



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
DEPARTAMENTO DE OCEANOGRAPHIA**



BARBARA BARKOKÉBAS SILVA

**VARIAÇÃO ESPACIAL EM MESOESCALA DA TOXICIDADE DO SEDIMENTO NO
ESTUÁRIO DO RIO CAPIBARIBE, RECIFE – PERNAMBUCO.**

**RECIFE
2017**

BARBARA BARKOKÉBAS SILVA

**VARIAÇÃO ESPACIAL EM MESOESCALA DA TOXICIDADE DO SEDIMENTO NO
ESTUÁRIO DO RIO CAPIBARIBE, RECIFE – PERNAMBUCO.**

Monografia apresentada ao Departamento de Oceanografia da Universidade Federal de Pernambuco como pré-requisito para conclusão do curso de Bacharelado de Oceanografia

Orientadora: Profa. Dra. Lília Pereira de Souza Santos

Coorientadora: Msc. Cíntia Glasner Regis

RECIFE

2017

Catálogo na fonte

Bibliotecária: Rosineide Mesquita Gonçalves Luz / CRB4-1361 (BCTG)

S586v Silva, Barbara Barkokébas.

Variação espacial em mesoescala da toxicidade do sedimento no estuário do Rio Capibaribe, Recife – Pernambuco / Barbara Barkokébas Silva. – Recife, 2017.

79 f.: il., fig. tab.

Orientadora: Profa. Dra. Lília Pereira de Souza Santos.

Coorientadora: Msc. Cíntia Glasner Regis.

TCC (Graduação) – Universidade Federal de Pernambuco. CTG. Departamento de Oceanografia, 2017.

Inclui Referências, Apêndices e Anexos.

1. Oceanografia. 2. Estuário. 3. Capibaribe. 4. Ecotoxicologia. 5. Metais pesados. 6. *Tisbe biminiensis*. 7. Variação espacial. 8. Sedimento. I. Santos, Lília Pereira de Souza (Orientadora). II. Regis, Cíntia Glasner (coorientadora). III. Título.

551.46 CDD (22. Ed.)

UFPE/BCTG/2017- 273

BARBARA BARKOKÉBAS SILVA

**VARIAÇÃO ESPACIAL EM MESOESCALA DA TOXICIDADE DO SEDIMENTO NO
ESTUÁRIO DO RIO CAPIBARIBE, RECIFE – PERNAMBUCO.**

Monografia apresentada ao
Departamento de Oceanografia da
Universidade Federal de Pernambuco
como pré-requisito para conclusão do
curso de Bacharelado de Oceanografia.

Data da aprovação: **06 de julho de 2017.**

Nota: **8,8**

BANCA EXAMINADORA:

Profa. Dra. Lília Pereira de Souza Santos (orientadora)
Departamento de Oceanografia – UFPE

Dra. Beatriz Regina Brito de Oliveira Lavorante (titular)
Secretaria de Educação de Pernambuco

Prof. Dr. Gilvan Takeshi Yogui (titular)
Departamento de Oceanografia – UFPE

Profa. Dra. Mônica Ferreira Costa (suplente)
Departamento de Oceanografia – UFPE

Recife, julho de 2017.

Aos meus pais, Verônica e Adilson.
E às minhas avós, Maria Leão (*in memoriam*) e Maria José.

AGRADECIMENTOS

IXI! Tenho muito a agradecer...e a muita gente!

Primeiramente agradeço à Oxalá, todos os Orixás, Anjos e Santos que estiveram comigo nos momentos que eu precisei. Agradeço também ao universo que, de tantos motivos que tive e criei para desistir disso que eu AMO, a oceanografia, ele sempre me enviou outros motivos para que eu conseguisse seguir em frente. É, para os que não me conhecem, sou assim, acredito muito que nada acontece por acaso, em superstições e em destino. Não, Papai Noel não. Rs.

Agradeço ao grande amor da minha vida, Roberta Lima (Izibô), que esteve 24h perto de mim, em todos os momentos, bons e péssimos...e agradeço principalmente pelo momentos mais críticos em que ela aguentou e de mãos dadas me fez superar todos os medos e frustrações, desde 2012 até hoje e para sempre.

Agradeço a minha mãe, primeiramente por ter me mostrado o curso que estou agora me formando, em uma mesa de bar ao som de blues e uma garrafa de vinho, a nossa disposição. Agradeço por sempre estar do meu lado, me dar seu apoio até quando eu não merecia, por suas palavras de guerreira que é e de sempre me mostrar que eu era capaz...além de ter me feito neah? Sua princesinha te ama, Nega.

Agradeço ao meu pai, meu ponto fraco de todos os dias, por acreditar no meu potencial, mesmo que lá no fundo...de que eu serei uma ótima pesquisadora (já sou...modéstia), mas de renome. E espero que nunca pense diferente, pai, porque estarei sempre batalhando mais e mais. Por mais tardia que tenha sido minha formação, ela vai acontecer, ela está acontecendo e eu não pretendo desistir nunca mais. Agradeço pelo seu amor, carinho, “palavras de pai”, que às vezes me magoaram, mas que me fizeram repensar sobre minhas atitudes e também agradeço pelo apoio financeiro com que eu pude contar nesses anos de estudo. Te amo, meu pai.

Agradeço a minha avó Neném, que sei que ela está ansiosa comigo e me protegendo lá do céu, por ter sempre confiado nas minhas escolhas e brigar por mim quando necessário. Sinto saudades, vó, te amo. Agradeço à minha avó Zezé por sempre confiar e estar por dentro do que acontecia na minha vida emocional, acadêmica e profissional. Pelo amor, carinho e disponibilidade que sempre teve comigo. Te amo, vó. E à todos os meus irmãos e familiares, que confiaram e estiveram quando precisei.

Agradeço ao universo, novamente, pela energia das melhores amigas que uma pessoa poderia ter: verdadeiras e duradouras. Amigas que estão comigo desde a minha infância, desde o início do curso e desde vidas antepassadas, como Marina (Maguinha), desde o fundamental, que sempre esteve comigo e que me tem como exemplo de pessoa humilde, guerreira e que também acreditou que um dia, somente um dia...eu passaria em Física 2 e enfim me formaria! Agradeço à minha primeira amiga dentro da Oceanografia, que agora é atriz e cantora, Tainá Puentes (Xuxu) por suas palavras de conforto, de suas comédias e de sempre dizer: “Força na Peruca” pra que eu aguentasse todos os trancos que passei no curso. Agradeço a duas amigas de alma, coisa transcendental, inexplicavelmente explicável: Josiane Gomes (Josi) e Raissa Celina (Curica) por estarem sempre comigo, dispostas a tudo. Em especial à Josi, que foi peça fundamental para finalização dessa monografia. (Neste momento, choro.). Agradeço a mais três amigs dentro do curso, que são e serão meus amigs oceanógrafs parceiros de luta, Sayonara Raiza (Sayô), Mattweus Rocha (Matw) e Francis Lopes por aguentarem minha chatice crônica e meu humor nada engraçado. Agradeço as não mais oceanógrafas, mas as pessoinhas de luz que tenho na minha vida, Débora Cavalcanti (Debibebi), Mariana Machado (Mari) e Taianara, simplesmente por continuarem minhas amigas. Agradeço a todos os meus amigos da Oceanografia e espero que possamos nos esbarrar em congressos, revistas científicas e lattes.

