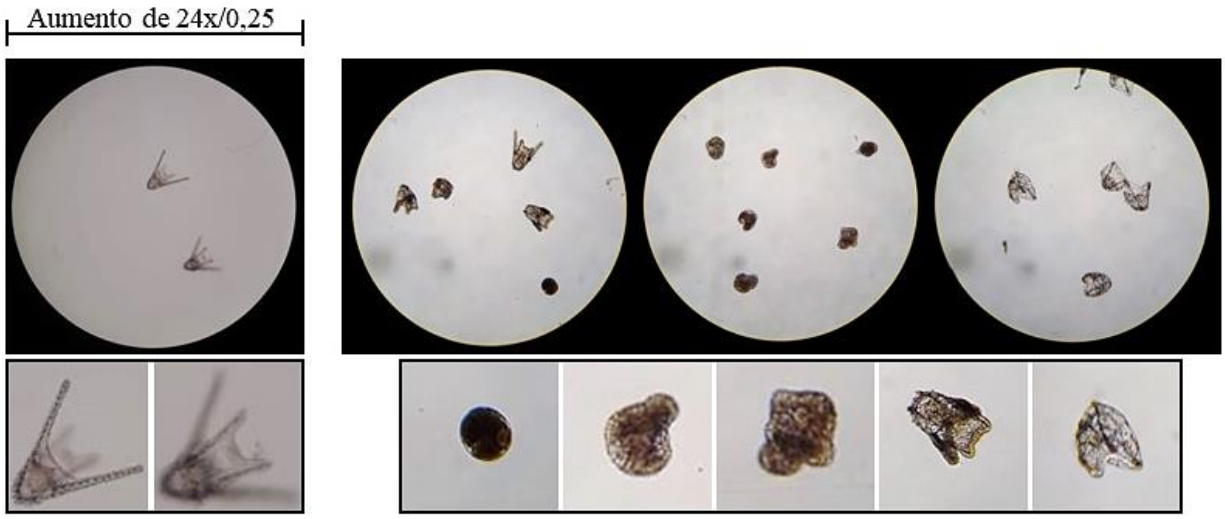

Figura 7. Fases do desenvolvimento embriolarval de *E. lucunter*, avaliadas no teste de toxicidade crônica. Larvas com desenvolvimento normal em 42h, e embriões e larvas em estágios anormais (com malformações e desenvolvimento retardo observados em 42h).

3.4.5 TESTE DE TOXICIDADE CRÔNICA DE CURTA DURAÇÃO COM EMBRIÕES DO OURIÇO-DO-MAR (*Echinometra lucunter*), EXPOSTOS NO SISTEMA INTERFACE SEDIMENTO-ÁGUA.

Foram montados os tubos com o sistema interface sedimento-água descrito na subseção **3.4.3**. Posteriormente, foi realizada a mesma metodologia citada na subseção **3.5.4**.

3.5 ANÁLISE DOS PARÂMETROS FÍSICO-QUÍMICOS

Para a garantia da qualidade de execução dos testes de toxicidade, foram medidos os parâmetros físico-químicos de salinidade por meio de um refratômetro, pH e oxigênio dissolvido pela utilização de sondas portáteis, e níveis de amônia total. Foram utilizadas duas metodologias para a análise da amônia: nas amostras do Ceará a leitura foi realizada com o kit Labcon® Teste para Amônia Tóxica para aquários marinhos, que usa o método colorimétrico de Koroleff (de 0 ppm a 3,00ppm);

e as amostras de Pernambuco e da Bahia foram lidas em Espectrofotômetro, e apresentada a média calculada com base de 2 réplicas de cada amostra (WHITFIELD, 1974).

3.6 ANÁLISE ESTATÍSTICA DOS TESTES DE TOXICIDADE

Os resultados obtidos nos testes de toxicidade foram submetidos a teste de normalidade e homoscedasticidade, e posteriormente, comparados com os seus respectivos grupos controles, através ANOVA de uma via com o teste *a posteriori* de Dunnett, para avaliar se houve diferença significativas entre as amostras coletadas e o controle. Para o cálculo dos dados obtidos, foi utilizado o programa *GraphPad Prism* versão 6 (GraphPad Software, Inc).

3.7 INTEGRAÇÃO DOS DADOS

Após os resultados dos testes de toxicidade os dados foram elaborados para cada estado as análises de componentes principais (PCA) para integrar os dados ecotoxicológicos, sedimentológicos e químicos. O valor de corte utilizado foi de 0,45, que é mais conservativo do que o proposto por Tabachnick & Fidell (1989), por causa do número diminuto de variáveis. Para realização da PCA, os dados foram organizados em matrizes compostas pelas seguintes variáveis: sobrevivência de *T. viscana* em sedimento integral, taxa de reprodução de *Nitocra* sp., em sedimento integral e elutriato, desenvolvimento embrionário do ouriço-do-mar *E. lucunter* em elutriato e no sistema interface, e teores de HPAs, amonia, areia, lama, matéria orgânica e n-alcanos.

4. RESULTADOS

4.1 CARACTERIZAÇÃO SEDIMENTOLÓGICA

4.1.1 ANÁLISE GRANULOMÉTRICA

As amostras do estado do Ceará coletadas nos nove pontos, possuíam características granulométricas semelhantes, com tamanhos de partículas que variam dentro da faixa de areia, predominando a areia média (>64%) e grossa (>19%) (**Tabela 3**), conforme a Norma Técnica NBR 6502 (ABNT, 1995).

As amostras recifais das duas campanhas coletadas em Pernambuco também foram predominantemente arenosas (>94%), e possuíam diminuta fração fina (<6%), pela classificação proposta por Larsonneur (1977) (**Tabela 4**).

Os sedimentos dos pontos amostrados na Bahia foram mensurados quanto ao tamanho médio das partículas, que resultou na classificação da amostra no geral (**Tabela 5**), em Canavieiras foi predominante o tamanho de areia muito fina (68 Mz), em Boipeba eram maiores classificadas como areia fina (222,7 Mz), em Siribinha areia média (259 Mz), e Baia de Todos os Santos silte grosso (58,4 Mz).

Tabela 3. Classificação granulométrica dos sedimentos do Ceará e do sedimento controle.

	Faixa Granulométrica (%)									
	Areia					Silte				
Pontos (CE)	**Muito Grossa**	**Grossa**	**Média**	**Fina**	**Muito Fina**	**Grosso**	**Médio**	**Fino**	**Muito Fino**	**Argila**
Sabiaguaba	3,50	23,20	67,73	5,57	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Caetanos	3,39	22,67	67,87	6,06	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Canto Verde	3,67	21,30	65,45	9,59	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Icapuí	5,19	25,83	64,07	4,91	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Canoa Quebrada	4,11	24,31	66,29	5,29	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Icaraí de Amontada	2,61	19,84	66,91	10,64	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Cumbuco	4,19	21,86	64,66	9,29	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Jericoacoara	1,60	18,14	71,68	8,59	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Acaraú	1,06	17,22	73,60	8,12	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Controle	4,12	5,64	28,13	41,96	17,33	0,70	1,03	0,54	0,35	0,21

Tabela 4. Classificação granulométrica dos sedimentos de Pernambuco e do sedimento controle.

	Faixa Granulométrica (%)			
	1ª Campanha		2ª Campanha	
Pontos (PE)	**Areia**	**Finos**	**Areia**	**Finos**
Janga	99,40	0,60	99,90	0,10
Paiva	99,80	0,20	99,30	0,70
Suape	98,80	1,20	98,90	1,10
Muro Alto	97,40	2,60	99,70	0,30
Pontal do Cupe	99,70	0,30	99,80	0,20
Carneiros	99,50	0,10	100,00	0,00
Foz do Rio Mamucabas	99,90	0,10	99,80	0,20
Serrambi	99,60	0,40	94,50	5,50
Controle	37,89	41,96	37,89	41,96

Tabela 5. Classificação granulométrica dos sedimentos da Bahia e do sedimento controle.

Pontos (BA)	Mz-Microns	Classe Granulométrica
Canavieiras	68,01	Areia muito fina
Boipeba	227,20	Areia fina
Siribinha	259,00	Areia média
Baia de Todos os Santos	58,40	Silte grosso
Controle	180,00	Areia fina

4.1.2 TEORES DE MATÉRIA ORGÂNICA (% MO) E AMÔNIA

Os teores de matéria orgânica dos sedimentos de Pernambuco variaram entre 1,5 e 5,4 % (**Tabela 6**). No sítio referência utilizado como controle a concentração foi de 1,3%, os testes das duas campanhas foram realizados com amostras do mesmo ponto, por isso foi mensurado apenas uma vez. Apesar de Serrambi ter sido escolhido inicialmente como área de referência pela ausência de manchas de óleo reportadas, a localização apresentou características físico-químicas semelhantes às outras localidades, como por exemplo, Suape, que é área próxima do Complexo Industrial Portuário. Além disso, Serrambi e Suape apresentaram a maior porcentagem de matéria orgânica, sendo 4,5% para Serrambi e 4,0% para Suape. Como o esperado a região de estuário na Bahia apresentou maiores concentrações (**Tabela 7**), o ponto com maior teor foi a Baia de Todos os Santos, que possuía 19,88%, enquanto Canavieiras havia 2,18%.

As concentrações de amônia foram calculadas pela média de duas réplicas de cada amostra (**Tabela 6**), os pontos com mais altos foram a praia do Paiva com 4,1 mg/L, Suape com 3,7 mg/L e a Foz do Rio Mamucabas com 3,4 mg/L. Na Bahia as concentrações foram superiores em Boipeba com 6 mg/L, na Baia de Todos do Santos com 5,4 mg/L e em Siribinha com 4 mg/L.

Tabela 6. Teores de MO (%) e amônia total dos sedimentos de Pernambuco e controle.

Pontos (PE)	Matéria Orgânica (%)		Amônia (mg/L)
	1ª Campanha	2ª Campanha	
Janga	2,3	2,4	1,7
Paiva	3,0	2,9	4,1
Suape	2,9	4,0	3,7
Muro Alto	3,8	3,0	0,6
Pontal do Cupe	2,7	1,5	0,4
Carneiros	3,8	3,7	2,4
Foz do Rio Mamucabas	5,4	4,2	3,4
Serrambi	4,8	4,5	1,9
Controle	1,3	1,3	0,4

Tabela 7. Teores de MO (%) e amônia dissolvida dos sedimentos da BA e controle.

Pontos (BA)	Matéria Orgânica (%)	Amônia (mg/L)
Canavieiras	2,18	0,6
Boipeba	7,06	6
Siribinha	9,53	4
Baia de Todos os Santos	19,88	5,4
Controle	1,30	0,4

4.1.3 ANÁLISE QUÍMICA DOS HPAs

Nos sedimentos do Ceará, as quantidades totais mais elevadas de HPAs de dois a seis anéis foram observadas nas amostras de Canoa Quebrada com 33,34 (ng/g), seguido por Sabiaguaba com 27,55 (ng/g) e Cumbuco com 21,73 (ng/g) (**Tabela 8**). Os HPAs encontrados foram fluoreno, fenantreno/antraceno, fluoranteno/ pireno e criseno. Também havia quantidades detectáveis de HPAs de cinco e seis anéis, incluindo benzo[a]antraceno, e benzotiofenos heterocíclicos contendo dibenzotiofenos. A distribuição de HPAs é consistente com fonte petrogênica, possuindo indicadores de um petróleo tratado termicamente.

Tabela 8. Níveis de HPAs (ng/g), dos sedimentos do Ceará. (<LD: Menor que Limite de Quantificação utilizado na medição).

Analitos	Sabiaguaba	Caetanos	Canto Verde	Icapuí	Canoa Quebrada	Icaraí de amontada	Cumbuco	Jericoacoara	Acaraú
Naphthalene	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
2-Methylnaphtalene	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
1-Methylnaphthalene	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Acenaphthylene	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Acenaphthene	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Fluorene	0,64	<LQ	<LQ	<LQ	0,77	0,38	0,5	<LQ	<LQ
Dibenzothiophene	4,2	<LQ	<LQ	<LQ	5,1	2,52	3,31	<LQ	<LQ
Phenanthrene	9,49	0,14	0,2	<LQ	11,56	5,7	7,45	<LQ	<LQ
Anthracene	1	<LQ	<LQ	<LQ	1,2	0,53	0,65	<LQ	<LQ
Fluoranthene	0,51	<LQ	0,12	<LQ	0,47	0,23	0,45	<LQ	<LQ
Pyrene	4,77	0,52	0,78	0,32	5,89	2,89	3,71	0,3	0,26
Benz[a]anthracene	2,65	0,28	0,43	0,18	3,28	1,61	2,05	0,16	0,14
Chrysene	4,29	0,37	0,55	0,2	5,07	2,44	3,61	0,19	0,15
Benzo[k]fluoranthene	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Benzo[b]fluoranthene	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Benzo[e]pyrene	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Benzo[a]pyrene	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Perylene	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Dibenz[a,h]anthracene	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Benzo[ghi]perylene	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
HPAs totais	27,55	1,31	2,08	0,7	33,34	16,3	21,73	0,65	0,55

Em Pernambuco as análises da primeira campanha mensuraram uma quantidade total de HPAs de baixo peso molecular na maioria dos sedimentos (<2,73 ng/g-^{1}), exceção de Janga, onde foram

observados teores de 143,3 (ng/g-^{1}) (**Tabela 9**). As amostras tiveram baixas concentrações de naftaleno, acenaftileno, fluoreno, fenantreno/antraceno, fluoranteno/ pireno e criseno. Também apresentaram baixas quantidades de HPAs de cinco e seis anéis, incluindo benzo[a]antraceno, e benzo[b]fluoranteno, benzo[k]fluoranteno, dibenzo[a,h]antraceno e benzo[ghi]perileno (**Tabela 9**). Também foram quantificados hidrocarbonetos alifáticos oriundos do petróleo, e isso pode ser mensurado por bioindicadores isoprenóides, como o pristano em Janga, Suape, Cupe e em Muro Alto, e o fitano em Paiva, Mamucabas, Cupe e Serrambi (**Tabela 9**). Até o momento, os resultados da segunda campanha ainda não foram finalizados.

Tabela 9. Níveis de HPAs (ng/g), dos sedimentos de Pernambuco, na primeira campanha. (<LQ: Menor que Limite de Quantificação utilizado na medição; ND: Não Detectável).

Analito de Interesse	Paiva (Rep. 1 e 2)	Paiva (Rep. 3 e 4)	Janga	Mamucabas	Suape	Cupe	Muro Alto	Serrambi
Naftaleno corrigido	0,12	0,17	1,16	0,14	0,23	0,09	0,22	0,13
2-Metil Naftaleno	<LQ	<LQ	0,21	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Acenaftileno	<LQ	<LQ	0,40	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Acenafteno	<LQ	<LQ	0,08	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Fluoreno	<LQ	<LQ	0,53	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Fenantreno	0,07	0,08	8,11	0,09	0,21	<LQ	0,14	0,12
Antraceno	<LQ	<LQ	1,48	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ	<LQ
Fluoranteno	<LQ	0,07	28,05	<LQ	0,27	<LQ	0,11	0,09
Pireno	<LQ	0,22	22,24	<LQ	0,25	0,08	0,21	0,27
Benzo[a]antraceno	ND	ND	12,50	<LQ	0,20	<LQ	<LQ	<LQ
Criseno	<LQ	<LQ	10,85	<LQ	0,23	0,17	<LQ	<LQ
Benzo[b]fluoranteno	<LQ	<LQ	6,63	<LQ	0,29	<LQ	0,08	<LQ
Benzo[k]fluoranteno	ND	<LQ	9,75	<LQ	0,16	<LQ	<LQ	<LQ
Benzo[a]pireno	ND	ND	20,43	ND	0,36	0,07	0,11	<LQ
Indeno[1,2,3-cd]pireno	<LQ	<LQ	10,14	<LQ	0,28	<LQ	0,12	<LQ
Dibenzo[a,h]antraceno	ND	ND	1,46	ND	<LQ	<LQ	ND	ND
Benzo[ghi]perileno	<LQ	<LQ	9,31	<LQ	0,31	0,07	0,15	<LQ
HPAs (totais)	0,198	0,551	143,33	0,230	2,785	0,491	1,131	0,604
Pristano	ND	ND	62,5	ND	58,3	48,0	57,2	ND
Fitano	26,9	40,7	ND	29,9	ND	14,3	ND	20,3

Na Bahia as análises mensuraram uma quantidade total de HPAs maiores que as encontradas em PE, os pontos com maiores concentrações foram Boipeba com a média de 528,47 ng/g-^{1}, e Baia de Todos os Santos com a média de 463,72 ng/g-^{1}, seguidos de Siribinha com a média de 269,8 ng/g-^{1} e Canavieiras com a média de 247,04 ng/g-^{1} com alto desvio (**Tabela 10**). As amostras possuíam

concentrações de naftaleno, 2-metilnaftaleno, acenaftileno, fluoreno, fenantreno/antraceno, fluoranteno/ pireno e criseno. Também apresentaram HPAs de cinco e seis anéis, incluindo benzo[a]antraceno, benzo[a]pireno e benzo[b]fluoranteno, benzo[k]fluoranteno, dibenzo[a,h]antraceno e benzo[ghi]perileno, benzo[e]pireno, peryleneIndeno, perileno Indeno[1,2,3-cd]pireno, dibenz[a,h]antraceno, benzo[ghi]perileno (**Tabela 10**).

Tabela 10. Níveis de HPAs (ng/g), dos sedimentos da Bahia.

	Canavieiras			Boipeba				Siribinha				Baia de Todos os Santos			
Analito de Interesse	**R1**	**R2**	**Média**	**R1**	**R2**	**R3**	**Média**	**R1**	**R2**	**R3**	**Média**	**R1**	**R2**	**R3**	**Média**
Naphthalene	25,63	11,64	18,64	0,68	0,63	0	0,44	8,59	8,24	36,03	17,62	11,92	1,15	1,59	4,89
2-Methylnaphtalene	3,97	1,37	2,67	0,88	0,82	1,53	1,08	0	0,02	0	0,01	3,77	3,25	3,94	3,65
1-Methylnaphthalene	3,16	1,66	2,41	2,08	3,47	0,6	2,05	0,47	2,97	1,64	1,69	2,25	1,85	1,52	1,87
Acenaphthylene	9,38	6,45	7,92	10,55	7,18	11,57	9,77	17,58	15,61	4,36	12,52	6,03	5,57	9,35	6,98
Acenaphthene	0	0	0,00	0	0	0	0,00	0	0	0	0,00	0	0	0	0,00
Fluorene	5,62	4,24	4,93	4,14	3,89	29,53	12,52	5,2	15,15	5,9	8,75	13,45	8,87	9,47	10,60
Dibenzothiophene	21,02	17,98	19,50	18,74	19,19	18,65	18,86	16,88	18,26	17,05	17,40	19,72	20,69	20,25	20,22
Phenanthrene	22,85	18	20,43	16,65	20,1	100,07	45,61	16,22	24,46	22,54	21,07	28,5	26,71	28,96	28,06
Anthracene	16,92	16,93	16,93	17,81	19,17	34,91	23,96	16,85	17,92	18,63	17,80	31,38	28,44	30,94	30,25
Fluoranthene	3,93	4,38	4,16	6,44	13,21	147,37	55,67	3,43	6,9	9,17	6,50	22,6	20,84	16,36	19,93
Pyrene	0	0	0,00	0	0	109,93	36,64	0	0	0	0,00	13,86	6,7	8,35	9,64
Benz[a]anthracene	10,69	11,53	11,11	15,04	16,85	97,9	43,26	11,41	13,24	15,36	13,34	32,45	27,68	27	29,04
Chrysene	0	0,15	0,08	4,95	7,16	0	4,04	16,55	19,58	19,12	18,42	8,26	5,33	6,05	6,55
Benzo[b]fluoranthene	17,13	18,57	17,85	24,87	27,2	117,27	56,45	17,61	21,47	21,73	20,27	71,1	60,45	69,07	66,87
Benzo[k]fluoranthene	21,33	22,27	21,80	26,47	27,52	74,99	42,99	21,67	23,14	24,3	23,04	45,36	39,09	41,01	41,82
Benzo[e]pyrene	13,11	13,62	13,37	18,25	19,2	64,45	33,97	13,67	15,73	16,53	15,31	43,82	38,43	40,98	41,08
Benzo[a]pyrene	10,06	10,68	10,37	15,3	15,7	73,14	34,71	10,74	12,4	13,1	12,08	31,87	24,45	28,62	28,31
Perylene	6,95	19,83	13,39	0,81	1,19	8,33	3,44	0	0	0	0,00	0	0	0	0,00
Indeno[1,2,3-cd]pyrene	21,48	22,05	21,77	27,39	27,31	71,33	42,01	21,96	22,78	24,15	22,96	45,78	40,93	48,24	44,98
Dibenz[a,h]anthracene	28,75	28,76	28,76	30,14	30,25	41,43	33,94	28,75	29,13	29,43	29,10	35,81	33,83	34,99	34,88
Benzo[ghi]perylene	10,61	11,37	10,99	16,17	16,58	49,85	27,53	10,68	12,2	12,9	11,93	35,66	29,07	37,52	34,08
TOTAL (ng/g peso seco)	**252,61**	**241,47**	**247,04**	**257,36**	**276,61**	**1051,44**	**528,47**	**238,27**	**279,19**	**291,93**	**269,80**	**503,60**	**423,34**	**464,21**	**463,72**

4.2 TESTES DE TOXICIDADE:

4.2.1 CEARÁ

No teste de toxicidade aguda com o anfípodo (*T. viscana*), exposto ao sedimento integral, todas as amostras causaram toxicidade aguda, com a morte total dos organismos na maioria delas (**Figura 8-A**). Quanto aos parâmetros físico-químicos (**Anexo 1**), em todas as amostras foi adicionado água destilada durante o teste para que a salinidade não fosse alterada pela aeração constante, e os parâmetros de pH, OD e amônia total não tiveram alterações significativas durante o teste. No teste de toxicidade crônica com o copépodo (*Nitocra* sp.), exposto ao sedimento integral (**Figura 8-B**) e ao elutriato (**Figura 8-C**), houve a redução significativa ($p \leq 0,05$) das taxas de reprodução em todos os pontos, e foi semelhante o comportamento dos parâmetros físico-químicos (**Anexo 2**). Nos testes com os embriões do ouriço-do-mar (*E. lucunter*), expostos aos elutriatos (**Figura 8-D**), a maioria das amostras causou toxicidade, com exceção das praias de Icapuí e Canoa Quebrada. No sistema interface (**Figura 8-E**), sedimento-água todos os sedimentos afetaram negativamente o desenvolvimento dos embriões. Os parâmetros físico-químicos também não se alteraram significativamente nos testes com o *E. lucunter,* naturalmente em testes de curto prazo (<42 horas) mantidos em condições controladas, essas alterações tendem a serem mínimas (**Anexo 3**).

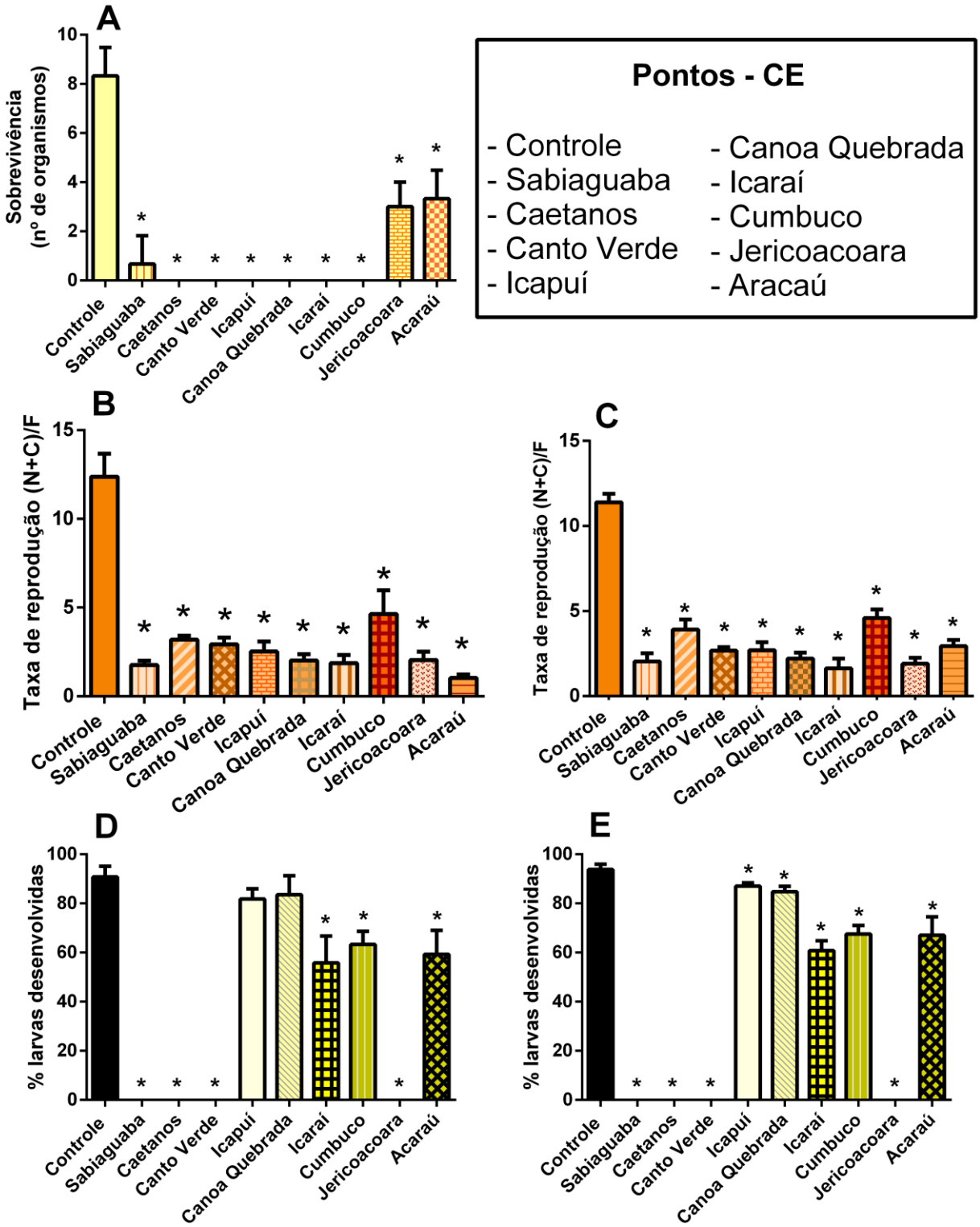

Figura 8. Testes de toxicidade referentes ao estado do Ceará: (**A**) Teste de toxicidade aguda de sedimento integral com o anfípodo *T. viscana*; (**B**) teste de toxicidade crônica de sedimento integral com o copépodo *Nitocra* sp.; (**C**) teste de toxicidade crônica com o copépodo *Nitocra* sp. expostos

aos elutriatos; (**D**) teste de toxicidade crônica com embriões do ouriço-do-mar *E. lucunter*; expostos aos elutriatos (**E**) teste de toxicidade crônica do sistema interface sedimento-água sobre embriões do ouriço-do-mar *E. lucunter*. (* Diferença significativa entre a amostra e o controle de $p < 0,05$).

4.2.2 PERNAMBUCO

No teste de toxicidade aguda com o anfípodo (*T. viscana),* exposto ao sedimento integral da 1ª campanha, a maioria dos sedimentos causou toxicidade aguda, com exceção da praia de Muro Alto e Pontal do Cupe (**Figura 9-A**). Os anfípodos na exposição com a 2ª coleta responderam de maneira semelhante, na maioria dos pontos houve toxicidade (praia do Paiva, Suape, Muro Alto e Foz do Rio Mamucabas), porém os sedimentos das praias do Janga, Pontal do Cupe e Carneiros não causaram efeito significativo, na sobrevivência dos organismos (**Figura 9-A**). Ao comparar a toxicidade dos sedimentos entre as campanhas, houve a diminuição da toxicidade para a *T. viscana* nas praias do Janga, Cupe e Carneiros, enquanto em Suape a toxicidade aumentou (**Figura 9-A**). Assim como no teste com os pontos do Ceará, os parâmetros físico-químicos não tiveram alterações significativas durante o teste (**Anexo 4**).

Nos testes de toxicidade crônica com o copépodo *Nitocra* sp., exposto ao sedimento integral da 1ª campanha, houve a redução significativa das taxas de reprodução na maioria dos pontos, com exceção de Serrambi. Nos experimentos da 2ª campanha, os sedimentos de todos os pontos foram tóxicos (**Figura 9-B**). Nos testes com os elutriatos a resposta foi semelhante com o da 1ª campanha, diferenciando apenas que no sedimento da praia do Pontal do Cupe houve o aumento significativo da taxa de reprodução (**Figura 9-C**). Na 2ª campanha, novamente em todos os pontos houve a redução da taxa de reprodução (**Figura 9-C**). Os parâmetros físico-químicos não se alteraram significativamente (**Anexo5**).

Nos testes utilizando os elutriatos da 1ª e da 2ª campanhas, em todos os pontos ocorreu o desenvolvimento anormal dos embriões do ouriço-do-mar (*E. lucunter*) (**Figura 9-D**). Resultado similar foi observado no sistema interface sedimento-água, tanto na 1ª campanha, quanto na 2ª (**Figura 9-E**), mantendo a alta toxicidade entre elas. Os parâmetros físico-químicos não tiveram grandes variações nas duas campanhas no teste com o elutriato (**Anexo 2**) e no sistema interface sedimento-água (**Anexo 6**).

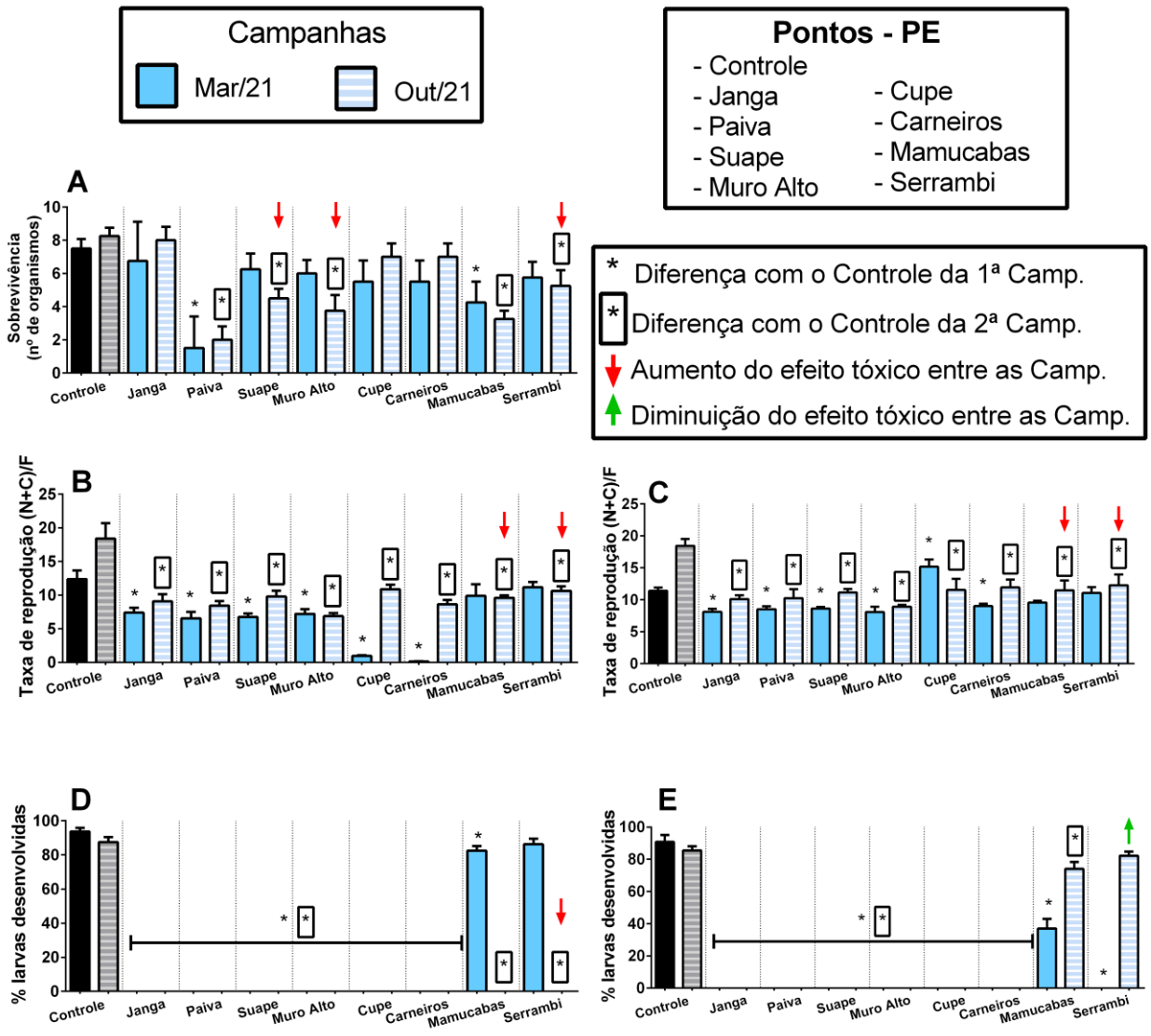

Figura 9. Comparação entre a 1ª campanha e a 2ª campanha dos testes de toxicidade aos sedimentos do estado de Pernambuco com: (A) O com o anfípodo *Tiburonella viscana*, expostos sedimento integral; (B) com o copépodo *Nitocra* sp., expostos sedimento integral; (C) *Nitocra* sp., e expostos aos elutriatos; (D) com embriões de ouriço-do-mar *E. lucunter*, expostos aos elutriatos; (E) e *E. lucunter*, expostos no sistema interface sedimento-água.

4.2.3 BAHIA

No teste de toxicidade aguda com o anfípodo (*T. viscana*), exposto ao sedimento integral, todas as amostras causaram toxicidade aguda com elevada mortalidade dos organismos (**Figura 10-A**). Quanto aos parâmetros físico-químicos (**Anexo 9**) não houve alterações significativas. Nos testes de toxicidade crônica com o copépodo *Nitocra* sp., exposto ao sedimento integral, houve redução significativa das taxas de reprodução com relação ao controle na maioria das amostras, com exceção do sedimento de Canavieiras (**Figura 10-B**). O mesmo ocorreu com os copépodos no teste com os elutriatos (**Figura 10-C**). Os parâmetros físico-químicos se mantiveram durante todo o teste (**Anexo 10**). No teste com elutriatos, o desenvolvimento dos embriões do ouriço-do-mar (*E. lucunter*) foi negativamente afetado na maioria dos sedimentos, com exceção novamente de Canavieiras (**Figura 10-D**). No sistema interface, os pontos de Canavieiras e Baia de Todos os Santos não apresentaram toxicidade aos embriões (**Figura 10-E**). Os parâmetros físico-químicos se mantiveram (**Anexo 11**).