Agradeço àqueles professores que um dia foram meus orientadores: Mônica Costa, Manuel Flores, Sigrid Neumman e Lília Souza-Santos. Agradeço ao prof. Manuel por ter me ensinado milhões de coisas e a mais importante delas (mas que ainda estou trabalhando nisso), é que apesar de querer abraçar o mundo, manter o foco é mais importante. Agradeço à profa. Sigrid (que juntamente com a titia Dilma Rousseff) por me darem a oportunidade de viajar pra Califórnia (EUA) e conhecer um MUNDO de pesquisas. Foi muito importante pro meu crescimento profissional. Não citei, mas gostaria de agradecer à profa. Luise por ser tão atenciosa e carinhosa comigo. E, a minha atual orientadora de três anos de colaboração, profa. Lília Santos, por me receber de braços abertos, confiar no meu trabalho e se dedicar a resolver, quando precisei, os meus problemas acadêmicos e pessoais. Um muito obrigada a vocês!

Um agradecimento bem especial à Xiomara García (Xio) por ter me apresentado a ecotoxicologia, ramo de pesquisa pelo qual me apaixonei de cara e que não pretendo largar nem tão fácil! Agradeço aos amigos que fiz e que aprendi

muito dentro dos laboratórios em que estagiei, Felipe, Keyla, Gilson, Thayse, Roberta, Deloar, Beatriz, Nirvana, Carol, Loh e em especial à Cíntia, minha co-orientadora por escolha, que me ensinou quase tudo que eu sei de toxicologia. Você foi e é muito importante na minha vida.

Agradeço aos demais professores de Oceano que me ensinaram MUITO e que estiveram comigo por muito tempo, e alguns até torcendo desesperadamente por mim...pra que eu, finalmente, me formasse. Agradeço a melhor pessoa e melhor secretário da VIDA, André, por estar sempre disponível e me ajudar em tudo que eu precisei. Agradeço também a todos os funcionários do DOCEAN.

Agradeço especialmente ao prof. Gilvan Yogui e sua equipe por ajudar nas análises granulométricas e a disponibilizar o ORGANOMAR. Agradeço ao pessoal da geologia do Docean, Luciana e Diego por me ajudarem nas análises sedimentológicas, nas minhas dúvidas na área, e em especial à Diego na confecção do meu mapinha mais lindo! Agradeço ao Felipe e prof. Manuel do LABOQUIM pela ajuda na análise de matéria orgânica.

Agradeço ao prof. Carlos Augusto Schettini por coordenar o projeto de pesquisa no qual meu trabalho se insere e apoio total nas coletas das amostras e ao pessoal do LAHICO (Laboratório de Hidrodinâmica Costeira) que foi comigo nelas: Rafa, Georgia e Zé.

Agradeço à FADE (projeto Petroquímica Suape), ao LACE (Laboratório de Cultivo e Ecotoxicologia) e ao CNPQ pelas bolsas de Iniciação Científica e demais apoios financeiros à pesquisa. Agradeço à UFPE pelas dependências físicas sem o qual, não teria conseguido realizar a pesquisa. Agradeço aos copépodos e microalgas (*in memoriam*) por contribuírem no bioensaio, mesmo que de forma dramática e espero que esse estudo sirva para um bem maior.

E por fim, obrigada a todos que fazem ou fizeram parte da minha vida, e a quem atribuo meu crescimento pessoal e profissional.

PS. Se você está lendo isso aqui é porque eu consegui, de fato, ir até o final, daquilo que eu mais amo: ser oceanógrafa. Então, espero que a partir de agora, as ondas e marés me levem pra onde eu devo ir e que eu seja muito feliz nesse caminho.

Confio em ti, lemanjá!

Babie Barkokébas Silva.

“(...) E assim eles me mostraram:
Passe dos limites da sua casa, da sua turma
Se comunique sem nenhum tipo de rótulo
Supere seus limites
Não se conforme com a informação
Busque, atreva, ultrapasse os muros impostos
Atravesse a linha do seu horizonte
Eleve seu espírito como um flash sem destino, em todas as direções
Supere seus limites de respiração, de força, de bicho
Como um macaco nu que luta incondicionalmente pela vida
Então, sinta mais
Abrace cada sentimento, seja ele qual for
Como se abraça a quem se ama
E quando precisar, chore
Onde estiver, chore
E um dia, dance...
Um dia dance do jeito que você quiser
Sem dúvida as pessoas que dançam com verdade
São pessoas muito mais felizes (...)”

A Carne dos Deuses – (BandaScambo)
Alexandre Abreu (Tosto), Graco Vieira e Eduardo Barros (Chapéu)

RESUMO

Estuários são sistemas aquáticos transicionais na interface continente-oceano onde ocorre grande sedimentação e retenção de poluentes provenientes das áreas de entorno. O presente estudo avaliou a variação da toxicidade dos sedimentos em uma escala espacial na ordem de centenas de metros numa área sob influência da zona de turbidez máxima e altamente contaminada do estuário do rio Capibaribe e sua relação com parâmetros físico-químicos e geológicos. Foi realizada uma coleta em abril de 2016 na baixa-mar, em uma área reta de 400 m (8°03'50,98"S;34°54'4,54"O) onde se estabeleceu 5 estações com distância de 100 m entre elas, cada uma com 3 pontos distribuídos, sentido montante-jusante, em margem direita (S), margem esquerda (H) e calha (F), totalizando 15 amostras de sedimento superficial. Foi coletado ainda material particulado em suspensão através de uma armadilha de sedimento. Para o bioensaio foram utilizados náuplios do copépodo epibentônico *Tisbe biminiensis*, analisando a sobrevivência e o desenvolvimento dos mesmos. Paralelamente ao bioensaio foi realizado um teste-referência com ZnSO₄ e para o controle toxicológico foi utilizado o sedimento do estuário do rio Paripe, PE. Matéria orgânica, granulometria e metais também foram determinados nos sedimentos. Os resultados ecotoxicológicos das amostras foram comparados ao controle para verificar suas toxicidades e entre estações e pontos de coleta. Foram encontradas toxicidade letal nas margens da estação 1 e subletal na calha de 3 estações. A variação dos parâmetros ecotoxicológicos foi maior entre os pontos (margens e calha) do que entre as estações. Sedimentos finos predominaram nas margens e grossos na calha. Foram detectados 23 metais e 3 ametais em todas as amostras. Ag, Cd, Cu, Hg, Mo, Pb e Zn apresentaram fator de contaminação moderado a alto. Ag, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb e Zn foram encontrados acima dos níveis internacionais de qualidade de sedimento principalmente nas margens. A análise de componentes principais (PCA) indicou que mortalidade, matéria orgânica, sedimentos de granulometria fina e metais estão relacionados positivamente. A inibição de desenvolvimento não se relacionou aos contaminantes analisados neste estudo. Conclui-se que o sedimento do estuário do rio Capibaribe apresenta significativa variação em mesoescala na toxicidade, indicando que estudos futuros devam considerar isso no planejamento amostral.