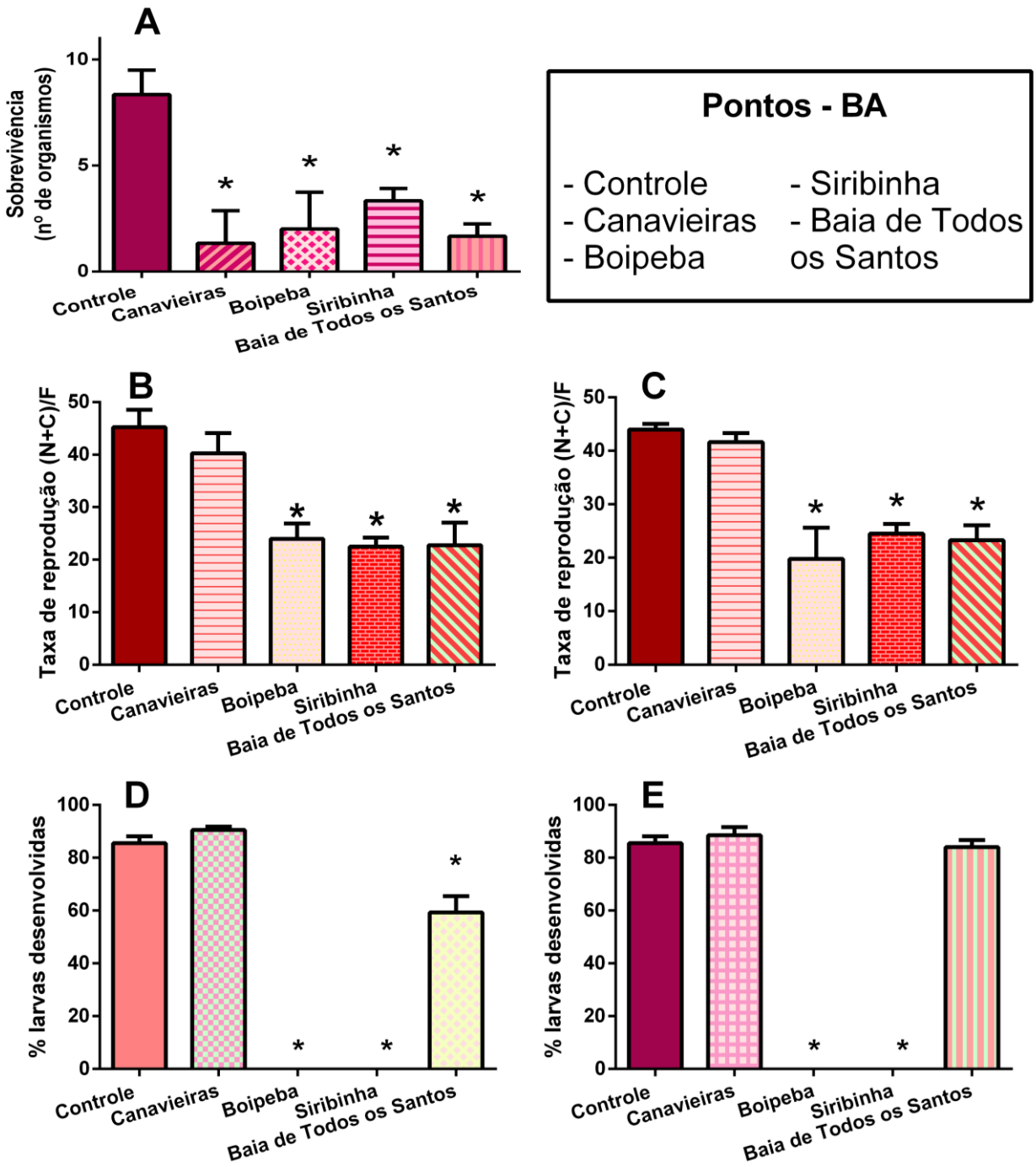

Figura 10. Testes de toxicidade referentes ao estado da Bahia: (**A**) Teste de toxicidade aguda de sedimento integral com os anfípodos *T. viscana*; (**B**) Teste de toxicidade crônica de sedimento integral do copépodo *Nitocra* sp.; (**C**) Teste de toxicidade crônica dos elutriatos com *Nitocra* sp.; (**D**) Teste de toxicidade crônica dos elutriatos com embriões de ouriço-do-mar *E. lucunter*; (**E**) Teste de toxicidade crônica no sistema interface sedimento-água com *E. lucunter*.

4.3 INTEGRAÇÃO DOS RESULTADOS

4.3.1 PCA - CE

Na análise de componentes principais (PCA) realizada com os dados do CE, o Eixo 1 explicou 64,21% das variâncias, e nele se encontram associados positivamente os testes toxicológicos, e negativamente a granulometria de areia grossa dos testes com os anfípodas e copópodos, que também se correlacionam entre si; estes resultados indicam uma influência negativa dos sedimentos grosseiros sobre as toxicidades. Assim como no Eixo 2 ocorreu uma associação positiva entre o desenvolvimento embrionário de ouriço-do-mar exposto ao elutriato e sistema interface sedimento-água com HPA. Não houve indicação de efeitos diretos associados aos HPA, e supõem-se que o peneiramento (abertura de malha de 2,00mm) do sedimento antes das análises químicas tenha removido parte dos aglomerados de óleo, contribuindo para a detecção de menores quantidades de HPA nas análises químicas, consequentemente afetando a integração dos dados. No entanto, como os grânulos de óleo foram mantidos nas análises ecotoxicológicas e de granulometria, parte da associação da toxicidade com as frações grosseiras do sedimento pode ter se devido à presença dos grânulos e fragmentos de óleo.

Tabela 11: Resultado da análise de componentes principais para dados químicos e toxicidade referentes ao estado do Ceará. Os valores ≥ ±0,45 foram destacados em vermelho.

	% da variância explicada		
	64.21	19.19	8.90
Variáveis	**PC1**	**PC2**	**PC3**
Sobrevivência - *T. viscana* - Sed. integral	0,85	-0,35	-0,27
Taxa de reprodução - *Nitocra* sp. - Interface	0,98	-0,04	0,15
Taxa de reprodução - *Nitocra* sp. - Elutriato	0,96	-0,04	0,16
Desenvolvimento- *E. lucunter* - Elutriato	0,54	0,74	-0,39
Desenvolvimento- *E. lucunter* - Interface	0,52	0,73	-0,42
HPA	-0,29	0,62	0,25
Lama	0,97	0,05	0,22
Areia Muito Grossa	0,22	0,64	0,64
Areia Grossa	-0,88	0,36	0,19
Areia Média	-0,96	-0,08	-0,25
Areia Fina	0,98	-0,13	0,06

4.3.2 PCA - PE

O Eixo 1 explica 49,81% das variâncias, correlacionando as toxicidades com a amônia e teores de areia, indicando assim a influência nociva das altas concentrações da amônia e das frações arenosas para os organismos-testes. Porém pelo Eixo 2 ocorreu a associação entre as toxicidades para anfípodas e copépodos e os níveis de amônia e n-alcanos. Em relação ao Eixo 3, houve a associação entre HPA e toxicidade para copépodos. A combinação de amônia, sedimentos grosseiros e HPAs indicam as causas da toxicidade no geral. Na Baia de Todos os Santos havia altas concentrações de amônia (423,3 mg/L), e HPAs (média de 463,72 ng/g-^{1}), de modo que essa combinação possivelmente tenha causado a toxidade para a maioria dos organismos-teste, assim como em Boipeba que possuía concentraçãoes de amônia de 276,6 mg/L, e a maior a média HPAs (528,47 ng/g-^{1}).

Tabela 12: Resultado da análise de componentes principais para dados químicos e toxicidade referentes ao estado do Pernambuco. As correlações ≥ ±0,45 foram destacadas em vermelho.

	% da variância explicada		
	49.80	19,59	16.52
Variáveis	**PC1**	**PC2**	**PC3**
Sobrevivência - *T. viscana* - Sed. integral	0,42	0,75	0,36
Taxa de reprodução - *Nitocra* sp. - Interface	0,69	0,40	-0,51
Taxa de reprodução - *Nitocra* sp. - Elutriato	0,35	0,50	-0,70
Desenvolvimento- *E. lucunter* - Elutriato	0,96	-0,13	0,09
Desenvolvimento- *E. lucunter* - Interface	0,87	-0,18	0,02
HPA	-0,26	0,38	0,74
NH3-NH4	-0,40	-0,72	0,07
Areia	-0,96	0,02	-0,21
Lama	0,96	-0,02	0,21
Matéria orgânica	-0,43	-0,17	-0,48
n_alcanos	0,57	-0,77	0,04

4.3.3 PCA – BA

O Eixo 1 associou todas as variáveis de toxicidades com os HPAs, com as concentrações de amônia e variáveis sedimentológicas (granulometria, matéria orgânica e carbonato de cálcio). Assim como, o Eixo 2 que associou as toxicidades dos testes de sobrevivência com anfípodos e desenvolvimento embriolarval em elutriato e no sistema sedimento-água, com a amônia, e matéria orgânica. Já no Eixo 3, as concentrações de matéria orgânica e os teores de carbonato de cálcio se correlacionam.

Tabela 13: Resultado da análise de componentes principais para dados químicos e toxicidade referentes ao estado da Bahia. As correlações ≥ ±0,45 foram destacadas em vermelho.

	% da variância explicada		
	62.94	22.73	8.01
Variáveis	**PC1**	**PC2**	**PC3**
Sobrevivência - *T. viscana* - Sed. integral	-0,63	-0,50	-0,33
Taxa de reprodução - *Nitocra* sp. - Interface	-0,96	-0,10	0,25
Taxa de reprodução - *Nitocra* sp. - Elutriato	-0,97	-0,06	0,18
Desenvolvimento- *E. lucunter* - Elutriato	-0,88	0,46	0,10
Desenvolvimento- *E. lucunter* - Interface	-0,76	0,63	0,01
HPA	0,89	0,34	0,29
NH3-NH4	0,77	0,61	-0,11
Areia	0,62	-0,76	-0,10
Matéria orgânica	0,62	0,57	-0,44
Carbonato de Cálcio	0,67	-0,20	0,57

5. DISCUSSÃO

A maioria dos sedimentos analisados nesse estudo apresentou toxicidade aguda e crônica nas diferentes formas de exposição ao sedimento, aos organimos aquáticos de diferentes traços funcionais e que ocupam distintos elos nas teias tróficas costeiras. Este desenho experimental considerou o fato de que nos testes de toxicidade com o sedimento integral a exposição ocorre por ingestão e absorção de produtos químicos dissolvidos, enquanto nos testes de toxicidade no sistema interface sedimento-água e elutriatos ocorre apenas a absorção de contaminantes dissolvidos. Essas informações são importantes para estimativa do dano a biodiversidade, que inicialmente foi alarmada pelo registro de impacto imediato a chegada do óleo, seus impactos em larvas de caranguejos com traços de ingestão e sufocamento, e corais construtores de recifes cobertos com o óleo (CAMPELO et al., 2021; SOARES et al., 2020a). Informações iniciais reportaram impactos em vertebrados marinhos, como peixes, tartarugas e aves (CRAVEIRO et al., 2021; DANTAS et al., 2019; GLOBO, 2019).

No Ceará todas as amostras foram coletadas em praias logo nos primeiros meses (entre o terceiro e o quinto mês) do início do evento, e os sedimentos possuíam predominância arenosa, assim como o observado por Vilanova (2019) em Sabiaguaba. Nessas amostras foram observados pequenos agregados de óleo e areia na maioria dos pontos, formando pequenos grânulos, assim como em outros estudos realizados na mesma época (MAGALHÃES et al., 2021; SOARES et al., 2020a). Além das dinâmicas ambientais de alta anergia nas praias, que favorecem os processos de intemperismo, houve

as ações de retirada mecânica e manual das manchas de óleo, por voluntários não capacitados, que pode ter contribuído para formações desses pequenos resíduos, pois a utilização de rastelos, peneiras e tratores, retirou apenas os aglomerados maiores. O tipo de metodologia utilizada na limpeza tem forte influência na recuperação ambiental, pois em alguns derramamentos, a limpeza feita de forma inadequada gerou mais impactos negativos na biota do que o próprio óleo (DAVE & GHALY, 2011; STANKOVICH & SIMEONOVA, 2018).

A avaliação ecotoxicológica se mostra uma ferramenta efetiva para a avaliação do impacto ambiental, principalmente quando observamos o ponto de Cumbuco-CE, que não apresentava aglomerados de óleo visíveis. Segundo Lopes (2021), havia óleo antes da limpeza, sendo que no dia da coleta das amostras utilizadas nesse estudo não havia óleo visível, porém posteriormente houve o aparecimento de mais manchas. Essa praia possui característica de alta intensidade de vento regidos pela Zona de Convergência Intertropical, que durante os meses de agosto a novembro se intensificam, em predominância de ventos alísios leste com velocidade média de 6,8 m/s (MORAIS, 2006). Isso contribui para que os processos de intemperismo e locomoção do óleo ocorram, e esses fatores em conjunto com as ações de limpeza podem ter contribuído para a ausência de aglomerados visíveis de óleo no dia da coleta. Mesmo assim, o sedimento desse local demonstrou alta toxicidade a todos os organismos, em todos os tipos de exposição.

Nos sedimentos do Ceará a ecotoxicidade foi relacionada, com auxílio da PCA, aos níveis de HPAs e a granulometria. Nos experimentos realizados os níveis de pH, salinidade, oxigênio dissolvido e amônia foram considerados não tóxicos para os organismos-teste (MELO & ABESSA, 2002). Entretanto, dentre os 16 HPAs considerados importantes no monitoramento ambiental de poluentes orgânicos prioritários pela agência de proteção ambiental dos Estados Unidos (*Environment Protection Agency* – EPA, 1986), as amostras possuíam sete deles (antraceno, benzo(a)antraceno, criseno, fenantreno, fluoranteno, fluoreno e pireno). Essas características sugerem uma origem petrogênica para os hidrocarbonetos, indicando um óleo combustível advindo do petróleo tratado termicamente, ou seja, a sua presença não foi de origem pirolítica, corroborando com a hipótese de que a contaminação se deu pelo derramamento de óleo que chegou à praia.

A técnica de mensuração dos níveis de HPAs utilizada nas amostras do Ceará necessitou de uma etapa de peneiramento onde os agregados oleados maiores que areia grossa (>0,6 mm) foram retidos e não passaram para a etapa de extração. Isso ocorreu pois o intuito da análise química foi detectar os HPAs livres no ambiente em um sedimento praial sem teores de matéria orgânica e rico

em carbonato de cálcio biogênico e quartzo. Entretanto, para os testes de toxicidade não foi realizada essa separação, pois objetivamos observar os efeitos das amostras com os agregados que estavam presentes no ambiente. Esse fator pode ter influenciado no resultado das análises químicas, pois partículas contendo óleo foram removidas antes da fase de extração, explicando assim os baixos níveis de HPAs mensurados nas análises químicas (porém com efeitos tóxicos aos organismos). Essa técnica de avaliação química é comumente utilizada, e gerou respostas semelhantes às encontradas ao longo da costa cearense por Reddy et al., (2022), e semelhantes aos que foram realizados ao longo da costa do Nordeste abrangendo da Paraíba ao Espírito Santo por Lourenço et al., (2020) e de Oliveira et al. (2020).

O tamanho do grão pode interferir negativamente causando a morte em *T. viscana,* quando existem condições extremas predominantes no sedimento: grãos muito finos (argilas plásticas) podem lesionar as brânquias ou colar os apêndices dos animais, ou em grãos de areia muito grossos, os organismos tendem a gastar muita energia para escavar (MELO & NIPPER, 2007). Segundo Bertoletti (2011), em sedimentos com mais de 60% de frações finas (silte e argila), os organismos podem ser afetados. Contudo a PCA indicou associação da toxicidade com a granulometria e os níveis de HPAs; é possível que esta associação tenha ocorrido porque nos testes de toxicidade, os organismos estiveram expostos aos grânulos e fragmentos de óleo.

Quanto aos testes de toxicidade crônica com o copepóde *Nitocra* sp., houve a redução significativa das taxas de reprodução em todos os pontos, corroborando com outros estudos que indicam o copépodo como organismo-teste sensível para avaliação de contaminação em sedimentos (NILIN et al., 2013; FENILI, 2012; e CAMPOS et al., 2016). Em copépodos *Calanus finmarchicus* e *C. glacialis* expostos ao pireno houve anormalidades comportamentais na alimentação (JENSEN et al., 2008). E no copépodo *Paracartia grani* exposto ao naftaleno, ocorreu diminuição das taxas de produção de ovos e nas taxas de alimentação, tendo sido sugerido que a redução na produção de ovos foi mediada pela diminuição nas taxas de alimentação (CALBET et al., 2007).

Portanto, os resultados integrados permitem inferir que a toxicidade dos sedimentos do CE foi causada pela presença do óleo nos sedimentos coletados nos primeiros meses do evento e logo após as limpezas, em função da formação dos agregados de óleo e areia devido à alta energia, e sendo influenciada também pelo perfil granulométrico.

No Nordeste encontra-se um dos maiores bancos de rodólitos do mundo que consequentemente tem a maior taxa de deposição de sedimentos biogênicos de carbonato de cálcio

(AMADO-FILHO et al, 2012), o que proporciona ao óleo estruturas para a sua adsorção e posteriormente dessorção (LIU et al., 2016), pois os sedimentos costeiros ou estruturas recifais e rochosas são constantemente lavadas pela maré alta (KIM et al., 2013).

Quanto ao estado de Pernambuco, a avaliação teve o intuito de investigar os efeitos a longo prazo em regiões recifais onde ocorreram registros de óleo, e para isso utilizou amostras de sedimentos coletadas um ano e sete meses após o início do aparecimento das manchas (1ª campanha), e passados dois anos e dois meses (2ª campanha) em outubro de 2021, contemplado as estações de verão e inverno que são marcantes para a dinâmica meteorológica do Nordeste. A contaminação do óleo na região durante os primeiros meses da chegada do óleo foi observada com a diminuição da população de poliquetos *Branchiosyllis* spp. na praia do Paiva (LIRA, 2021).