Palavras-chave: Estuário. Capibaribe. Ecotoxicologia. Metais pesados. *Tisbe biminiensis*. Variação espacial. Sedimento.

ABSTRACT

Estuaries are transitional aquatic systems at the land-sea interface with high sedimentation rate and pollutant retention from surrounding areas. The present study investigated mesoscale variation of sediment toxicity in a highly contaminated estuarine area near the maximum turbidity zone of the Capibaribe Estuary (PE, Brazil), and its relationships with physical-chemical and geological data. Surficial sediment was sampled every 100 m at low tide in April 2016 along 400 m stretch of the estuary (8°03'50.98"S, 34°54'4.54"O). Three sediment samples were collected from each site: right bank (S), left bank (H) and river channel (F), summing up 15 samples. Suspended particulate matter was also collected using a sediment-trap. The Bioassays used nauplii of the epibenthic copepod *Tisbe biminiensis*. Mortality and development rate were chosen as endpoints. Positive control with ZnSO₄ and negative control with non-contaminated sediment from Paripe Estuary (PE) were done. Organic matter, grain size and metals were also determined. Endpoints were compared to negative control and between sampling sites. Pearson correlation and principal component analysis (PCA) were used to correlate data. Lethal toxicity was found at both banks of site 1 and sub-lethal toxicity was found in the channel of 3 sites. Endpoints varied more transversally than longitudinally. Fine sediments were prevalent in the banks while coarse ones in the channel. Twenty three metals e three non-metals were detected in all samples. Ag, Cd, Cu, Hg, Mo, Pb and Zn exhibited moderate to high contamination factor. Concentrations of Ag, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb and Zn were above international sediment quality guidelines, especially in bank sediments. The PCA showed that mortality, organic matter, fine sediments and metals were positively correlated. Inhibition of copepod development was not related to metal contaminants. In conclusion, there was a significant mesoscale variability on sediment toxicity of the Capibaribe Estuary. Future studies must take this fact into consideration during sampling design.

Keywords: Estuary. Capibaribe. Ecotoxicology. Heavy metals. *Tisbe biminiensis*. Spatial variation. Sediment.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1	Representação da extensão bacia hidrográfica do rio Capibaribe e municípios que os corta.	23
Figura 2	Mapa de localização dos pontos de amostragem coletados no estuário do rio Capibaribe.	25
Figura 3	Equipamento para coleta de material particulado em suspensão. A) Equipamento antes de ser fixado no sedimento; B) Local de fixação; C) Momento em que o equipamento estava sendo fixado; D) Equipamento retirado do estuário após 24h; E) Material particulado em suspensão retirado do equipamento; F) Volume do material particulado em suspensão obtido após 24h..	26
Figura 4	Amostras de sedimentos acondicionados em seus respectivos frascos, dentro da caixa térmica.	27
Figura 5	Mapa de localização do estuário do rio Paripe – localizado na Ilha de Itamaracá, litoral Norte de Pernambuco, com seu ponto de coleta discriminado.	28
Figura 6	Margem da qual foi coletado o sedimento controle no estuário do rio Paripe em 19 de abril de 2016.	28
Figura 7	A) Recipientes-teste utilizados no bioensaio sendo rotulados; B) Sedimento acondicionados nos recipientes-teste; C) Recipiente-teste com fundo completamente preenchido por sedimento.....	29
Figura 8	Cultivo do copépodo epibentônico <i>Tisbe biminiensis</i> . A) Estante com cultivo dos organismos. B) Caixa com aeração.....	31
Figura 9	Esquema do sistema de coleta de prole.	32
Figura 10	Amostra do organismo-teste fixado e corado com Rosa de Bengala para diferenciar vivos, mortos e exúvias. Exemplo do náuplio corado (superior à escala) e do não corado (inferior à escala). A escala toda corresponde a 1 milímetro.	34
Figura 11	Fluxograma das principais etapas da análise de Granulometria. A) Lavagem do sedimento; B) Peneiramento úmido; C) Tratamento para os sedimentos menores que 0,063 mm; D) Tratamento para os sedimentos maiores que 0,063 mm..	36
Figura 12	Análise granulométrica pelo método de pipetagem – provetas com material e jogo de béqueres.....	38

Figura 13	Análise granulométrica pelo método de peneiramento – jogo de peneiras com o agitador eletromagnético.	39
Figura 14	Mapa com pontos de amostragem do presente estudo no estuário do rio Capibaribe representado nos ícones brancos e as fontes de esgoto doméstico representada pelos ícones vermelhos.....	42
Figura 15	Valores médios ($\pm$ DP) de percentual de sobrevivência de <i>Tisbe biminiensis</i> , no final do bioensaio, com as amostras dos estuários do rio Paripe (controle) e do rio Capibaribe em abril de 2016. Asteriscos em vermelho indicam diferença significativa das amostras com o controle ($p < 0,05$). Losango indica falta da amostra.	46
Figura 16	Valores médios ($\pm$ DP) de percentual de desenvolvimento dos náuplios de <i>Tisbe biminiensis</i> , no final do bioensaio, com as amostras dos estuários do rio Paripe (controle) e do rio Capibaribe em abril de 2016. Asteriscos vermelho indicam diferença significativa das amostras com o controle ($p < 0,05$). Losango indica falta da amostra.	47
Figura 17	Mapa dos pontos de amostragem do estuário do rio Capibaribe com as amostras que apresentam toxicidade letal (pontos em verde: S1 e H1), subletal (pontos em amarelo: F1, F3 e F4) e que não apresentaram toxicidade (pontos em branco).	48
Figura 18	Valores médios ($\pm$ DP) dos parâmetros de sobrevivência (Sobrev.) e desenvolvimento (Desenv.) das estações na área de estudo....	49
Figura 19	Mediana ($\pm$ DP) de sobrevivência (Sobrev.) e desenvolvimento (Desenv.) dos náuplios de <i>Tisbe biminiensis</i> nas margens S e H e na calha F no estuário do Capibaribe. As letras indicam o grupo A obteve uma diferença significativa com o grupo B ($p < 0,05$), sendo o grupo B o mais tóxico	49
Figura 20	Valores médios ($\pm$ DP) de percentual de sobrevivência e de desenvolvimento dos náuplios de <i>Tisbe biminiensis</i> nos testes de sedimentos coletados no estuário do rio Capibaribe em função da proximidade das amostras com as fontes de esgotos domésticos.	50
Figura 21	Teor de matéria orgânica (%MO) obtida dos sedimentos do estuário do rio Paripe (controle); do material particulado em suspensão (MS) e dos sedimentos do estuário do rio Capibaribe. Losangos indicam que não há resultados para as amostras indicadas.	51
Figura 22	Valores de porcentagem (%) do tamanho de grãos (grossos e finos) nas amostras. Losangos indicam que não houve análise nos pontos.....	52