A baixa concentração de HPAs nas amostras refutou a hipótese do impacto a longo prazo prevista inicialmente, pois apesar do óleo ter encoberto a área recifal (MAGALHÃES et al., 2021), ocorreram processos naturais de intemperismo e desagregação do óleo devido as condições de alta energia de remobilização do sedimento oleado (HOLANDA et al., 2020; LINO, 2015). O aumento das chuvas e a alta energia das ondas durante o outono-inverno na costa leste do NE (sobretudo em PE), influenciam no intemperismo praial causando erosão na linha de costa podendo assim carregar o óleo preso ao sedimento, novamente para a coluna d'água, entretanto no verão ocorre o oposto, e com a deposição de areia nas praias os resíduos podem ser soterrados (BONTEMPO et al., 2022). Desde dezembro de 2020, o NE brasileiro tem registrado aumento dos períodos de chuvas intensas, geradas por "ondas de leste", atuação do vórtice ciclônico de altos níveis (VCAN), frentes frias e ciclones extratropicais, os quais são intensificados pelo fenômeno La Ninã, que se caracteriza por um esfriamento anormal nas águas superficiais do Pacífico Tropical e influência em mudanças climáticas em todo globo (CPTEC, 2020).

Corroborando com o observado nas análises químicas do presente estudo, Lourenço et al., (2020) mensuraram processos de intemperismo do óleo após os três primeiros meses do início do evento (de novembro a dezembro de 2019). Posteriormente, Bontempo et al., (2022) realizaram um monitoramento temporal do evento em sedimentos praiais no Paiva e praias adjacentes, demonstrando que os processos de intemperismo foram eficazes na eliminação ou depuração dos resíduos das operações de limpeza.

Foi observada toxicidade na maioria dos sedimentos avaliados, porém de acordo com a PCA, essa toxicidade foi associada aos altos teores de amônia, ao perfil granulométrico, e em menor grau, à presença de HPAs e n-alcanos, mesmo que em baixas concentrações.

A amônia é uma substância que ocorre naturalmente em ambientes marinhos, pois é produto de excreção de diversos organismos aquáticos ou da decomposição de matéria orgânica rica em nitrogênio. Ela é degradada durante ciclo do Nitrogênio, sendo a forma não ionizada (NH_3), que é comumente apontada como preocupante, pois em altas concentrações é tóxica devido à alta lipossolubilidade, que favorece a difusão através das membranas celulares, desequilibrando a homeostase dos organismos (PRÓSPERI & ARAÚJO, 2002; SOUSA et al., 2012). Nas condições observadas durante o armazenamento das amostras, mesmo sob refrigeração, pode haver processos de transformação da matéria orgânica em amônia, ou deslocamento do equilíbrio de outros compostos nitrogenados (nitritos e nitratos) para a fase de nitrogênio amoniacal (NH_3-NH_4^+).

Porém esses altos níveis de amônia podem ocorrer por fontes antrópicas; no litoral pernambucano foram registrados diversos pontos de contaminação por resíduos industriais (com destaque aos efluentes gerados pela indústria sucroalcooleira), e esgoto urbano não tratado prévios ao evento (RÉGIS et al., 2018; MACEDO et al., 2007; OLIVEIRA et al., 2021; SANTOS, 2015; CPRH, 2020; VILANOVA & TORRES, 2012). No sedimento a amônia tende a se acumular, devido às condições anóxicas que diminuem os processos de degradação pelas bactérias nitrificadoras, e com isso pode alcançar níveis tóxicos aos organismos que estão associados ao sedimento e ser redisponibilizada para a coluna d'água por processos de ressuspensão, produzindo riscos para organismos.

De acordo com Sousa et al., (2012), a amônia intefere na sobrevivência dos copépodos *Nitocra* sp., em valores de concentração letal a 50% dos organismos (em 96h) em média de 1,7 mg/L (variação de 0,56 à 2,89). Isso pode ter influenciado negativamente na taxa de reprodução dos copépodos expostos à maioria das amostras, que apresentaram níveis de amônia total superiores, com os níveis mais altos nos sedimentos de Paiva (4,1 mg/L), Mamucabas (3,4 mg/L) e Suape (3,7 mg/L). Os embriões de ouriço-do-mar são mais sensíveis a amônia não ionizada, e segundo Prósperi (2002), a concentração de efeito não obsevado a 50% dos organismos é menor que 0,05 mg/L para embriões da espécie *Lytechinus variegatus*. Por outro lado, o anfípodo *T. viscana* é menos sensível à amônia, que os outros organismos utilizados nesse estudo e a $CL_{50\text{-}72h}$ para a espécie foi estimada em 28,74 (13,69 - 60,34) mg/L (ABESSA et al., 2008). Dessa maneira, as altas concentrações de amônia que

foram tóxicas aos organismos nos sedimentos recifais pode ter ocorrido em alguns pontos por causa da contaminação por resíduos antrôpicos, assim como pela presença natural de matéria orgânica.

Apesar de não ter sido avaliada a presença de metais nos sedimentos avaliados nesse estudo, sabe-se que são comumente encontrados na composição do petróleo, como o níquel atingindo concentrações de até 340 ppm e vanádio até 1580 ppm do óleo total cru (Barwise, 1990) e a sua interação com a amônia pode resultar em efeitos sinérgicos, potencializando o efeito tóxico (CAMARGO & ALONSO, 2006). Em testes no sistema interface sedimento-água, foi mensurada a transferência de metais de cobre, cádmio e alumínio em conjunto com compostos orgânicos para a coluna d'água, causando efeitos negativos no desenvolvimento embriolarval de ouriço-do-mar *Arbacia punctulata* e ao sucesso da eclosão do copépodo *Schizopera knabeni* (WAUHOB et al., 2007). Além disso, Campos et al. (2016) indicaram que, na presença de amônia, os limiares tóxicos de outros contaminantes são reduzidos, havendo toxicidade mesmo em baixas concentrações.

Em investigações ecotoxicológicas no litoral pernambucano com organismos marinhos há diversos autores que sugerem a existência de contaminação por hidrocarbonetos e metais. Segundo Maciel et al., (2015), o Sistema Estuarino do Rio Capibaribe (próximo a praia do Paiva), recebe contaminação por descarga de efluentes domésticos industriais e das atividades Porto de Recife, e foi tóxico aos copépodos de *Tisbe biminiensis*. Além disso, próximo esse ponto deságua o Sistema Estuarino Barra dos Jangadas que embora seja uma Área de Proteção Ambiental (Lei - 9.931 - 11/12/1986), durante o seu percurso recebe resíduos de esgoto doméstico, industrial e agroindustrial (SILVA, 2009; LUZ, 2001). Próximo a Serrambi, local situado próximo à APA Estuarina dos Rios Sirinhaém e Maracaípe, a despeito de sua importância ecológica e turística, também ocorre o despejo de esgoto doméstico e efluentes industriais (CPRH, 2020; VILANOVA & TORRES, 2012; BARBOSA et al., 2017), sendo que tais descartes podem ter interferido na toxicidade observada, sobretudo os níveis de amônia. Da mesma forma, em Muro Alto também há aportes de esgoto e efluentes industriais, a partir do Rio Ipojuca (CPRH, 2020; SILVA, 2009), sendo que a proteção conferida pelos recifes pode favorecer a retenção de contaminantes (MALLMANN et al., 2014). Pazini (2022) identificou toxicidade de sedimentos de Muro Alto sobre *Nitocra* sp., para amostras coletadas em 2021.

Ao comparar a toxicidade dos sedimentos entre as campanhas, houve a diminuição da toxicidade nas praias do Janga, Cupe e Carneiros, do período do verão para o inverno, que pode ter sido influenciado pelos fatores climáticos e oceanográficos (aumento das ondas, chuvas e ventos com

o fim do verão). Como o observado por Pazini (2022), em ensaios ecotoxicológicos utilizando a *Nitocra* sp., em que a maioria dos sedimentos de áreas recifais de Pernambuco apresentou toxicidade, em específico na praia do Janga, e também houve o aumento do efeito negativo na taxa de reprodução no verão, quando há aumento da população devido ao turismo (COSTA, 2006). Os autores sugeriram que a toxicidade seja causada pela influência do rio Paratibe, que possui um histórico de contaminação por aterros e intensa urbanização das áreas de mangue (CPRH, 2020).

Já nos sedimentos coletados na Bahia, amostrados mais de um ano e meio depois do início da chegada do óleo (em janeiro/abril de 2021), a maioria das amostras foi tóxica aos organismos e possuía altas concentrações de HPAs. Um fator importante para explicar esse cenário é o fato das amostras terem sido coletadas em ambientes estuarinos, cuja principal forçante é a maré. Nesses ambientes não há ação de ondas geradas em mar aberto (*swells*), e a baixa energia favorece a deposição das partículas finas (argilas, matéria orgânica, material bioclástico) e contaminantes. Nesse sentido, o alto teor de matéria orgânica favorece o acúmulo de poluentes apolares, como os hidrocarbonetos, cujos coeficientes de partição altos resultam em acúmulo no sedimento (nas partículas finas e na matéria orgânica), e isso também regula a sua biodisponibilidade (POWER & CHAPMAN, 1992). Os compostos com menor polaridade, tendem a apresentar maiores coeficientes de partição, e consequentemente conseguem ser absorvidos através das membranas celulares, podendo causar toxicidade e bioacumular (NEFF, 1984). Por outro lado, compostos mais polares tendem a ficar retidos na matéria orgânica, podendo contaminar os organismos comedores de depósitos e filtradores, através da ingestão de partículas contaminadas.

Os sedimentos coletados na BA apresentaram quantidades totais de HPAs maiores que aqueles obtidos no Ceará e em Pernambuco, com as maiores concentrações em Boipeba (528,47 ng/g-$^{1)}$, e Baia de Todos os Santos (463,72 ng/g-^{1}). O sedimento de Canavieiras apresentou concentração média de 247,04 ng/g-^{1} de HPAs, porém não apresentou toxicidade para a maioria dos organismos, com excessão do anfípoda *T. viscana*. Em Boipeba, antes da chegada do óleo, foi registrada grande riqueza e abundância de copépodos associados aos corais *Mussismilia* (NOGUEIRA & JOHNSSON, 2015), indicando uma condição prévia de boa qualidade ambiental, que pode ter sido de alguma forma afetada pelo óleo. Por outro lado, foi reportado que elutriatos de sedimentos de um manguezal oleado do estuário do rio Pardo, em Canavieiras, antes da chegada do óleo de origem misteriosa, foram tóxicos para *Nitroca* sp., com a concentração média letal a 50% dos organismos de 5,59% (SILVA, 2018). Estes resultados indicam a ação de outras fontes antrópicas em Canavieiras.

A toxicidade no sedimento da Baía de Todos os Santos foi atribuída aos HPAs, amônia e a granulometria, onde as condições favorecem o acúmulo dos componentes do óleo nos sedimentos. Também foram encontrados estudos prévios ao evento indicando influência de diversas fontes antrópicas no local, como o aporte de efluentes com resíduos das indústrias químicas, e metalúrgicas, atividades portuárias, e esgoto (ANDRADE & HATJE, 2009); maior destaque se dá para a contaminação por HPA e HA próximo à Refinaria Landulfo Alves, no município de Madre de Deus. Utilizando invertebrados marinhos bentônicos, distribuídos entre as 23 espécies de poliquetos, foi avaliada que a qualidade ambiental nesse local afeta negativamente a estrutura trófica das assembleias de poliquetos, devido à contaminação por HPAs, perfil granulométrico, e baixa energia hidrodinâmica do local (VENTURINI & TOMMASI, 2004).

Os processos de intemperismo do petróleo e seus derivados facilitam a elevação da evaporação das substâncias leves que compõem o óleo, e durante esses processos geram resíduos mais viscosos que interagem com as partículas em suspensão na coluna d'água se aderindo, e formam agregados densos que afundam (BONTEMPO et al., 2022; LOURENÇO et al., 2020). Essa junção do óleo com areias ricas em quartzo e partículas biogênicas formam alcatrões marinhos de diversos tamanhos, porém esses processos dependem da intensidade do intemperismo, que por sua vez depende dos fatores geomórficos; da permeabilidade do substrato adjacente; da exposição a dinâmica de ondas e suas variações climatológicas (NIXON et al., 2013). A soma de contaminantes no sedimento pode alcançar concentrações que são maiores em algumas ordens de magnitude do que aquelas encontradas na coluna d'água adjacente (INGERSOLL, 2003; SCHUBAUER-BERIGAN et al., 1993), em níveis que podem estar biodisponíveis produzindo efeitos tóxicos aos organismos aquáticos.

Além dos HPAs, alguns metais podem estar associados ao óleo, sendo apontados como um dos principais contaminantes em estudos ambientais costeiros, principalmente em áreas portuárias (MOREIRA, 2017; NILIN, et al., 2013; ABESSA, 2002). No estudo de Soares et al., (2021), em Alagoas e Sergipe durante a chegada das manchas (outubro de 2019 a janeiro de 2020), além dos HPAs detectados na água do mar, em peixes e massunins (bivalves), foram também mensurados metais como Mercúrio (Hg), Arsênio (As), Cádmio (Cd), Chumbo (Pb) e Zinco (Zn) na água do mar, em níveis acima dos estabelecidos como seguros pelo Conselho Nacional do Meio Ambiente do Brasil - CONAMA.

Todos os pontos da BA possuíam concentrações de HPAs classificadas segundo Notar et al., (2001), como contaminada (250 ng g^{-1} < PAH total < 500 ng g^{-1}), o histórico de contaminação

prévia em alguns locais, combinado com a chegada do óleo, e a baixa hidrodimâmica, contribuem com o acúmulo deposição de sedimentos finos. E o tamanho do grão influencia no acúmulo de HPAs por três fatores principais: (I) quanto menor for tamanho do grão, maior é a sua área de superfície de contato (WANG, 2015); (II) quanto menor os grãos, menor é a permeabilidade e porosidade do sedimento, o que diminui a circulação da água e oxigênio, e é maior a concentração de matéria orgânica (SUGUIO, 1973); e (III) os HPAs são hidrofóbicos, e tendem a ser mais adsorvidos em altos teores de matéria orgânica (LAW & BISCAIA, 1994). No entanto, os sedimentos estuarinos, ricos em matéria orgânica, tendem a apresentar altos níveis de amônia, de modo que a combinação de fatores consegue explicar melhor os efeitos tóxicos observados, conforme demonstrado na PCA. Estes resultados ressaltam que os ambientes estuarinos podem não favorecer a eliminação dos hidrocarbonetos, estando sujeitos à contaminação por longo prazo e seus efeitos adversos à biota, podendo este cenário ser piorado pela presença de amônia (natural ou antrópica) e outros contaminantes. Dessa forma, os ambientes estuarinos parecem ser especialmente sensíveis ao óleo, devendo ser priorizados nas ações de recuperação em caso de eventos como o abordado neste estudo.

6. CONCLUSÃO

No Ceará, foi avaliado o impacto imediato da chegada do óleo, a ecotoxicidade foi mais influenciada pelos níveis moderados de HPAs e pela granulometria, sendo que houve o registro de inúmeros pequenos fragmentos de óleo intemperizado nas amostras. Portanto, a análise desse material indicou riscos ecológicos imediatos nos ambientes de praia. Já em PE, as amostragens foram feitas após cerca de 1,5 a 2 anos do início do evento e os resultados mostraram baixas concentrações de HPAs, embora as toxicidades tenham sido altas. Os principais fatores associados com a toxicidade foram os altos teores de amônia e o perfil granulométrico grosseiro. A ação intensa de processos físicos de remoção na área dos recifes (ondas, marés, correntes) promoveu uma remoção mais eficiente do óleo, no entanto outras fontes de contaminação explicam a toxicidade. Na Bahia, os níveis de HPAs foram moderados a altos assim como o de amônia, demonstrando que as condições granulométricas e a baixa energia hidrodinâmica nos ambientes estuarinos podendo favorecer o acúmulo do óleo no sedimento por longos períodos. Portanto, os estuários são mais sensíveis e sujeitos a riscos ambientais devido à chegada do óleo, devendo ser priorizados nas ações de resposta.

Esse estudo pode servir como ferramenta para o desenvolvimento de protocolos a nível estadual e ações de respostas para futuros derramamentos de óleo no litoral.

7. REFERÊNCIAS

ABESSA, D. M. S. (2002). Avaliação da qualidade dos sedimentos do Sistema Estuarino de Santos, SP, Brasil. Ph.D. Teses. Instituto Oceanográfico, Universidade de São Paulo. Disponível em: https://repositorio.usp.br/item/001311154

ABESSA, D. M. S. et al. 2008. Integrative ecotoxicological assessment of contaminated sediments in a complex tropical estuarine system. Marine pollution: new research, v. 1, p. 125-160

ABESSA, D. M. S., SOUSA E. C. P. M. & TOMMASI L. R. (2006). Utilização de testes de toxicidade na avaliação da qualidade de sedimentos marinhos. Revista de Geologia, Vol. 19, nº 2, 253-261.

ABESSA, D., SOUSA, E. C., RACHID, B. R., & MASTROTI, R. R. (1998). Use of the burrowing amphipod *Tiburonella viscana* as a tool in marine sediments contamination assessment. Brazilian Archives of Biology and Technology, 41, 225-230.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. (1995). NBR 6502: Rochas e solos. Rio de Janeiro.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2021). NBR16723 DE 08/2021 – Ecotoxicologia aquática – Método de ensaio com copépodos marinhos e estuarinos (*Copepoda, Crustacea*). Rio de Janeiro.

ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2015). NBR 15469. Ecotoxicologia - Coleta, preservação e preparo de amostras.

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas. (2020). Ecotoxicologia aquática-Toxicidade crônica de curta duração – Método de ensaio com ouriço-do-mar (*Echinodermata: Echinoidea*). Norma ABNT-NBR: 15350:2020, Associação Brasileira de Normas Técnicas, Rio de Janeiro, 14p.

ABNT, Associação Brasileira de Normas Técnicas. NBR 15638 (2021). Ecotoxicologia aquática — Toxicidade aguda — Método de ensaio com anfípodos marinhos e estuarinos em sedimentos.

AMADO-FILHO, G. M., MOURA, R. L., BASTOS, A. C., SALGADO, L. T., SUMIDA, P. Y., GUTH, A. Z., ... & THOMPSON, F. L. (2012). Rhodolith beds are major CaCO3 bio-factories in the tropical South West Atlantic. PloS one, 7(4), e35171. DOI: https://doi.org/10.1371/journal.pone.0035171

AMADO-FILHO, G.M.; SALGADO, L.T.; REBELO, M.F.; REZENDE, C.E.; KAREZ, C.S.; PFEIFFER, W.C. (2008). Heavy metalsin benthic organisms from Todos os Santos Bay, Brazil. Brazilian Journal of Biology, 68(1):95-100. http://www.scielo.br/pdf/bjb/v68n1/a13v68n1.pdf

AMARAL, A. C. Z., & JABLONSKI, S. (2005). Conservation of marine and coastal biodiversity in Brazil. Conservation Biology, 19(3), 625-631.

ANDERSON, B. S.; HUNT, J. W.; PHILLIPS, B. M.; FAIREY, R.; PUCKETT, H. M.; STEPHENSON, M.; TABERSK, K.; NEWMAN, J.; TJEERDEMA, R. S. (2001). Influence if sample manipulation on contaminant flux and toxicity at the sediment-water interface. Marine Enviromental Research. v. 51, p.191-211. DOI: https://doi.org/10.1016/S0141-1136(00)00034-9

ANDRADE, J. B. D., & HATJE, V. (2009). Baía de Todos os Santos: aspectos oceanográficos. Edufba.

ANP – AGÊNCIA NACIONAL DO PETRÓLEO (2019). Anuário estatístico 2019. Disponível em:<http://www.anp.gov.br/publicacoes/anuario-estatistico/5237-anuario-estatistico-2019#Se%C3%A7%C3%A3o%202 >. Acesso em: 2 jan. 2020.

ARAUJO, L. S., MAGDALENA, U. R., LOUZADA, T. S., SALOMON, P. S., MORAES, F. C., FERREIRA, B. P., ... & MOURA, R. L. (2021). Growing industrialization and poor conservation

planning challenge natural resources' management in the Amazon Shelf off Brazil. Marine Policy, 128, 104465. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpol.2021.104465

ASTM, (1992). Standard guide for conducting 10 days static sediment toxicity tests with marine and estuarine amphipods. In: Annual Book of ASTM Standards-section 11: water and environmental technology, E 1367-90. Philadelphia, American Society for Testing and Materials, p.1083-1115.

BARBOSA, L. G., ALVES, M. A. S., & GRELLE, C. E. V. (2021). Actions against sustainability: Dismantling of the environmental policies in Brazil. Land use policy, 104, 105384.

BARBOSA, V. S., LOYO, R. M., GUIMARÃES, R. J. D. P. S., & BARBOSA, C. S. (2017). Os Sistemas de Informação Geográfica em estudo sobre a esquistossomose em Pernambuco. Revista de Saúde Pública, 51.

BARROS, F., HATJE, V., FIGUEIREDO, M. B., MAGALHAES, W. F., DOREA, H. S., & EMÍDIO, E. S. (2008). The structure of the benthic macrofaunal assemblages and sediments characteristics of the Paraguaçu estuarine system, NE, Brazil. Estuarine, Coastal and Shelf Science, 78(4), 753-762. DOI: https://doi.org/10.1016/j.ecss.2008.02.016

BASTOS LIMA, M. G., & DA COSTA, K. (2022). Quo vadis, Brazil? Environmental Malgovernance under Bolsonaro and the Ambiguous Role of the Sustainable Development Goals. Bulletin of Latin American Research, 41(4), 508-524. DOI: https://doi.org/10.1111/blar.13336

BERTOLETTI, E. (2011). A escolha do anfípodo bentônico para ensaios ecotoxicológicos com sedimentos marinhos. *J. Braz. Soc. Ecotoxicol*, *6*(1), 1-7.

BILLAH, MM, BHUIYAN, MKA, AMRAN, MIUA, CABRAL, AC E GARCIA, MRD (2022). Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) pollution in mangrove ecosystems: global synthesis and future research directions. Reviews in Environmental Science and Bio/Technology, 1-24. DOI: https://doi.org/10.1007/s11157-022-09625-0

BONTEMPO FILHO, E. B., COUTINHO, R. Q., BARBOSA, J. A., BARCELLOS, R. L., GIACHETI, H. L., & RAMOS, G. M. S. (2022). Temporal monitoring of contamination in three sandy beaches from the 2019 oil spill near Cabo de Santo Agostinho, Northeastern Brazil. Anais da Academia Brasileira de Ciências, 94. DOI: https://doi.org/10.1590/0001-3765202220210513

BOULAIS, M.; VIGNIER, J.; LOH, A. N.; CHU, F. L. E.; LAY, C. R.; MORRIS, J. M.; ... & VOLETY, A. (2018). Sublethal effects of oil-contaminated sediment to early life stages of the Eastern oyster, Crassostrea virginica. Environmental Pollution, 243, 743-751. DOI: https://doi.org/10.1016/j.envpol.2018.09.017

BRANNSTROM, C., GORAYEB, A., DE SOUSA MENDES, J., LOUREIRO, C., DE ANDRADE MEIRELES, A. J., DA SILVA, E. V., ... & DE OLIVEIRA, R. F. (2017). Is Brazilian wind power development sustainable? Insights from a review of conflicts in Ceará state. Renewable and Sustainable Energy Reviews, 67, 62-71. DOI: https://doi.org/10.1016/j.rser.2016.08.047

BRASIL. (2000). Lei Federal Nº 9.966, de 28 de abril de 2000. Dispõe sobre a prevenção, o controle e a fiscalização da poluição causada por lançamento de óleo e outras substâncias nocivas ou perigosas em águas sob jurisdição nacional e dá outras providências. http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/LEIS/L9966.htm

BRASIL. (2003). Decreto Nº 4.871, de 6 de novembro de 2003. Dispõe sobre a instituição dos Planos de Áreas para o combate à poluição por óleo em águas sob jurisdição nacional e dá outras providências. http://www.planalto.gov.br/ccivil_03/decreto/2003/D4871.htm

BRASIL. (2012). Resolução CONAMA nº 454 Conselho Nacional do Meio Ambiente de 01 de novembro de 2012. Estabelece as diretrizes gerais e os procedimentos referenciais para o

gerenciamento do material a ser dragado em águas sob jurisdição nacional. Diário Oficial da União, Brasília, DF, 8 nov. 2012. Seção 1, p. 66.

BRASIL. (2013). Decreto Nº 8.127, de 22 de outubro de 2013. Institui o Plano Nacional de Contingência para Incidentes de Poluição por Óleo em Águas sob Jurisdição Nacional, altera o Decreto nº 4.871, de 6 de novembro de 2003, e o Decreto nº 4.136, de 20 de fevereiro de 2002, e dá outras providências.

BRASIL. Constituição (1988). Constituição da República Federativa do Brasil. Brasília, DF: Senado

BRASIL. INMET - INSTITUTO NACIONAL DE METEOROLOGIA. (1991 – 2020). Normais Climatológicas. Disponível em: https://portal.inmet.gov.br/normais

BRUM, H. D.; CAMPOS-SILVA, J. V.; OLIVEIRA, E. G. (2020). Brazil oil spill response: Government inaction. Science, v. 367, n. 6474, p. 155.3-156. DOI: 10.1126/science.aba0369

BURNS, K.A.; GARRITY, S.D.; JORISSEN, D.; LEVINGS, S.C. (1993). How Many Years Until Mangrove Ecosystems Recover from Catastrophic Oil Spills. Marine Pollution Bulletin, 26(5): 239-248. https://doi.org/10.1016/0025-326X(93)90062-O

BURNS, K.A.; GARRITY, S.D.; JORISSEN, D.; MACPHERSON, J.; STOELTING, M.; TIERNEY, J.; YELLE-SIMMONS, L. (1994). The Galeta Oil Spill. II. Unexpected Persistence of Oil Trapped in Mangrove Sediments. Estuarine, Coastal and Shelf Science, 38: 349-364. DOI: https://doi.org/10.1006/ecss.1994.1025

BURUAEM, L. M., HORTELLANI, M. A., SARKIS, J. E., COSTA-LOTUFO, L. V., & ABESSA, D. M. (2012). Contamination of port zone sediments by metals from Large Marine Ecosystems of Brazil. Marine pollution bulletin, 64(3), 479-488. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2012.01.017

CALBET, A., SAIZ, E., & BARATA, C. (2007). Lethal and sublethal effects of naphthalene and 1, 2-dimethylnaphthalene on the marine copepod Paracartia grani. Marine Biology, 151(1), 195-204.

CAMARGO, J. A., & ALONSO, Á. (2006). Ecological and toxicological effects of inorganic nitrogen pollution in aquatic ecosystems: a global assessment. Environment international, 32(6), 831-849. DOI: https://doi.org/10.1016/j.envint.2006.05.002

CAMPELO, R. P. S; LIMA, C.D.M; SANTANA, C.S; SILVA, A.J. S; NEUMANN-LEITÃO, B.P; FERREIRA, M.O; SOARES, MELO JÚNIOR, M. MELO. P.A.M. (2021). Oil spills: The invisible impact on the base of tropical marine food webs. Marine Pollution Bulletin, v. 167, p. 112281. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.112281

CAMPOS, B. G., CRUZ, A. C. F., BURUAEM, L. M., RODRIGUES, A. P. C., MACHADO, W. T. V., & ABESSA, D. M. S. (2016). Using a tiered approach based on ecotoxicological techniques to assess the ecological risks of contamination in a subtropical estuarine protected area. Science of the Total Environment, 544, 564-573. DOI: https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2015.11.124

CAMPOS, B. G., MOREIRA, L. B., PAULY, G. D. F. E., CRUZ, A. C. F., do NASCIMENTO MONTE, C., da SILVA, L. I. D., ... & de SOUZA ABESSA, D. M. (2019). Integrating multiple lines of evidence of sediment quality in a tropical bay (Guanabara Bay, Brazil). Marine pollution bulletin, 146, 925-934. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2019.07.051

CARREGOSA, J. C., SANTOS, I. R., SÁ, M. S., SANTOS, J. M., & WISNIEWSKI Jr, A. (2021). Multiple reaction monitoring tool applied in the geochemical investigation of a mysterious oil spill in northeast Brazil. Anais da Academia Brasileira de Ciências, 93. DOI: https://doi.org/10.1590/0001-3765202120210171

CCME. (1999). Canadian environmental quality guidelines. Canadian Sediment Quality Guidelines for the Protection of Aquatic Life. p. 16.

CESAR, A. et al. (2007). Comparative sediment quality assessment in different littoral ecosystems from Spain (Gulf of Cadiz) and Brazil (Santos and São Vicente estuarine system). Environment International, v. 33, n. 4, p. 429-435. DOI: https://doi.org/10.1016/j.envint.2006.11.007

CESAR, A., MARÍN-GUIRAO, L., VITA, R., & MARÍN, A. (2004). Amphipod and sea urchin tests to assess the toxicity of Mediterranean sediments: the case of Portmán Bay. Scientia Marina, 68(S1), 205-213. DOI: https://doi.org/10.3989/scimar.2004.68s1205

CESAR, A; MARÍN, A.; MARÍN-GUIRAO, L.; VITA, R. (2004). Amphipod and sea urchin tests to assess the toxicity of Mediterranean sediments: the case of Portmán Bay. SCI. MAR. v. 68, n. 1, p. 205-213.

CHASE D.A.; EDWARDS D.S.; QIN G.; WAGES M.R.; WILLMING M.M.; ANDERSON T.A.; et al. (2013). Bioaccumulation of petroleum hydrocarbons in fiddler crabs (Uca minax) exposed to weathered MC-252crude oil alone and in mixture with an oil dispersant. Sci Total Environ 444:121-7. DOI: https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2012.11.078

CHEN, G., & WHITE, P. A. (2004). The mutagenic hazards of aquatic sediments: a review. Mutation Research/Reviews in Mutation Research, 567(2-3), 151-225. DOI: https://doi.org/10.1016/j.mrrev.2004.08.005

CHOUERI, R. B., CESAR, A., ABESSA, D. M. D. S., TORRES, R. J., MORAIS, R. D., RIBA, I., ... & DELVALLS, T. A. (2009). Development of site-specific sediment quality guidelines for North and South Atlantic littoral zones: comparison against national and international sediment quality benchmarks. Journal of hazardous materials, 170(1), 320-331. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2009.04.093

CINTRÃO, B. L. (2009). Estudos sedimentológicos, batimétricos e geoquímicos na região interna do Porto de Suape-PE.

CLAUDINO-SALES, V; CARVALHO, A. M. (2014). Dinâmica Costeira Controlada Por Promontórios No Estado Do Ceará, Nordeste Do Brasil. Geociências, São Paulo, v. 23, n. 4, p. 579-595

CORDEIRO, C. A. M. M.; HARBORNE, A. R.; FERREIRA, C. E. L. (2014). Patterns of distribution and composition of sea urchin assemblages on Brazilian subtropical rocky reefs. Marine Biology, v. 161, n. 10, p. 2221–2232. DOI: https://doi.org/10.1007/s00227-014-2500-0

COSTA, D. F., & GOLDEMBERG, J. (2006). Geração de energia elétrica a partir do biogás do tratamento de esgoto.

COSTANZA, R.; D'ARGE, R.; DE GROOT, R.; FARBER, S.; GRASSO, M.; HANNON, B.; ... & VAN DEN BELT, M. (1997). The value of the world's ecosystem services and natural capital. Nature, 387(6630), 253-260. DOI: https://doi.org/10.1038/387253a0

CPRH (Agência Estadual de Meio Ambiente). (2020). Relatório e monitoramento da qualidade da água de bacias hidrográficas do Estado de Pernambuco em 2019. Relatório das bacias hidrográficas. Recife, 156p.

CPTEC. (2020). INPE. LA NIÑA MONITORING DURING NDJ-2019/2020. S.l. Disponível em: http://enos.cptec.inpe.br/.

CRAVEIRO, N. DE ALMEIDA A., R. V., DA SILVA, J. M., VASCONCELOS, E., DE ALMEIDA A. J., F., & ROSA FILHO, J. S. (2021). Immediate effects of the 2019 oil spill on the macrobenthic fauna associated with macroalgae on the tropical coast of Brazil. Marine Pollution Bulletin, v. 165, p. 112107. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.112107

DANTAS C.; OLIVEIRA, E.; MANZANO, F.; & FIGUEIREDO, P. (2019). Óleo no Nordeste: veja a evolução das manchas e quando ocorreu o pico do desastre que completa 2 meses. G1 2019; 30 oct.G1.Globo, 30 out. 2019. Disponível em: <https://g1.globo.com/natureza/desastre-ambiental-

petroleo-praias/noticia/2019/10/30/oleo-no-nordeste-veja-a-evolucao-das-manchas-e-quando-ocorreu-o-pico-do-desastre-que-completa-2-meses.ghtml>.

DE AZEVEDO, R. N. A., BEZERRA, K. M., NASCIMENTO, R. F., NELSON, R. K., REDDY, C. M., DO NASCIMENTO, A. P., ... & CAVALCANTE, R. M. (2022). Is there a similarity between the 2019 and 2022 oil spills that occurred on the coast of Ceará (Northeast Brazil)? An analysis based on forensic environmental geochemistry. Environmental Pollution, 120283. DOI: https://doi.org/10.1016/j.envpol.2022.120283

DE OLIVEIRA ESTEVO, M; LOPES, P. F., DE OLIVEIRA JÚNIOR, J. G. C., JUNQUEIRA, A. B., DE OLIVEIRA SANTOS, A. P., DA SILVA LIMA, J. A., ... & CAMPOS-SILVA, J. V. (2021a). Immediate social and economic impacts of a major oil spill on Brazilian coastal fishing communities. Marine Pollution Bulletin, v. 164, p. 111984. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2021.111984

DE OLIVEIRA L. R. T., DE CARVALHO, P. S. M., & ZANARDI-LAMARDO, E. (2014). Petroleum hydrocarbons in water from a Brazilian tropical estuary facing industrial and port development. Marine Pollution Bulletin, 82(1-2), 183-188. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2014.03.010

DE OLIVEIRA LIRA, A. L., CRAVEIRO, N., DA SILVA, F. F., & ROSA FILHO, J. S. (2021b). Effects of contact with crude oil and its ingestion by the symbiotic polychaete Branchiosyllis living in sponges (Cinachyrella sp.) following the 2019 oil spill on the tropical coast of Brazil. Science of The Total Environment, 801, 149655. DOI: https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2021.149655

DE SOUZA, C. S., JUNIOR, P. D. O. M., DE KIKUCHI, R. K. P., & DOMINGUEZ, J. M. L. (2022). Assessment of the Brazilian Coast Oil Spill Impact in the fish eggs and larvae development from the Tropical Continental Shelf. Regional Studies in Marine Science, 56, 102635. DOI: https://doi.org/10.1016/j.rsma.2022.102635

DIAS, I. C. C. M. (2014). Influência da morfodinâmica praial na distribuição e variações morfométricas de mellita quinquiesperforata Leske, 1778 no litoral do Estado do Ceará. 2014. 93 f. Tese (Doutorado em Ciências Marinhas Tropicais) - Instituto de Ciências do Mar, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza.

DIAS, J. A. (2004). A análise sedimentar e o conhecimento dos sistemas marinhos. Faro: Universidade Federal de Algarve. 80 p.

DOMINGUEZ, J. M. L., BITTENCOURT, A. C. S. P., LEÃO, Z. M. A. N., & AZEVEDO, A. E. G. (1990). Geologia do Quaternário costeiro do estado de Pernambuco. Revista Brasileira de Geociências, 20(2).