Figura 23	Resultado da análise de componentes principais (PCA) com 65% de explicabilidade em PC1 e 15% de explicabilidade de variância em PC2	59
Figura 24	Análise de componentes principais (PCA) com explicabilidade dos dados de 65% em PC1 e 15% em PC2. Os pontos de amostragem estão distribuídos em 3 grupos. Os pontos em vermelho indicam as amostras que apresentaram toxicidade letal, os pontos em verdes as amostras que apresentaram toxicidade subletal e os pontos em preto são as demais amostras que não apresentaram toxicidade.	60

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	Comparação entre as unidades do tamanho dos grãos, utilizadas na metodologia de Peneiramento.	39
Tabela 2	Classificação de teor de contaminação (SATAPATHY <i>et al.</i> , 2015).	41
Tabela 3	Classificação do grau de seleção dos grãos (Folk & Ward, 1957).	43
Tabela 4	Classificação da assimetria na distribuição de tamanho dos grãos (Folk & Ward, 1957)	44
Tabela 5	Classificação do grau de achatamento na distribuição de tamanho dos grãos (curtose) (Folk & Ward, 1957).	44
Tabela 6	Porcentagem de cascalho, areia, silte, argila e em seguida, o somatório da fração grossa e fina das amostras.	53
Tabela 7	Análise das características dos grãos pelo programa Sysgran nas amostras	54
Tabela 8	Resultado do cálculo do fator de contaminação (FC) para os metais e ametais cujos fatores foram acima de 1 nas amostras.	55
Tabela 9	Variação da concentração dos metais e as amostras nas quais eles foram encontrados em tais concentrações.	56
Tabela 10	Valores de concentração ($\mu\text{g.g}^{-1}$) de 9 metais obtidos nas amostras do estuário do Capibaribe comparadas com os limites de Macdonald <i>et al.</i> (1996) e pela Resolução CONAMA nº454/2012. Média e desvio encontradas na área de estudo.	57
Tabela 11	Correlação de Pearson das propriedades sedimentológicas comparadas com os parâmetros ecotoxicológicos.	58
Tabela 12	Coeficientes de correlação da análise de componentes principais (PCA) com os parâmetros toxicológicos, matéria orgânica (MO), metais (cujo fator de contaminação foi acima de 1 e frações granulométricas do sedimento coletado do estuário do rio Capibaribe... ..	59

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

APAC – Agência Pernambucana de Águas e Clima.

CONAMA – Conselho Nacional do Meio Ambiente

IBGE – Instituto Brasileiro de Geografia e Estatística

ICP-MS - Espectrometria de massa por plasma indutivamente acoplado

SIRH – Sistema Integrado de Recursos Hídricos e Energéticos

PEL - *Probable effects levels* ou nível de efeitos prováveis à biota

TEL – *Threshold effect levels* ou nível de efeitos limiares à biota

USEPA – *United States Environmental Protection Agency*

LISTA DE SÍMBOLOS

Ag - Prata
Al - Alumínio
As - Arsênio
Ba - Bário
Ca - Cálcio
Cd - Cádmio
Cr - Cromo
Cu - Cobre
Fe - Ferro
Hg - Mercúrio
K - Potássio
Mg - Magnésio
Mn - Manganês
Mo - Molibidênio
Na - Sódio
Ni - Níquel
P - Fósforo
Pb - Chumbo
Se - Selênio
Sr - Estrôncio
Ti - Titânio
V - Vanádio
W - Tungstênio
Zn - Zinco
Zr - Zircônio

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	19
2	OBJETIVOS	22
2.1	OBJETIVO GERAL	22
2.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS	22
3	MATERIAIS E MÉTODOS	23
3.1	CARACTERIZAÇÃO DA ÁREA DE ESTUDO	23
3.2	PROCEDIMENTOS DE CAMPO	24
3.2.1	Coleta de sedimento no estuário do rio Capibaribe	24
3.2.2	Coleta de sedimento controle no estuário do rio Paripe	27
3.3	PROCEDIMENTOS DE LABORATÓRIO PARA BIOENSAIO	29
3.3.1	Preparo de sedimento para bioensaio	29
3.3.2	Cultivo e preparo dos organismos-teste	30
3.3.3	Teste ecotoxicológico	31
3.3.4	Teste-referência do bioensaio	34
3.4	PROCEDIMENTOS DE LABORATÓRIO PARA ANÁLISE DOS PARÂMETROS SEDIMENTOLÓGICOS E METAIS	35
3.4.1	Matéria orgânica	35
3.4.2	Granulometria	36
3.4.2.1	Descrição das principais etapas	37
3.4.3	Metais	40
3.4.4	Indicação de fontes poluidoras na área estudada	41
3.5	TRATAMENTO DOS DADOS	42
3.5.1	Teste ecotoxicológico	42
3.5.2	Granulometria	43
3.5.3	Metais	44
3.5.4	Correlações estatísticas	45
3.5.4.1	Correlação de Pearson	45
3.5.4.2	Análise de componentes principais (PCA)	45
4	RESULTADOS	46
4.1	DADOS TOXICOLÓGICOS	46
4.2	PARÂMETROS SEDIMENTOLÓGICOS	50
4.2.1	Matéria orgânica	50

4.2.2	Granulometria	51
4.2.3	Metais	55
4.3	CORRELAÇÕES ESTATÍSTICAS	58
4.3.1	Correlação de Pearson	58
4.3.2	Análise de componentes principais (PCA)	58
5	DISCUSSÃO	61
6	CONCLUSÕES	65
	REFERÊNCIAS	66
	APÊNDICES	72
	ANEXOS	78

1 INTRODUÇÃO

Estuários são sistemas aquáticos transicionais na interface continente-oceano, nos quais, do ponto de vista físico, ocorrem gradientes de densidade, de salinidade, no padrão de circulação e nos processos de mistura, sendo eles condicionados pelas fronteiras laterais do sistema. A existência da ligação permanente com o mar permite a propagação de marés e consequente entrada de água salgada. A água do mar, por sua vez é diluída pela água doce proveniente da respectiva bacia de drenagem e essa mistura provoca um gradiente que torna-se responsável pelas características químicas e bióticas típicas dos estuários (SILVA, 2000).

Devido a sua localização estratégica, os grandes centros urbanos foram construídos em volta desses sistemas aquáticos. Estes foram utilizados para transporte de mercadorias, para captação de água e alimento, para extração de minerais e como finalizadores de rejeitos sólidos e líquidos. O acúmulo de rejeitos causa a contaminação destes ambientes, gerando preocupação de órgãos de controle ambiental e esforços científicos para solução dos problemas da toxicidade proveniente desta contaminação acumulada ao longo dos anos. Esta toxicidade acaba por afetar tanto os organismos aquáticos até os que dependem destes como os seres humanos (MAY *et al.*, 2000).

Historicamente, existia o mito de que esses corpos hídricos eram sumidouros de materiais originados do intemperismo, lixiviação dos solos e, principalmente, dos rejeitos humanos. A incapacidade dos estuários de conseguirem, por muito tempo, transferir a maior parte desses materiais para o oceano fez com o que esses se tornassem saturados ou supersaturados nos dias atuais (ESKINAZI-LESSA *et al.*, 2004). Atualmente, apesar de estarem classificados entre os ambientes mais valiosos ambientalmente, por serem berçários para uma gama de organismos aquáticos, e economicamente (MAY *et al.*, 2000), os estuários tornaram-se também um dos ecossistemas mais sensíveis do planeta (MALLMANN *et al.*, 2011).

Por serem formações costeiras, neles ocorre uma sedimentação de grandes quantidades de material fino (BIRD, 2000; OLIVEIRA T.S. *et al.*, 2014; SCHETTINI *et al.*, 2016). Esta sedimentação é influenciada por fatores físicos de baixa energia e por químicos como floculação (POSTMA, 1967). Esses e outros fatores físico-

químicos são os responsáveis por controlar a mobilidade e distribuição desses materiais e das substâncias que são neles adsorvidas.

O acúmulo de materiais finos em estuários está totalmente relacionado com a retenção de poluentes encontrados nesses ambientes. Os sedimentos mais finos em suspensão tem maior capacidade de interagir com outras partículas devido a sua superfície altamente reativa, explicada pela dupla camada eletroquímica (STUMM & MORGAN, 1981). Ocorre que à medida que as partículas em suspensão provenientes de águas doces encontram-se com águas salinas, elas aumentam sua carga eletromagnética e, conseqüentemente, aumentam os processos de adsorção de poluentes e sua precipitação para os compartimentos do fundo dos estuários (BATPISTA-NETO *et al.*, 2008). Essa precipitação acaba por ser o fator mais preocupante, pois, por exemplo, um metal adsorvido no sedimento de fundo dá a garantia de persistência da contaminação do mesmo durante períodos muito prolongados (BERNARD, 1997).

O rio Capibaribe, local de estudo do presente trabalho, nasce no interior do estado de Pernambuco, possui 253,5 km até a sua foz, e uma área de 7.500 Km² correspondente a sua bacia hidrográfica (CPRH, 2013). Esse rio atravessa 42 municípios até chegar na capital do estado, Recife, formando um estuário de 25 km em cuja desembocadura encontra-se o Porto do Recife (SCHETTINI *et al.*, 2016). Esse estuário, por sua vez, recebe vários efluentes urbanos e industriais que se somam aos da área rural, sendo que muitos destes efluentes não recebem tratamento (NÓBREGA, 2011). O Capibaribe se comporta como um retentor natural de sedimentos de grande vulnerabilidade ambiental, principalmente pelos aportes constantes desses efluentes domésticos e industriais (OLIVEIRA T.S. *et al.*, 2014).

Apesar da frequente descarga de efluentes industriais e domésticos que contribuem para a degradação ambiental do estuário do rio Capibaribe, as correntes de marés favorecem a renovação dos parâmetros químicos e biológicos, propiciando a este estuário um grande poder de autodepuração (TRAVASSOS, 1991; TRAVASSOS *et al.*, 1991/93). Porém, uma das conseqüências dessa circulação estuarina é que na zona limite de intrusão salina do estuário ocorre uma zona de convergência horizontal na camada de fundo denominada de Zona Nula: à montante desta zona a corrente residual é para jusante e à jusante desta zona a corrente é para montante (SCHETTINI *et al.*, 2016). E, por conservação de volume, há uma corrente vertical em direção à superfície. Os efeitos desta zona de convergência no

fluxo de materiais particulados através do estuário é o que produz a Zona de Turbidez Máxima – ZTM. Além do efeito da convergência, outro processo importante na formação da ZTM é a mudança do comportamento do material particulado em suspensão (MPS) (SCHETTINI *et al.*, 2016).

A zona de turbidez máxima é uma característica comum em alguns estuários (POSTMA, 1967) e sua presença implica na concentração e suspensão de material particulado – o que por sua vez, afeta toda a dinâmica química, física, biológica e geológica desse ambiente. A presença da ZTM no estuário do rio Capibaribe vem sendo monitorada por Schettini *et al.* (2016) e devido a importância dessa zona na dinâmica dos poluentes que ocorrem adsorvidos a sedimentos, principalmente argilosos, é necessário que ocorra paralelamente, uma avaliação da toxicidade ambiental relacionada ao comportamento dessa ZTM.

Alguns estudos ecotoxicológicos realizados no Capibaribe e em suas áreas adjacentes já reportaram a presença de ecotoxicidade aliada a presença de vários contaminantes nos sedimentos. Oliveira D.D. *et al* (2014) reportaram toxicidade letal e subletal do sedimento às fêmeas do copépodo *Tisbe biminiensis* na Bacia do Pina provavelmente relacionada à presença de Cr e Zn. Maciel *et al.* (2015) reportaram toxicidade no sedimento usando fêmeas do copépodo *T. biminiensis* na Bacia do Pina e relacionaram esta à presença de hidrocarbonetos de petróleo dissolvidos (HAPDD's). Regis (2016) avaliou em macroescala (Km) a ecotoxicidade de toda área estuarina do rio Capibaribe usando os náuplios do copépodo *T. biminiensis* e determinou altos níveis de toxicidade e contaminação por metais e alguns compostos orgânicos persistentes (POP's). MOURA (2016) estudando os compostos orgânicos persistentes (POP'S) indicou concentrações acima do limite recomendado pela Resolução CONAMA nº454/2012. Outros estudos sobre fator de enriquecimento de alguns metais, indicaram aportes antrópicos consideráveis no estuário (MORAES, 2009; XAVIER, 2017).