DOMINGUEZ, J. M. L., SILVA PINTO BITTENCOURT, A. C. D., NASCIMENTO, L. D., & SANTOS, A. N. (2016). Beaches in the State of Bahia: The Importance of geologic setting. In Brazilian Beach Systems (pp. 307-332). Springer, Cham. DOI: https://doi.org/10.1007/978-3-319-30394-9_12

DUGGINS, D. O. (1983). Starfish Predation and the Creation of Mosaic Patterns in a Kelp‐Dominated Community. Ecology, v. 64, n. 6, p. 1610–1619. DOI: https://doi.org/10.2307/1937514

DUKE, N. C. (2016). Oil spill impacts on mangroves: Recommendations for operational planning and action based on a global review. Marine Pollution Bulletin, v. 109, n. 2, p. 700–715. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2016.06.082

ENVIRONMENT PROTECTION AGENCY - EPA 1986. Quality criteria for water 1986. EPA 440/5-86-001. US Environmental Protection Agency, Washington, DC.

EPA. (1998). Evaluation of dredged material proposed for discharge in waters of the U.S.-Testing Manual. EPA-823-B-98-004, Washington, DC USEPA – United States Environmental Protection

Agency. In: EPA-823-B-98-004,. EPA 503/8-91/001 ed. Washington: U.S. Army Corps of Engineers, p. 214.

EPA/630/R-95/002F. (1998). Guidelines for Ecological Risk AssessmentU.S. Environmental Protection Agency. Disponível em: https://www.epa.gov/sites/production/files/2014-11/documents/eco_risk_assessment1998.pdf

ESCOBAR, H. (2019). Mystery oil spill threatens marine sanctuary in Brazil. Science. Vol 366 , Edição 6466 pág. 672 DOI: 10.1126/science.366.6466.672. DOI: 10.1126/science.366.6466.672

FENILI, L. H. (2012). Qualidade do sedimento do canal de navegação do Porto de Santos (Santos, SP) após dragagem de aprofundamento: ensaios ecotoxicológicos com *Tiburonella viscana* e *Nitokra* sp. Dissertação (Mestrado em Ciências da Engenharia Ambiental) – Escola de Engenharia de São Carlos, University of São Paulo, São Carlos, 2012. Acesso em: 5 dezembro de 2018.

FERNANDES, G. M., MARTINS, D. A., SANTOS, R. P., SANTIAGO, I. S., NASCIMENTO, L. S., OLIVEIRA, A. H., ... & CAVALCANTE, R. M. (2021). Levels, source appointment, and ecological risk of petroleum hydrocarbons in tropical coastal ecosystems (northeast Brazil): Baseline for future monitoring programmes of an oil spill area. Environmental Pollution, 118709. DOI: https://doi.org/10.1016/j.envpol.2021.118709

FOLK, R. L.; WARD, W. C. (1957). Brazos river bar: A study in the significance of grain size parameters. Journal of Sedimentary Petrology, v.27, n.1, p.3-27. DOI: https://doi.org/10.1306/74D70646-2B21-11D7-8648000102C1865D

FUNDAÇÃO CEARENSE DE METEOROLOGIA - FUNCEME. (2022). Sistemas de informações, Meio Ambiente. Disponível em: http://www.funceme.br/?page_id=3376

G1. GLOBO. (2019). Pesquisadores da UFBA encontram óleo em aparelhos digestivos e respiratórios de peixes e mariscos. G1.Globo, 24 out. Disponível em: <https://g1.globo.com/ba/bahia/noticia/2019/10/24/pesquisadores-da-ufba-encontram-oleo-nos-aparelhos-digestivos-e-respiratorios-de-peixes-e-mariscos.ghtml>.

GESAMP STATEMENT OF 1998. (2001). Surveillance and assessment of marine environmental conditions.

GONÇALVES, L. R., WEBSTER, D. G., YOUNG, O., POLETTE, M., & TURRA, A. (2020). The Brazilian Blue Amazon under threat: Why has the oil spill continued for so long?. Ambiente & Sociedade, 23. DOI: https://doi.org/10.1590/1809-4422asoc20200077vu2020L5ID

GONDRA B. A.P.X., dos Santos, Í. GS, da Silva, MC, Gabriel, F. Â., de Holanda, RM, & Moares, AS (2016). Comparative analysis of the environmental impacts of port activities in Pernambuco ports| Análise comparativa dos impactos ambientais das atividades portuárias nos portos de Pernambuco. Revista Geama, 417-426.

GROSS, M. G. (1971). Carbon Determination. In: Carver, R.E (ed). Procedures in Sedimentary Petrology, Wiley: New York, 573-596.

GUERRA, R. G. P. (2014). Vulnerabilidade costeira a eventos de alta energia no Litoral de Fortaleza, Ceará. Dissertação (Mestrado em Ciências Marinhas Tropicais) - Instituto de Ciências do Mar, Universidade Federal do Ceará. Fortaleza

HATJE, V., BÍCEGO, G.C. CARVALHO, J.B. (2009), Contaminação Química Baía de Todos os Santos: Aspectos Oceanográficos. Edufba, Salvador pp. 243-299 https://books.scielo.org/id/4szy8

HINDERSTEIN, L. M., MARR, J. C. A., MARTINEZ, F. A., DOWGIALLO, M. J., PUGLISE, K. A., PYLE, R. L., ... & APPELDOORN, R. (2010). Theme section on "Mesophotic coral ecosystems: characterization, ecology, and management". Coral reefs, 29(2), 247-251. DOI: https://doi.org/10.1007/s00338-010-0614-5

HÖFER, T. (1998). Tankships in the marine environment. Environmental Science & Pollution Research, 5(2): 97-104. DOI: https://doi.org/10.1007/BF02986406

HOLANDA, T. F., GONÇALVES, R. M., LINO, A. P., PEREIRA, P. S., & DE OLIVEIRA SOUSA, P. H. G. (2020). Classificação das variações morfodinâmicas e processos costeiros, praia do Paiva, PE, Brasil. Revista Brasileira de Geomorfologia, 21(2). DOI: https://doi.org/10.20502/rbg.v21i2.1796

HUIJER, K. (2005). Trends in oil spills from tanker ships, 1995–2004. London, 2005.

IBGE (Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística). Fortaleza. (2020). Disponível em: https://www.ibge.gov.br/cidades-e-estados/ce/fortaleza.html.

IMO/UNEP. (2009). IMO/UNEP Guidance Manual on the Assessment and Restoration of Environmental Damage following Marine Oil Spills. 2009 Edition. London, UK, 104p.

INGERSOLL, C. G. (2020). Sediment tests. In: Fundamentals of aquatic toxicology. CRC Press,. p. 231-255.

IPIECA/IOGP. 2015. Impacts of oil spills on marine ecology: Good practice guidelines for incident management and emergency response personnel. International Association of Oil & Gas Producers. IOGP Report 525. London, UK. 56p.

ISO 13320. (2020). Particle size analysis—Laser diffraction methods. Geneva: International Organization for Standardization (ISO). p. 59.

JENSEN, M. H., NIELSEN, T. G., & DAHLLÖF, I. (2008). Effects of pyrene on grazing and reproduction of *Calanus finmarchicus* and *Calanus glacialis* from Disko Bay, West Greenland. Aquatic Toxicology, 87(2), 99-107.

JONES, K. C., & DE VOOGT, P. (1999). Persistent organic pollutants (POPs): state of the science. Environmental pollution, 100(1-3), 209-221. DOI: https://doi.org/10.1016/S0269-7491(99)00098-6

KIM, M., HONG, S. H., WON, J., YIM, U. H., JUNG, J. H., HA, S. Y., ... & SHIM, W. J. (2013). Petroleum hydrocarbon contaminations in the intertidal seawater after the Hebei Spirit oil spill–effect of tidal cycle on the TPH concentrations and the chromatographic characterization of seawater extracts. Water research, 47(2), 758-768. DOI: https://doi.org/10.1016/j.watres.2012.10.050

LARSONNEUR, C. (1977). La cartographie de's dépots meubles sur le plateau continental français: méthode mise du points et utilisée em Manche.

LAW, R. J., & BISCAYA, J. L. (1994). Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH)—problems and progress in sampling, analysis and interpretation. Marine Pollution Bulletin, 29(4-5), 235-241. DOI: https://doi.org/10.1016/0025-326X(94)90415-4

LESSA, G. C., TEIXEIRA, C. E. P., PEREIRA, J., & SANTOS, F. M. (2021). The 2019 Brazilian oil spill: Insights on the physics behind the drift. Journal of Marine Systems, 222, 103586. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jmarsys.2021.103586

LIB, W.; AHLF, W. (1997). Evidence from Whole-Sediment, Porewater, and Elutriate Testing in Toxicity Assessment of Contaminated Sediments. Ecotoxicology and Environmental Safety. 36, 140–147. DOI: https://doi.org/10.1006/eesa.1996.1494

LIMA, A. L. C., FARRINGTON, J. W., & REDDY, C. M. (2005). Combustion-derived polycyclic aromatic hydrocarbons in the environment—a review. Environmental forensics, 6(2), 109-131. DOI: https://doi.org/10.1080/15275920590952739

LINO, A. P. (2015). Variabilidade morfodinâmica de curto-termo de uma praia de mesomaré (Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco).

LIRA, A. L. de O. Taxonomia e biologia dos Branchiosyllis (Annelida: Syllidae) associados a Cinachyrella (Porifera: Demospongiae). (2021). Dissertação (Mestrado em Oceanografia) – Universidade Federal de Pernambuco, Recife

LIU, X., YAN, W., STENBY, E. H., & THORMANN, E. (2016). Release of crude oil from silica and calcium carbonate surfaces: on the alternation of surface and molecular forces by high-and low-salinity aqueous salt solutions. Energy & Fuels, 30(5), 3986-3993. DOI: https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.6b00569

LOPES, B. D. (2021). Variação espacial e temporal do derramamento de óleo na costa do Ceará, Brasil (2019-2020). 77 f. Monografia (Graduação em Ciências Ambientais) – Instituto de Ciências do Mar, Universidade Federal do Ceará, Fortaleza, 2021. Disponível: https://repositorio.ufc.br/handle/riufc/68078

LOPES, C. F. MILANELLI, J. C. C.; PROSPERI, V. A.; ZANARDI, E.; & TRUZZI, A. C. (1997). Coastal monitoring program of São Sebastião channel: Assessing the effects of 'Tebar V' oil spill on rocky shore populations. Marine Pollution Bulletin, v. 34, n. 11, p. 923–927. DOI: https://doi.org/10.1016/S0025-326X(97)00079-9

LOTUFO, G.R. & ABESSA, D.M.S. (2002). Testes de toxicidade com sedimentos total e água intersticial estuarinos utilizando copépodos bentônicos. In: NASCIMENTO, I.A.; SOUSA, E.C.P.M. & NIPPER, M.G. Métodos em Ecotoxicologia Marinha: Aplicações no Brasil. Artes Gráficas e Indústria Ltda, São Paulo. pp. 151-162.

LOURENÇO, R. A.; COMBI, T.; DA ROSA A., M.; SASAKI, S. T.; ZANARDI-LAMARDO, E.; & YOGUI, G. T. (2020). Mysterious oil spill along Brazil's northeast and southeast seaboard (2019–2020): Trying to find answers and filling data gaps. Marine Pollution Bulletin, v. 156, p. 111219. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111219

LUCZAK, C., JANQUIN, M. A., & KUPKA, A. (1997). Simple standard procedure for the routine determination of organic matter in marine sediment. Hydrobiologia, 345(1), 87-94. DOI: https://doi.org/10.1023/A:1002902626798

LUZ, K.M.F. (2001). Avaliação de métodos de preservação de tecidos de moluscos bivalves como subsídio a trabalhos com bioindicadores de metais traços em estuários. Monografia. Bacharelado em Ciências Biológicas - UFPE. Recife-PE. In: CHAGAS, A. C. O. (2003). Níveis de metais pesados e hidrocarbonetos em sedimentos do Complexo Industrial Portuário de Suape-PE-Brasil (Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Pernambuco).

MACEDO, S. D., DA SILVA, H. P., BRAYNER, F. M. M., DUARTE, M. M. M. B., & BARBOSA, A. D. F. (2007). Heavy metal concentrations in sediments of the Capibaribe river estuary in the Metropolitan Region of Recife, Pernambuco-Brazil. WIT Transactions on Ecology and the Environment, 102.

MACIEL, D. C., COSTA, B. V. M., SOUZA SANTOS, L. P., SOUZA, J. R. B., & ZANARDI-LAMARDO, E. (2015). Avaliação da toxicidade dos sedimentos do sistema estuarino do Rio Capibaribe (Pernambuco, Brasil) utilizando o copépodo bentônico Tisbe biminiensis Volkmann Rocco (1973). Tropical Oceanography, 43(1), 26-37.

MAGALHÃES, K. M., DE SOUZA B. K. V., DE LIMA, M. C. S., DE ALMEIDA R. B. C., ROSA F., J. S., & DE OLIVEIRA S., M. (2021). Oil spill+ COVID-19: a disastrous year for Brazilian seagrass conservation. Science of the total environment, 764, 142872. DOI: https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.142872

MAGRIS, R. A.; GIARRIZZO, T. (2020). Mysterious oil spill in the Atlantic Ocean threatens marine biodiversity and local people in Brazil. Marine Pollution Bulletin, v. 153, p. 110961. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.110961

MAIA, G. G. D. O. (2014). Vulnerabilidade e riscos naturais a eventos de alta energia nas praias semi-urbanas e naturais do litoral de Aquiraz, Ceará.

MALLMANN, D., PEREIRA, P., SANTOS, F., & FAÇANHA, P. (2014). Classificação morfodinâmica das praias arenosas de Ipojuca (Pernambuco, Brasil) através da análise semântica de imagens de satélite pancromáticas. Pesquisas em Geociências, 41(2), 169-189.

MATOS, R.M.D. (1999). History of the northeast Brazilian rift system: kinematic implications for the break-up between Brazil and West Africa. Geological Society, London, Special Publications, 153(1), 55-73. DOI: https://doi.org/10.1144/GSL.SP.1999.153.01.04

MCCLANAHAN, T.R.; BERGMAN, K.; HUITRIC, M.; MCFIELD, M.; ELFWING, T.; NYSTRÖM, M.; & NORDEMAR, I. (2000). Response of fishes to algae reduction on Glovers Reef, Belize. Marine Ecology Progress Series, v. 206, p. 273–282. DOI:10.3354/meps206273

MELO, S. L. R., & NIPPER, M. (2007). Sediment toxicity tests using the burrowing amphipod *Tiburonella viscana* (Amphipoda: Platyischnopidae). Ecotoxicology and Environmental Safety, 66(3), 412-420.

MELO, S.L.R.; ABESSA, D.M.S. (2002). Testes de toxicidade com sedimentos marinhos utilizando anfípodos como organismos-teste. In: NASCIMENTO, I.; SOUSA, E.C.P.M.; NIPPER, M.G. (Eds.). Métodos em ecotoxicologia marinha: Aplicações no Brasil. São Paulo: Artes Gráficas e Indústria, Salvador, BA, p. 163-178,

MENDES, L. V.; et al (2022). Guia para avaliação de contaminação por petróleo na biota marinha e sedimentos. Universidade Federal do Rio Grande do Norte, Projeto INCT AmbTropic. Natal/RN: RN Editora. ISBN: 978-65-996489-6-0

MINISTÉRIO DO TURISMO. Anuário Estatístico 2014 - Ano Base (2013). Disponível em: http://www.turismogov.br.

MMA - MINISTÉRIO DO MEIO AMBIENTE. (2012). Atlas de sensibilidade ambiental ao óleo das bacias marítimas da Bahia. Brasília: MMA. Disponível em: https://www.mma.gov.br

MONTEIRO, A. G. (2003). Metodologia de avaliação de custos ambientais provocados por vazamento de óleo: o estudo de caso do complexo REDUC-DTSE. Rio de Janeiro, RJ. Tese de doutorado em Planejamento Energético e Ambiental. Programa de Pós-graduação em Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro

MOORE, D. W., DILLON, T. M., & GAMBLE, E. W. (1995). Long-term storage of sediments: implications for sediment toxicity testing. Environmental pollution, 89(2), 147-154.