Desta forma, o presente estudo tem sua originalidade baseada na escala espacial investigada e pretende avaliar a variação da toxicidade dos sedimentos numa área sob influência da ZTM altamente contaminada no estuário do rio Capibaribe (REGIS, 2016) e sua relação com alguns parâmetros físico-químicos e geológicos.

2 OBJETIVOS

2.1. Objetivo geral

Avaliar a variabilidade espacial em mesoescala da qualidade ecotoxicológica do sedimento do estuário do rio Capibaribe utilizando os náuplios do copépodo epibentônico marinho *Tisbe biminiensis* e sua relação com os parâmetros físicos, químicos e geológicos do sedimento.

2.2. Objetivos específicos

- Determinar a variação da toxicidade letal e subletal presente na área de estudo do estuário do rio Capibaribe;
- Comparar espacialmente os parâmetros de toxicidade, avaliando a variabilidade de poluição do sedimento entre as margens e a calha do estuário;
- Avaliar a toxicidade do material particulado em suspensão na zona de turbidez máxima;
- Analisar parâmetros sedimentológicos no estuário, tais como: teores de matéria orgânica e granulometria;
- Determinar a concentração de metais no sedimento das margens e da calha do estuário;
- Investigar possíveis correlações dos parâmetros ecotoxicológicos com os parâmetros sedimentológicos e as concentrações de metais.

3 MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. CARACTERIZAÇÃO DA ÁREA DE ESTUDO

O rio Capibaribe nasce na Serra do Jacarará no município de Poção no estado de Pernambuco, possui uma extensão de 253,5 km até a sua foz, e uma área de 7.500 Km² correspondente a sua bacia hidrográfica (**Figura 1**) (CPRH, 2013). O rio Capibaribe ao atravessar a planície costeira, onde está edificada a cidade do Recife, forma um estuário de 25 Km em cuja desembocadura encontra-se o Porto do Recife (SCHETTINI *et al.*, 2016). O sistema estuarino formado é composto pela confluência dos rios Capibaribe, Pina, Tejiptió, Jordão, sendo separado do oceano por um dique de arenito (SANTOS *et al.*, 2009). Estes rios atravessam zonas urbanas e industriais, recebendo uma elevada carga de efluentes, a maior parte sem tratamento, comprometendo a qualidade da água e seu estado trófico (BIONE *et al.*, 2009; NÓBREGA, 2011; OLIVEIRA T.S. *et al.*, 2014).

Figura 1. Representação da extensão da bacia hidrográfica do rio Capibaribe e municípios que os corta. *Fonte: APAC, SIRH.*



O estuário do rio Capibaribe tem cerca de 25 Km e é bastante dinâmico, com a circulação determinada, principalmente, pelo regime de marés semidiurnas e o influxo de água modulado sazonalmente, variando entre $0,50 \text{ m.s}^{-1}$ e $0,80 \text{ m.s}^{-1}$ em marés de quadratura e sizígia, respectivamente (MONTEIRO *et al.*, 2011; SCHETTINI *et al.*, 2016). Possui uma profundidade de 4 a 9 metros (OLIVEIRA, T.S. *et al.*, 2014) e é considerado um estuário pouco profundo e parcialmente misturado (MONTEIRO *et al.*, 2011). O clima da região é do tipo As', tropical quente-úmido de acordo com a classificação de Köppen, com dois períodos pluviométricos distintos, uma estação seca (setembro a fevereiro) e uma estação chuvosa (março a agosto) (FEITOSA *et al.*, 1999).

Segundo Schettini *et al.* (2016) o estuário do rio Capibaribe possui a presença de uma zona de turbidez máxima (ZTM), que é caracterizada como um trecho do estuário no limite da intrusão salina onde a concentração do material particulado em suspensão (MPS) é maior do que a observada na porção do alto estuário (água doce) e do baixo estuário (água marinha) (**Anexo 1**).

3.2. PROCEDIMENTOS DE CAMPO

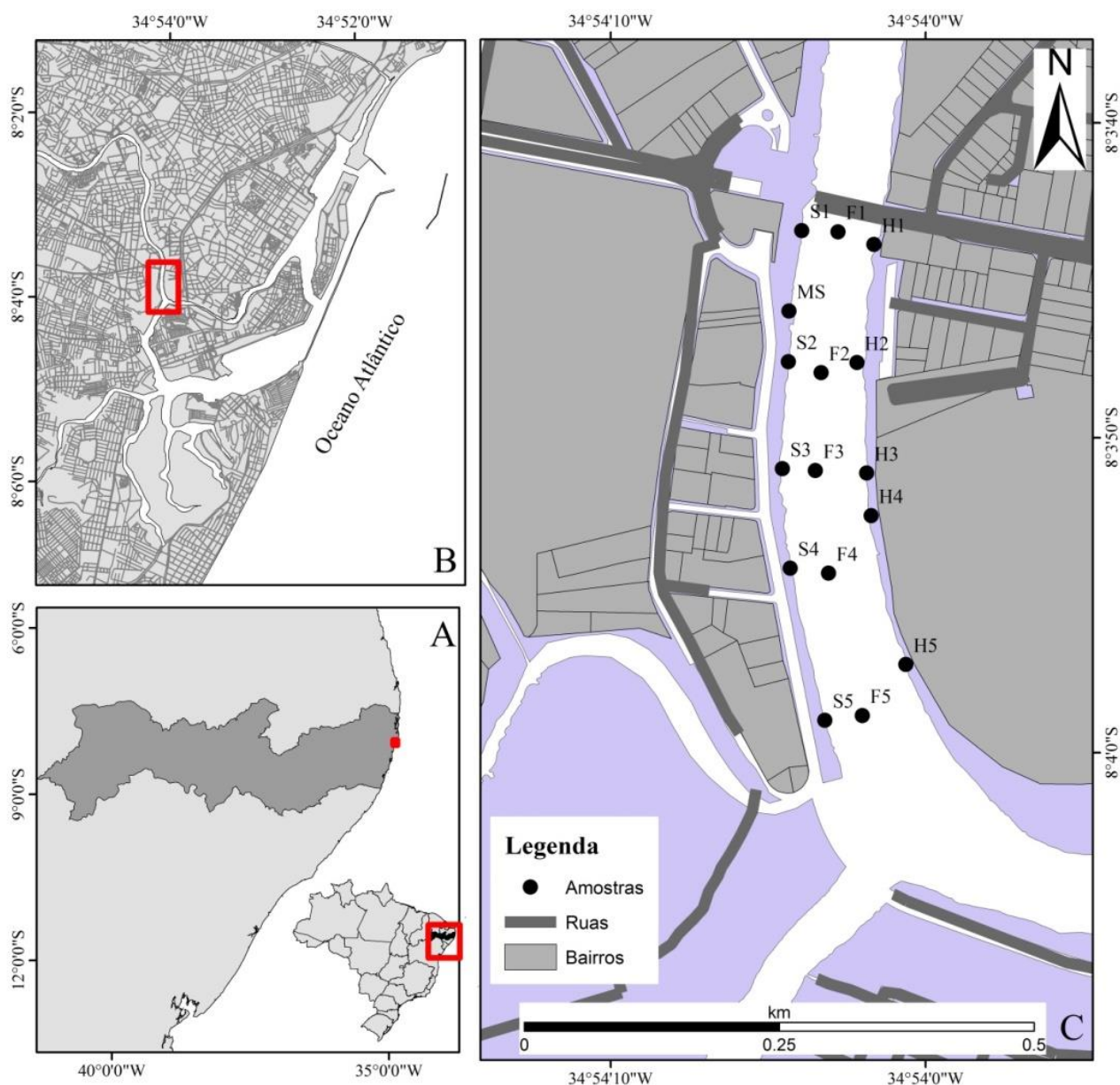
3.2.1 Coleta de sedimento no estuário do rio Capibaribe

Para realização deste trabalho foram coletadas amostras de sedimento em um trecho da ZTM do estuário do rio Capibaribe, durante a baixa-mar em abril de 2016 (período chuvoso), entre as coordenadas $08^{\circ}3'43.42''\text{S}/34^{\circ}54'3.92''\text{O}$ e $08^{\circ}3'57.20''\text{S}/34^{\circ}54'0.62''\text{O}$, abrangendo uma distância em linha reta de 400 m do estuário. As coordenadas de todos os pontos encontram-se no **Apêndice A**.

Dentro desse limite foram determinadas 5 estações com distância aproximada de 100 m entre elas, com 3 pontos de coleta em cada estação, distribuídos, sentido montante-jusante, em margem direita (denominado S), margem esquerda (denominado H) e um ponto intermediário, na calha, (denominado F), totalizando assim 15 amostras de sedimento. A denominação dos pontos foi dada levando em consideração locais conhecidos da região, como o S da margem direita por ser a margem do Clube Sport do Recife, o H da margem esquerda por ser a margem da

área hospitalar e o F da calha, como ponto de fundo coletado. O equipamento utilizado para coleta do material particulado em suspensão (MS) foi posicionado próximo ao ponto S2 (**Figura 2**).

Figura 2. Mapa de localização dos pontos de amostragem coletados no estuário do rio Capibaribe. *Fonte: Arcgis (versão 10.3) e autora.*



A coleta foi realizada através de um barco a motor. As amostras de sedimento foram coletadas na camada superficial (~3 cm) das margens com o auxílio de uma

colher de aço inoxidável. O sedimento da calha foi coletado com um amostrador de fundo do tipo Van-Veen. Não houve coleta de sedimento do ponto F5 por perda do equipamento.

Foi confeccionado um equipamento do tipo “*sediment-trap*” ou armadilha de sedimento para coleta de uma amostra do material particulado em suspensão. Este equipamento foi mantido por 24h, sendo posicionado submerso durante a baixa-mar de forma a permanecer nesta condição durante todo o ciclo de maré. A **Figura 3** apresenta as etapas seguidas desde a fixação do amostrador até a retirada do mesmo após 24h.

Figura 3. Equipamento para coleta de material particulado em suspensão. A) Equipamento antes de ser fixado no sedimento; B) Local de fixação; C) Momento em que o equipamento estava sendo fixado; D) Equipamento retirado do estuário após 24h; E) Material particulado em suspensão retirado do equipamento; F) Volume do material particulado em suspensão obtido após 24h. Fonte: Autora.



As amostras de sedimento foram acondicionadas em frascos de vidro de boca larga, previamente descontaminados com sabão neutro (por 24h) e ácido clorídrico

(HCl a 10%, por 24h) e o material particulado em suspensão foi acondicionado em sacola plástica descartável. Ambas foram refrigeradas em caixa térmica (**Figura 4**) até chegada ao laboratório, onde foram tratadas imediatamente.

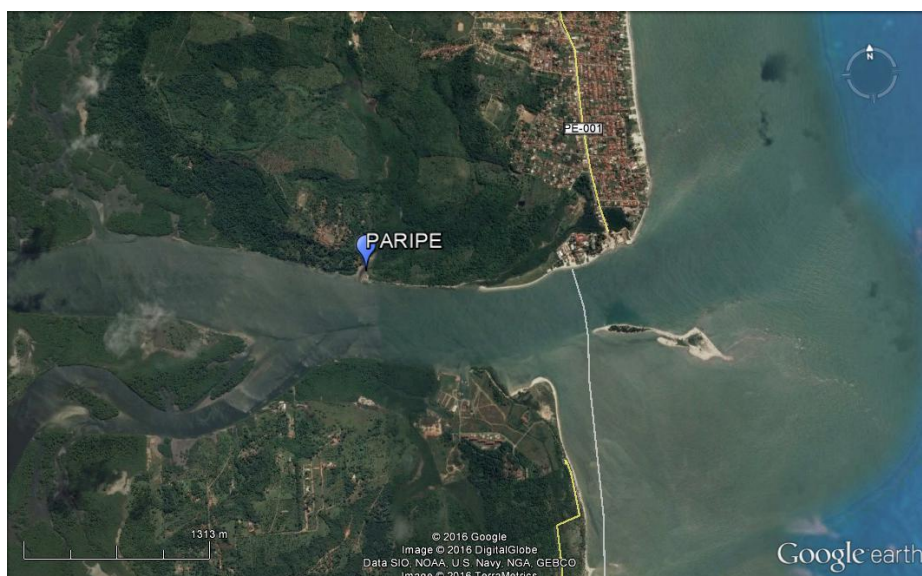
Figura 4. Amostras de sedimentos acondicionadas em seus respectivos frascos, dentro da caixa térmica. Fonte: Autora.



3.2.2 Coleta do sedimento controle no estuário do rio Paripe

A coleta do sedimento controle (controle negativo) foi realizada em abril de 2016 durante a baixa-mar, no estuário do rio Paripe, localizado na ilha de Itamaracá, litoral Norte de Pernambuco (7°48'40.39"S e 34°51'22.13"O) (**Figura 5**).