MORAIS, J. O; FREIRE, G. S.; PINHEIRO, L. S.; SOUZA, M. J. N.; CARVALHO, A. M.; PESSOA, P. R. S. (2006). In: Erosão e progradação do litoral brasileiro. (Org.) MUEHE, D.; Ministério do Meio Ambiente (MMA).1ed. Rio de Janeiro, v.1, 132-134p.,

MOREIRA, L. B., CASTRO, Í. B., HORTELLANI, M. A., SASAKI, S. T., TANIGUCHI, S., PETTI, M. A., ... & ABESSA, D. M. (2017). Effects of harbor activities on sediment quality in a semi-arid region in Brazil. Ecotoxicology and environmental safety, 135, 137-151. DOI: https://doi.org/10.1016/j.ecoenv.2016.09.020

MOREIRA, L. B., SASAKI, S. T., TANIGUCHI, S., BÍCEGO, M. C., COSTA-LOTUFO, L. V., & ABESSA, D. M. (2019). Impacts of dredging on biomarkers responses of caged bivalves in a semi-arid region (Ceará State, NE Brazil). Marine environmental research, 151, 104784. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2019.104784

NASRI SISSINI, M., BERCHEZ, F., HALL-SPENCER, J., GHILARDI-LOPES, N., CARVALHO, V. F., SCHUBERT, N., ... & HORTA, P. A. (2020). Brazil oil spill response: protect rhodolith beds. Science, 367(6474), 156-156. DOI: 10.1126/science.aba2582

NEFF, J.M. (1984). Bioacumulation of organic micropollutants from sediments and suspended particulates by aquatic animals. Fresenius Journal of Analytical Chemistry, 319: 132-136. DOI: https://doi.org/10.1007/BF00584674

NILIN, J., MOREIRA, L. B., AGUIAR, J. E., MARINS, R., DE SOUZA ABESSA, D. M., DA CRUZ LOTUFO, T. M., & COSTA-LOTUFO, L. V. (2013). Sediment quality assessment in a tropical estuary: the case of Ceará River, Northeastern Brazil. Marine Environmental Research, 91, 89-96. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marenvres.2013.02.009

NIXON Z, MICHEL J, HAYES MO, IRVINE GV & SHORT J. (2013). Geomorphic factors related to the persistence of subsurface oil from the Exxon Valdez oil spill. J Coastal Res 69 (10069): 115-127. DOI: https://doi.org/10.2112/SI_69_9

NOGUEIRA, M. M., NEVES, E., & JOHNSSON, R. (2015). Effects of habitat structure on the epifaunal community in Mussismilia corals: does coral morphology influence the richness and abundance of associated crustacean fauna?. Helgoland Marine Research, 69(2), 221-229. DOI: https://doi.org/10.1007/s10152-015-0431-x

NOTAR, M., LESKOVŠEK, H., & FAGANELI, J. (2001). Composition, distribution and sources of polycyclic aromatic hydrocarbons in sediments of the Gulf of Trieste, Northern Adriatic Sea. Marine pollution bulletin, 42(1), 36-44. DOI: https://doi.org/10.1016/S0025-326X(00)00092-8

NUNES, B. Z., ZANARDI-LAMARDO, E., CHOUERI, R. B., & CASTRO, Í. B. (2021). Marine protected areas in Latin America and Caribbean threatened by polycyclic aromatic hydrocarbons. Environmental Pollution, 269, 116194. DOI: https://doi.org/10.1016/j.envpol.2020.116194

OLIVEIRA, T. S., XAVIER, D. D. A., SANTOS, L. D., FRANÇA, E. J., SANDERS, C. J., PASSOS, T. U., & BARCELLOS, R. L. (2020). Geochemical background indicators within a tropical estuarine system influenced by a port-industrial complex. Marine Pollution Bulletin, 161, 111794. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2020.111794

OROS, D. R., ROSS, J. R., SPIES, R. B., & MUMLEY, T. (2007). Polycyclic aromatic hydrocarbon (PAH) contamination in San Francisco Bay: a 10-year retrospective of monitoring in an urbanized estuary. Environmental Research, 105(1), 101-118. DOI: https://doi.org/10.1016/j.envres.2006.10.007

PAZINI, Bianca. Avaliação ecotoxicológica de sedimento de áreas recifais impactadas pelo derramamento de petróleo de 2019-2020 no litoral de Pernambuco. (2022). 49 f. Dissertação (Mestrado em Bioprodutos e Bioprocessos) - Instituto de Saúde e Sociedade, Universidade Federal de São Paulo, Santos, 2022.

PENA, P. G. L., NORTHCROSS, A. L., LIMA, M. A. G. D., & RÊGO, R. D. C. F. (2020). Derramamento de óleo bruto na costa brasileira em 2019: emergência em saúde pública em questão. Cadernos de Saúde Pública, 36. DOI: 10.1590/0102-311XER231019

PERHAR, G., & ARHONDITSIS, G. B. (2014). Aquatic ecosystem dynamics following petroleum hydrocarbon perturbations: A review of the current state of knowledge. Journal of Great Lakes Research, 40, 56-72. DOI: https://doi.org/10.1016/j.jglr.2014.05.013

PODLESIŃSKA, W., & DĄBROWSKA, H. (2019). Amphipods in estuarine and marine quality assessment–a review. Oceanologia, 61(2), 179-196. DOI: https://doi.org/10.1016/j.oceano.2018.09.002

POWER, E. A., & CHAPMAN, P. M., 1992. Assessing sediment quality. 1-18.

PRIMOST, M. A; Commendatore, M.; Torres, P. J.; & Bigatti, G. (2018). PAHs contamination in edible gastropods from north Patagonian harbor areas. Marine Pollution Bulletin, v. 135, p. 828–831. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.08.021

PRÓSPERI, V. A. (2002). Comparação De Métodos Ecotoxicológicos Na Avaliação De Sedimentos Marinhos E Estuarinos. Tese De Doutorado. Universidade De São Paulo, Escola De Engenharia De São Carlos. São Carlos. 118p

PRÓSPERI, V. A.; ARAÚJO, M.M.S. Teste de toxicidade crônica com Lytechinus variegatus, Lamarck1816, e Echinometra lucunter, Linnaeus 1758 (Echinodermata: Echinoidea). (2002). In: Nascimento, I.A.; Sousa, E.C.P.M. &Nipper, M.G. Métodos em Ecotoxicologia Marinha: Aplicações no Brasil, Artes Gráficas e Indústria Ltda, São Paulo, pp. 99-110.

RAMSEUR, J.L. (2010). Deepwater Horizon Oil Spill: The Fate of the Oil. Congressional Research Service, 2010. Disponível em: http://www.faz.org/sgp/crs/misc/R41531.pdf. Acesso em 28 jun. 2012.

RAND, G.M., E PETROCELLI, S. R. (1985). Fundamentals of aquatic toxicology: methods and applications. Washington, D.C.: Hemisphere.

REDDY, C. M., NELSON, R. K., HANKE, U. M., CUI, X., SUMMONS, R. E., VALENTINE, D. L., ... & RADOVIĆ, J. R. (2022). Synergy of Analytical Approaches Enables a Robust Assessment of the Brazil Mystery Oil Spill. Energy & Fuels. DOI: https://doi.org/10.1021/acs.energyfuels.2c00656

RÉGIS, C. G., SOUZA-SANTOS, L. P., YOGUI, G. T., MORAES, A. S., & SCHETTINI, C. A. F. (2018). Use of Tisbe biminiensis nauplii in ecotoxicological tests and geochemical analyses to assess the sediment quality of a tropical urban estuary in northeastern Brazil. Marine pollution bulletin, 137, 45-55. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2018.10.011

REYES, C. Y., MOREIRA, Í. T., OLIVEIRA, D. A., MEDEIROS, N. C., ALMEIDA, M., WANDEGA, F., ... & DE OLIVEIRA, O. M. (2014). Weathering of petroleum biomarkers: review in tropical marine environment impacts. Open Access Library Journal, 1(9), 1-13. DOI: http://dx.doi.org/10.4236/oalib.1101004

ROHR JR, SALICE CJ, NISBET RM (2016) The pros and cons of ecological risk assessment based on data from different levels of biological organization. Crit Rev Toxicol 46:756–784. DOI: https://doi.org/10.1080/10408444.2016.1190685

RUPPERT, E. E.; FOX, R. S.; & BARNES, R. D.; 1996. Zoologia dos Invertebrados. São Paulo: Roca. 1029 p.

SÁ, T. D., DE SOUSA, R. R., ROCHA, Í. R. C. B., DE LIMA, G. C., & COSTA, F. H. F. (2013). Brackish shrimp farming in Northeastern Brazil: the environmental and socio-economic impacts and sustainability. Natural Resources. DOI:10.4236/nr.2013.48065

SANFORD, E. (2002). The feeding, growth, and energetics of two rocky intertidal predators (Pisaster ochraceus and Nucella canaliculata) under water temperatures simulating episodic upwelling. Journal of Experimental Marine Biology and Ecology, v. 273, n. 2, p. 199–218. DOI: https://doi.org/10.1016/S0022-0981(02)00164-8

SANTOS, R. (2015). Avaliação dos níveis de hidrocarbonetos na água e sedimentos do Canal de Santa Cruz-PE. Universidade Federal de Pernambuco.

SANTSCHI, P., HÖHENER, P., BENOIT, G., & BUCHHOLTZ-TEN BRINK, M. (1990). Chemical processes at the sediment-water interface. Marine chemistry, 30, 269-315.

SCHNEIDER, D. C. 1985. Predation on the urchin Echinometra lucunter (Linnaeus) by migratory shorebirds on a tropical reef flat. Journal of Experimental Marine Biology and Ecology, v. 92, n. 1, p. 19–27. DOI: https://doi.org/10.1016/0022-0981(85)90019-X

SCHOPPE, S.; WERDING, B. (1996). The Boreholes of the Sea Urchin Genus Echinometra (Echinodermata: Echinoidea: Echinometridae) as a Microhabitat in Tropical South America*. Marine Ecology, v. 17, n. 1–3, p. 181–186. DOI: https://doi.org/10.1111/j.1439-0485.1996.tb00499.x

SCHUBAUER-BERIGAN, M. K., AMATO, J. R., ANKLEY, G. T., BAKER, S. E., BURKHARD, L. P., DIERKES, J. R., ... & NORBERG-KING, T. J. (1993). The behavior and identification of toxic metals in complex mixtures: examples from effluent and sediment pore water toxicity identification evaluations. Archives of Environmental Contamination and Toxicology, 24(3), 298-306. DOI: https://doi.org/10.1007/BF01128728

SECRETARIA DO MEIO AMBIENTE DO ESTADO DO CEARÁ – SEMA (2022). Atualização sobre o reaparecimento de manchas de óleo nos municípios litorâneos do Ceará em 2022. Disponível em: https://www.sema.ce.gov.br/wp-content/uploads/sites/36/2022/02/Oficio_informe_oleo_2022_160220221.pdf Fortaleza, 16 de fevereiro de 2022.

SILVA, A. C. M., GUIMARÃES, S. S., OLIVEIRA, O. M. C. D., MOREIRA, I. T. A., TRIGÜIS, J. A., & CRUZ, M. J. M. (2018). Sensibilidade do copépode Nitokra sp. a exposição ao agregado óleo-material particulado em suspensão (OSA).

SOARES, M. DE O.; TEIXEIRA, C. E. P.; BEZERRA, L. E. A.; PAIVA, S. V., TAVARES, T. C. L., GARCIA, T. M., ... & CAVALCANTE, R. M. (2020a). Oil spill in South Atlantic (Brazil): Environmental and governmental disaster. Marine Policy, v. 115, p. 103879. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpol.2020.103879

SOARES, M. O; TEIXEIRA, C. E. P.; BEZERRA, L. E. A.; ROSSI, S.; TAVARES, T.; & CAVALCANTE, R. M. (2020b2020b). Brazil oil spill response: Time for coordination. Science, v. 367, n. 6474, p. 155.2-155.

SOUSA, E. C. P. M., ZARONI, L., BERGMANN FILHO, T., MARCONATO, L. A., KIRSCHBAUM, A., & GASPARRO, M. (2012). Acute sensitivity to Nitokra sp benthic copepod to potassium dichromate and ammonia chloride. Ecotoxicology and Environmental Contamination, 7(1).

STANKOVICH, K.; SIMEONOVA, A. (2018). Techniques of cleaning up oil spills from contaminated beaches. Sustain. Dev., v. 7, n. 2, p. 29-36

SUGUIO, K. (1973) Introducao a Sedimentologia. Edgard Blucher/EDUSP, Sao Paulo, 317 p.

SZEWCZYK, S. B. O. (2006). Processos envolvidos em um derramamento de óleo no mar. In: Seminário e Workshop em Engenharia Oceânica (SEMENGO).

TABACHNICK, B. G., FIDELL, L. S., (1989). Using multivariate statistics. second ed. NewYork, Harper Collins College (746 pp.).

TEAL, J.M., HOWARTH, R.W. (1984). Oil spill studies: A review of ecological effects. Environmental Management 8, 27–43. DOI: https://doi.org/10.1007/BF01867871

TOURNADRE, J. (2014). Anthropogenic pressure on the open ocean: The growth of ship traffic revealed by altimeter data analysis. Geophysical Research Letters, 41(22), 7924-7932. DOI: https://doi.org/10.1002/2014GL061786

UEDA-DE-CARVALHO, M., BURUAEM-MOREIRA, L., ALVES-MARANHO, L., & MOLEDO-DE-SOUZA-ABESSA, D. (2019). Chronic effects of fire suppressors on the reproduction of the copepod *Nitocra* sp. Revista de Ciencias Agrícolas, 36(SPE), 82-94.

USEPA UNITED. STATES. ENVIRONMENTAL PROTECTION AGENCY. (2003). A Compendium of Chemical, Physical and Biological Methods for Assessing and Monitoring the Remediation of Contaminated Sediment Sites. EPA/68-W-99-033. Agency. Duxbury

U.S. EPA, (1994). Methods for assessing the toxicity of sediment-associated contaminants with estuarine and marine amphipods, U.S. Environmental Protection Agency, Report EPA/600/R-94/025, June 1994, Washington, DC

USP. 2012. UNITED STATES PHARMACOPEIA. General Chapters. Laser Light Diffraction Measurement of Particle Size. 35. ed. Rockville: United States Pharmacopeial Convention. (2012). Cap. 429. 161-165. Official monographs, Efavirenz. 35. ed. Rockville: United States Pharmacopeial Convention.: 3010-3013.

VALE, N. F. L. D. (2022). Caracterização de recifes mesofóticos em áreas chave da Plataforma Continental Brasileira: Margem Equatorial e Bacia Sergipe-Alagoas. Disponível em: https://digibug.ugr.es/handle/10481/75618

VAN DE WIEL, G. & VAN DORP, J.R. (2011). An oil outflow model for tanker collisions and groundings. Ann Oper. Res., 187: 279-304. DOI: https://doi.org/10.1007/s10479-009-0674-5

VARJANI, S. J., GNANSOUNOU, E., & PANDEY, A. (2017). Comprehensive review on toxicity of persistent organic pollutants from petroleum refinery waste and their degradation by microorganisms. Chemosphere, 188, 280-291. DOI: https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2017.09.005

VENTURINI, N. & L.R. TOMMASI. (2004). Polycyclic aromatic hydrocarbons and changes in the trophic structure of polychaete assemblages in sediments of Todos os Santos Bay, Northeastern, Brazil. Mar. Pollut. Bull. 48: 97-107 https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0025326X0300331X

VILA NOVA, F. V. P.; TORRES, MARIA F. A. (2012). Avaliação ambiental em unidades de conservação: estuário do Rio Maracaípe, Ipojuca-PE, Brasil. Revista de Geografia (UFPE) V. 29, No. 3

VILANOVA, M. Q. (2019). Mapeamento de ninhos e determinação da área preferencial de desova da tartaruga Eretmochelys imbricata na Praia de Sabiaguaba, Fortaleza-CE.

VLADMIR V. da C. C., P. (2004). O macrozoobentos na avaliação da qualidade ambiental de áreas estuarinas no litoral Norte de Pernambuco Brasil (Master's thesis, Universidade Federal de Pernambuco).

VOLKMAN, J. K., HOLDSWORTH, D. G., NEILL, G. P., & BAVOR Jr, H. J. (1992). Identification of natural, anthropogenic and petroleum hydrocarbons in aquatic sediments. Science of the Total Environment, 112(2-3), 203-219. DOI: https://doi.org/10.1016/0048-9697(92)90188-X

WANG, J. et al. (2015). Adsorption of PAHs on the sediments from the yellow river delta as a function of particle size and salinity. Soil and Sediment Contamination: An International Journal, v. 24, n. 2, p. 103-115. DOI: https://doi.org/10.1080/15320383.2014.920292,

WARD, D. J., SIMPSON, S. L., & JOLLEY, D. F. (2013). Avoidance of contaminated sediments by an amphipod (Melita plumulosa), a harpacticoid copepod (Nitocra spinipes), and a snail (Phallomedusa solida). Environmental toxicology and chemistry, 32(3), 644-652. DOI: https://doi.org/10.1002/etc.2086

WAUHOB TJ, NIPPER M, BILLIOT E. (2007) Seasonal variation in the toxicity of sediment-associated contaminants in Corpus Christi Bay, TX. Mar Pollut Bull. Aug;54(8):1116-26. DOI: https://doi.org/10.1016/j.marpolbul.2007.05.003

WHITFIELD, M., 1974. The Hydrolysis Of Ammonia Ions In Sea Water – A Theoretical Study. J. Mar. Biol. Assoc. U.K. 54(3): 565-580. DOI: https://doi.org/10.1017/S002531540002275X

YOGUI, GT, TANIGUCHI, S., SILVA, JD, MIRANDA, DDA, & MONTONE, RC (2018). The legacy of man-made organic compounds in surface sediments of Pina Sound and Suape Estuary, northeastern Brazil. Brazilian Journal of Oceanography, 66, 58-72. DOI: https://doi.org/10.1590/S1679-87592018148206601

ANEXOS

Anexo1. Parâmetros físico-químicos do teste com *T. viscana*, exposto ao sedimento integral (Ceará).

Parâmetros físico-químicos

	CE	Salinidade (‰)		pH		OD (ppm)		variação pH	variação OD
		inicial	final	inicial	final	inicial	final		
T. viscana – Sedimento integral	Praia de Sabiaguaba	35	35	8,09	8,21	7,9	4,98	0,12	-2,92
	Praia de Caetanos	35	35	8,14	8,23	7,9	4,62	0,09	-3,28
	Praia do Canto Verde	35	35	8,17	8,22	7,89	4,96	0,05	-2,93
	Praia de Icapuí	35	35	8,2	8,23	7,9	5,18	0,03	-2,72
	Paria de Canoa Quebrada	35	35	8,16	8,25	7,93	5,05	0,09	-2,88
	Icaraí de amontada	35	35	8,12	8,25	7,92	4,88	0,13	-3,04
	Praia de Cumbuco	35	35	8,14	8,23	7,87	4,53	0,09	-3,34
	Jericoacoara	35	35	8,15	8,22	7,93	4,41	0,07	-3,52
	Acaraú	35	35	8,18	8,21	7,94	4,41	0,03	-3,53
	Controle	35	35	8,12	7,97	7,88	6,53	-0,15	-1,36

Anexo 2. Parâmetros físico-químicos do teste com *Nitocra* sp., exposto ao sedimento integral e ao elutriato (Ceará).

		Parâmetros físico-químicos							
	CE	Salinidade (‰)		pH		OD (ppm)		variação pH	variação OD
		inicial	final	inicial	final	inicial	final		
***Nitocra* sp. - Sedimento integral**	Praia de Sabiaguaba	18	20	7,42	7,38	7,42	6,53	-0,04	-0,89
	Praia de Caetanos	18	20	7,45	7,43	7,06	6,02	-0,02	-1,04
	Praia do Canto Verde	17	19	7,51	7,49	7,42	6,9	-0,02	-0,52
	Praia de Icapuí	17	19	7,56	7,33	6,95	6,43	-0,23	-0,52
	Paria de Canoa Quebrada	17	20	7,73	7,11	7,58	6,37	-0,62	-1,21
	Icaraí de amontada	18	19	7,79	7,56	7,07	6,01	-0,23	-1,06
	Praia de Cumbuco	17	20	7,71	7,22	6,91	6,41	-0,49	-0,50
	Jericoacoara	18	19	7,65	7,06	7,45	6,93	-0,59	-0,52
	Acaraú	17	20	7,69	7,04	7,96	5,68	-0,65	-2,28
	Controle	17	19	7,72	7,69	7,27	6,61	-0,03	-0,66
***Nitocra* sp. - Elutriato**	Praia de Sabiaguaba	18	20	7,45	6,54	7,1	6,13	-0,91	-0,97
	Praia de Caetanos	17	19	7,48	6,63	6,9	5,86	-0,85	-1,04
	Praia do Canto Verde	18	20	7,5	6,71	7,44	6,72	-0,79	-0,72
	Praia de Icapuí	17	19	7,55	6,81	7,95	6,44	-0,74	-1,51
	Paria de Canoa Quebrada	18	20	7,72	6,28	7,15	6,52	-1,44	-0,63
	Icaraí de amontada	18	21	7,81	6,18	7,44	6,64	-1,63	-0,80
	Praia de Cumbuco	18	20	7,73	6,63	7,08	6,45	-1,10	-0,63
	Jericoacoara	17	19	7,67	6,75	7,44	6,81	-0,92	-0,63
	Acaraú	16	18	7,72	6,35	6,98	5,67	-1,37	-1,31
	Controle	17	19	7,37	6,98	7,12	6,76	-0,39	-0,36

Anexo 3. Parâmetros físico-químicos do teste com *E. lucunter*, exposto ao elutriato e no sistema interface sedimento-água (Ceará).

Parâmetros físico-químicos

	CE	Salinidade (‰)		pH		OD (ppm)		variação pH	variação OD
		inicial	final	inicial	final	inicial	final		
E. lucunter - Elutriato	Praia de Sabiaguaba	35	35	7,21	8,25	7,56	6,78	1,04	-0,78
	Praia de Caetanos	35	35	7,57	8,26	7,69	6,75	0,69	-0,94
	Praia do Canto Verde	35	35	7,52	8,17	7,28	6,03	0,65	-1,25
	Praia de Icapuí	35	35	7,65	8,07	6,96	6,14	0,42	-0,82
	Paria de Canoa Quebrada	35	35	7,52	8,01	6,87	6,58	0,49	-0,29
	Icaraí de amontada	35	35	7,53	8,22	6,89	6,26	0,69	-0,63
	Praia de Cumbuco	35	35	7,12	8,26	7,01	6,85	1,14	-0,16
	Jericoacoara	35	35	7,78	8	6,99	6,16	0,22	-0,83
	Acaraú	35	35	7,96	8,35	7,37	6,65	0,39	-0,72
	Controle	35	35	7,53	8,42	7,4	6,48	0,89	-0,92
E. lucunter - Interface	Praia de Sabiaguaba	35	35	7,09	7,22	6,84	6,65	0,13	-0,19
	Praia de Caetanos	35	35	7,49	7,94	6,94	6,64	0,45	-0,30
	Praia do Canto Verde	35	35	7,18	7,52	7,23	6,81	0,34	-0,42
	Praia de Icapuí	35	35	7,47	7,98	6,93	6,22	0,51	-0,71
	Paria de Canoa Quebrada	35	35	7,02	7,16	7,01	6,03	0,14	-0,98
	Icaraí de amontada	35	35	7,86	8,85	6,79	6,04	0,99	-0,75
	Praia de Cumbuco	35	35	7,51	8,32	6,87	6,22	0,81	-0,65
	Jericoacoara	35	35	7,63	8,3	6,96	6,32	0,67	-0,64
	Acaraú	35	35	7,5	8,21	7,31	6,53	0,71	-0,78
	Controle	35	35	7,63	8,16	7,61	6,98	0,53	-0,63

Anexo 4. Parâmetros físico-químicos do teste com *T. viscana*, exposto ao sedimento integral de Pernambuco.

Parâmetros físico-químicos

		PE	Salinidade (‰)		pH		OD (ppm)		variação pH	variação OD
			inicial	final	inicial	final	inicial	final		
T. viscana - Sedimento integral	1ª campanha	Praia do Janga	35	35	8,22	8,25	5,2	8	0,03	2,8
		Praia do Paiva	35	35	8,09	8,21	4,55	8,08	0,12	3,53
		Praia de Suape	35	35	8,19	8,3	5,23	7,98	0,11	2,75
		Praia de Muro Alto	35	35	8,19	8,28	5,34	7,9	0,09	2,56
		Praia do Pontal do Cupe	35	35	8,11	8,31	4,61	7,93	0,2	3,32
		Pontal dos Carneiros	35	35	8,17	8,31	4,88	7,98	0,14	3,1
		Foz do Rio Mamucabas	35	35	8,09	8,29	4,72	7,95	0,2	3,23
		Serrambi	35	35	8,18	8,3	4,58	7,92	0,12	3,34
		Controle	35	35	8,11	7,96	7,88	6,52	-0,15	-1,36
	2ª campanha	Praia do Janga	35	35	7,43	7,32	7,94	7,99	-0,11	0,05
		Praia do Paiva	35	35	7,37	7,29	7,46	7,87	-0,08	0,41
		Praia de Suape	35	35	7,65	7,21	7,45	7,71	-0,44	0,26
		Praia de Muro Alto	35	35	7,22	7,04	7,35	7,49	-0,18	0,14
		Praia do Pontal do Cupe	35	35	7,79	7,05	7,94	7,99	-0,74	0,05
		Pontal dos Carneiros	35	35	7,15	7,05	7,93	7,95	-0,1	0,02
		Foz do Rio Mamucabas	35	35	7,28	6,94	7,34	7,43	-0,34	0,09
		Serrambi	35	35	7,79	7,14	7,79	7,98	-0,65	0,19
		Controle	35	35	8,36	7,09	7,32	8,44	-1,27	1,12

Anexo 5. Parâmetros físico-químicos do teste com *Nitocra* sp., exposto ao sedimento integral (Pernambuco).

Parâmetros físico-químicos

		PE	Salinidade (‰)		pH		OD (ppm)		variação pH	variação OD
			inicial	final	inicial	final	inicial	final		
Nitocra sp. - Sedimento integral	1ª campanha	Praia do Janga	18	20	7,87	6,60	6,32	6,00	-1,27	-0,32
		Praia do Paiva	19	21	7,52	6,47	6,09	5,78	-1,05	-0,31
		Praia de Suape	17	19	7,76	6,63	7,53	6,00	-1,13	-1,53
		Praia de Muro Alto	17	19	7,73	6,16	7,53	6,00	-1,57	-1,53
		Praia do Pontal do Cupe	18	20	7,78	6,57	8,09	7,60	-1,21	-0,49
		Pontal dos Carneiros	19	20	7,84	6,16	7,48	6,30	-1,68	-1,18
		Foz do Rio Mamucabas	18	20	7,79	7,05	7,37	6,50	-0,74	-0,87
		Serrambi	15	17	7,93	7,04	8,03	7,70	-0,89	-0,33
		Controle	17	18	7,92	7,49	7,89	7,63	-0,43	-0,26
	2ª campanha	Praia do Janga	18	19	7,18	7,05	7,22	7,07	-0,13	-0,15
		Praia do Paiva	18	19	7,36	6,80	7,12	7,04	-0,56	-0,08
		Praia de Suape	19	20	7,06	6,86	7,85	6,82	-0,20	-1,03
		Praia de Muro Alto	17	19	7,62	6,95	7,37	7,44	-0,67	0,07
		Praia do Pontal do Cupe	18	20	7,06	7,00	7,39	7,49	-0,06	0,10
		Pontal dos Carneiros	18	19	7,21	7,04	7,53	6,74	-0,17	-0,79
		Foz do Rio Mamucabas	18	20	7,26	7,20	7,01	7,41	-0,06	0,40
		Serrambi	19	20	7,08	6,81	7,51	6,84	-0,27	-0,67
		Controle	17	18	7,56	7,20	6,79	6,63	-0,36	-0,16

Anexo 6. Parâmetros físico-químicos do teste com *Nitocra sp*., exposto ao elutriato (Pernambuco).

Parâmetros físico-químicos

		PE	Salinidade (‰)		pH		OD (ppm)		variação pH	variação OD
			inicial	final	inicial	final	inicial	final		
Nitocra sp. - elutriato	1ª campanha	Praia do Janga	18	19	7,95	8,11	7,67	7,62	0,16	-0,05
		Praia do Paiva	18	20	7,87	7,89	7,22	7,06	0,02	-0,16
		Praia de Suape	19	19	7,59	7,84	7,34	7,01	0,25	-0,33
		Praia de Muro Alto	17	19	7,68	7,85	8,14	7,51	0,17	-0,63
		Praia do Pontal do Cupe	18	20	8,12	8,55	8,10	7,62	0,43	-0,48
		Pontal dos Carneiros	19	20	7,89	7,92	8,11	7,35	0,03	-0,76
		Foz do Rio Mamucabas	17	18	7,85	8,11	8,07	7,21	0,26	-0,86
		Serrambi	17	19	7,68	8,23	8,01	7,30	0,55	-0,71
		Controle	18	19	7,53	8,42	7,40	6,48	0,89	-0,92
	2ª campanha	Praia do Janga	18	20	6,95	7,39	7,43	7,23	0,44	-0,20
		Praia do Paiva	19	20	6,82	7,48	6,85	6,65	0,66	-0,20
		Praia de Suape	19	19	7,29	7,35	6,87	6,69	0,06	-0,18
		Praia de Muro Alto	17	20	7,43	7,92	7,44	7,24	0,49	-0,20
		Praia do Pontal do Cupe	17	20	6,85	7,80	7,96	7,81	0,95	-0,15
		Pontal dos Carneiros	17	19	6,87	7,51	7,95	7,78	0,64	-0,17
		Foz do Rio Mamucabas	18	19	6,44	7,29	7,82	7,52	0,85	-0,30
		Serrambi	18	20	7,44	7,78	7,84	7,73	0,34	-0,11
		Controle	17	19	7,70	7,76	7,29	7,20	0,06	-0,09

Anexo 7. Parâmetros físico-químicos do teste com *E. lucunter*, exposto ao elutriato (Pernambuco).

Parâmetros físico-químicos

		PE	Salinidade (‰)		pH		OD (ppm)		variação pH	variação OD
			inicial	final	inicial	final	inicial	final		
E. lucunter. - interface	1ª campanha	Praia do Janga	35	35	7,75	6,74	7,79	7,64	-1,01	-0,15
		Praia do Paiva	35	35	7,86	7,32	7,93	7,28	-0,54	-0,65
		Praia de Suape	35	35	7,25	7,20	7,91	7,28	-0,05	-0,63
		Praia de Muro Alto	35	35	7,71	7,14	7,66	7,24	-0,57	-0,42
		Praia do Pontal do Cupe	35	35	7,79	7,04	7,71	7,60	-0,75	-0,11
		Pontal dos Carneiros	35	35	7,93	6,68	7,93	7,58	-1,25	-0,35
		Foz do Rio Mamucabas	35	35	7,91	7,27	7,91	7,23	-0,64	-0,68
		Serrambi	35	35	7,94	7,30	7,75	6,80	-0,64	-0,95
		Controle	35	35	7,66	7,33	7,75	7,38	-0,33	-0,37
	2ª campanha	Praia do Janga	35	35	6,86	6,59	7,18	6,75	-0,27	-0,43
		Praia do Paiva	35	35	6,72	6,71	7,72	6,93	-0,01	-0,79
		Praia de Suape	35	35	7,50	6,35	7,56	7,22	-1,15	-0,34
		Praia de Muro Alto	35	35	7,35	7,20	7,45	7,07	-0,15	-0,38
		Praia do Pontal do Cupe	35	35	7,67	7,21	7,07	6,99	-0,46	-0,08
		Pontal dos Carneiros	35	35	7,55	6,51	7,38	6,51	-1,04	-0,87
		Foz do Rio Mamucabas	35	35	7,27	7,18	7,28	6,42	-0,09	-0,86
		Serrambi	35	35	7,40	6,99	7,25	7,00	-0,41	-0,25
		Controle	35	35	7,78	7,13	7,18	7,01	-0,65	-0,17

Anexo 8. Parâmetros físico-químicos do teste com *E. lucunter*, exposto no sistema interface sedimento-água (Pernambuco).

Parâmetros físico-químicos

		PE	Salinidade (‰)		pH		OD (ppm)		variação pH	variação OD
			inicial	final	inicial	final	inicial	final		
E. lucunter. - elutriato	1ª campanha	Praia do Janga	35	35	7,95	7,90	7,62	7,95	-0,05	0,33
		Praia do Paiva	35	35	7,87	7,89	7,06	7,89	0,02	0,83
		Praia de Suape	35	35	7,59	7,84	7,01	7,84	0,25	0,83
		Praia de Muro Alto	35	35	7,68	7,85	8,14	7,85	0,17	-0,29
		Praia do Pontal do Cupe	35	35	8,12	7,95	8,10	7,62	-0,17	-0,48
		Pontal dos Carneiros	35	35	7,89	7,85	8,11	7,35	-0,04	-0,76
		Foz do Rio Mamucabas	35	35	7,85	8,11	8,07	7,21	0,26	-0,86
		Serrambi	35	35	7,68	8,23	8,01	7,30	0,55	-0,71
		Controle	35	35	7,65	8,78	7,59	6,49	1,13	-1,10
	2ª campanha	Praia do Janga	35	35	7,44	7,78	7,40	6,87	0,34	-0,53
		Praia do Paiva	35	35	6,94	7,36	7,37	6,67	0,42	-0,70
		Praia de Suape	35	35	6,28	7,06	7,52	7,38	0,78	-0,14
		Praia de Muro Alto	35	35	6,45	7,26	6,81	6,35	0,81	-0,46
		Praia do Pontal do Cupe	35	35	6,99	7,08	7,52	6,62	0,09	-0,90
		Pontal dos Carneiros	35	35	7,15	7,44	6,81	6,31	0,29	-0,50
		Foz do Rio Mamucabas	35	35	6,92	7,70	7,18	6,67	0,78	-0,51
		Serrambi	35	35	6,85	7,89	7,68	7,02	1,04	-0,66
		Controle	35	35	6,87	7,27	7,06	7,35	0,40	0,29

Anexo 9. Parâmetros físico-químicos do teste com *T. viscana*, exposto ao sedimento integral (Bahia).

Parâmetros físico-químicos

	BA	Salinidade (‰)		pH		OD (ppm)		variação pH	variação OD
		inicial	final	inicial	final	inicial	final		
T. viscana - Sedimento integral	Canavieiras	35	35	8,47	8,49	6,47	4,16	0,02	-2,31
	Boipeba	35	35	8,28	8,47	6,38	4,11	0,19	-2,27
	Siribinha	35	35	8,29	8,24	6,18	3,19	-0,05	-2,99
	Baia de Todos os Santos	35	35	8,31	8,36	6,9	2,84	0,05	-4,06
	Controle	35	35	8,16	8,21	8,3	7,89	0,05	-0,41

Anexo 10. Parâmetros físico-químicos do teste com *Nitocra* sp., exposto ao sedimento integral e ao elutriato (Bahia).

Parâmetros físico-químicos

	BA	Salinidade (‰)		pH		OD (ppm)		variação pH	variação OD
		inicial	final	inicial	final	inicial	final		
Nitocra sp. - Sedimento	Canavieiras	18	19	7,36	6,65	6,9	4,6	-0,71	-2,3
	Boipeba	18	20	7,76	6,89	7,64	6,01	-0,87	-1,63
	Siribinha	19	19	7,22	6,82	6,94	4,67	-0,4	-2,27
	Baia de Todos os Santos	17	20	7,82	6,86	6,93	5,34	-0,96	-1,59
	Controle	17	20	7,36	6,28	7,59	5,29	-1,08	-2,3
Nitocra sp. - elutriato	Canavieiras	17	19	7,21	8,11	7,64	4,89	0,9	-2,75
	Boipeba	18	19	7,98	8,17	7,59	4,14	0,19	-3,45
	Siribinha	18	19	7,92	8,03	7,88	3,41	0,11	-4,47
	Baia de Todos os Santos	17	18	7,85	8,34	7,53	5,74	0,49	-1,79
	Controle	17	19	7,23	8,09	7,41	5,49	0,86	-1,92

Anexo 11. Parâmetros físico-químicos do teste com *E. lucunter*, exposto ao elutriato e no sistema interface sedimento-água (Bahia).

Parâmetros físico-químicos

	BA	Salinidade (‰)		pH		OD (ppm)		variação pH	variação OD
		inicial	final	inicial	final	inicial	final		
E. lucunter. - Elutriato	Canavieiras	35	35	7,24	6,74	7,24	6,75	-0,5	-0,49
	Boipeba	35	35	7,03	6,76	7,83	7,55	-0,27	-0,28
	Siribinha	35	35	7,5	7,44	7,14	6,99	-0,06	-0,15
	Baia de Todos os Santos	35	35	7,18	6,48	7,95	7,78	-0,7	-0,17
	Controle	35	35	7,24	7,17	7,03	6,93	-0,07	-0,1
E. lucunter. - Interface	Canavieiras	35	35	7,16	7,06	7,84	7,59	-0,1	-0,25
	Boipeba	35	35	7,11	7,06	7,24	7,01	-0,05	-0,23
	Siribinha	35	35	7,19	7,11	7,03	6,96	-0,08	-0,07
	Baia de Todos os Santos	35	35	7,84	7,44	7,5	7,46	-0,4	-0,04
	Controle	35	35	7,24	7,2	7,53	7,4	-0,04	-0,13