Figura 5. Mapa de localização do ponto de coleta do sedimento controle no estuário do rio Paripe – localizado na Ilha de Itamaracá, litoral Norte de Pernambuco. *Fonte: Google Earth.*



O sedimento foi coletado na margem mais lamosa do estuário (margem esquerda, sentido montante-jusante) (**Figura 6**), com o auxílio de uma colher de aço inoxidável, conservado em um recipiente de vidro previamente descontaminado com sabão neutro (por 24h) e ácido clorídrico (HCl a 10%, por 24h) e mantido sob refrigeração até a chegada ao laboratório. A amostra controle foi submetida aos mesmos tratamentos das amostras do estuário do Capibaribe.

Figura 6. Margem da qual foi coletado o sedimento controle no estuário do rio Paripe em 19 de abril de 2016. *Fonte: Autora.*



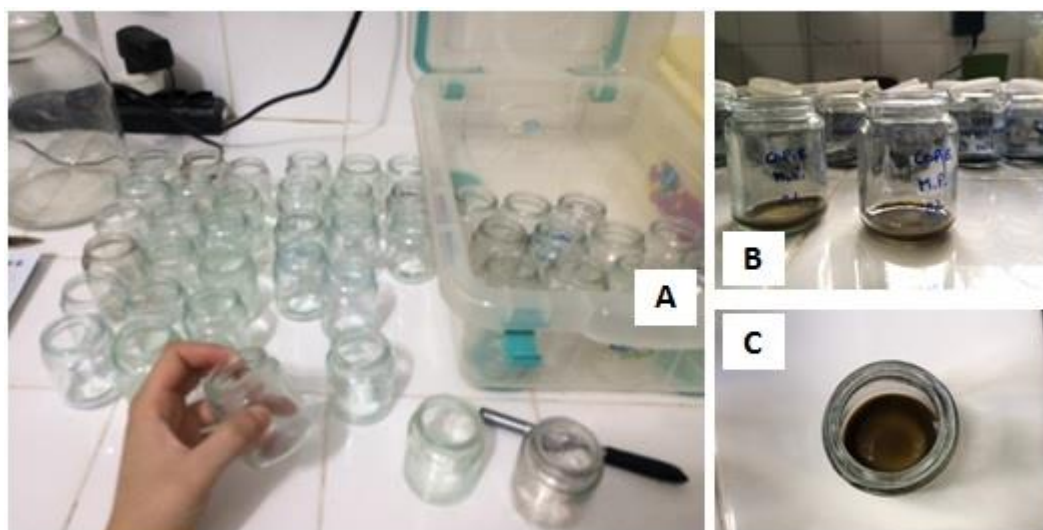
3.3. PROCEDIMENTOS DE LABORATÓRIO PARA BIOENSAIO

Todos os tratamentos e o bioensaio foram realizados no LACE – Laboratório de Cultivo e Ecotoxicologia pertencente ao Departamento de Oceanografia da UFPE.

3.3.1 Preparo do sedimento para bioensaio

Em laboratório, as amostras de sedimento lamoso e o material particulado em suspensão foram peneiradas em malha de 64 μm , para a remoção de detritos e da fauna associada. Após peneiramento, uma alíquota de, aproximadamente, ± 2 g de sedimento foi pesada em balança analítica para cada amostra e em seguida, foram acondicionadas nos recipientes-teste, deixando o fundo da vidraria completamente preenchido de sedimento. Esses recipientes possuem as seguintes medidas: volume de 40 ml com altura de 5 cm e diâmetro de 4.5 cm (**Figura 7**).

Figura 7. A) Recipientes-teste utilizados no bioensaio sendo rotulados; B) Sedimentos acondicionados nos recipientes-teste; C) Recipiente-teste com fundo completamente preenchido por sedimento. *Fonte: Autora.*



As amostras de sedimento arenoso foram mantidas no refrigerador por 24 horas para eliminação da fauna associada. Após as 24 horas, elas foram submetidas

ao mesmo procedimento de pesagem e acondicionamento nos recipientes-teste. A eliminação de detritos maiores foi realizada com o auxílio de uma pinça de aço inoxidável. Foram realizadas 3 sub-réplicas por amostras do estuário do Capibaribe e 4 sub-réplicas por amostras do sedimento controle.

3.3.2 Cultivo e preparo dos organismos-teste

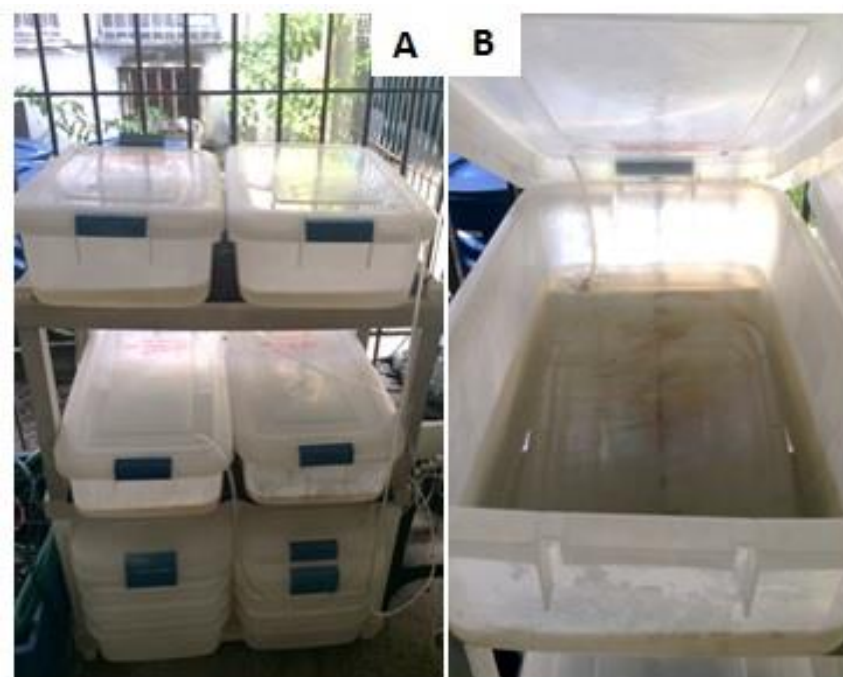
A microalga utilizada nos testes para alimentar os copépodos foi a diatomácea *Chaetocerus muelleri* LEMMERMANN, 1898. Esta vem sendo cultivada no LACE em meio F/2 Guillard, preparado com solução de silicato, solução de meio F/2, vitaminas (B12, tiamina e B6) e solução tampão Tris (pH 7,8) e todos (exceção das vitaminas) foram processados na autoclave para esterilização (por 15 minutos à pressão de 1 atm). As vitaminas foram esterilizadas por filtração em filtro estéril descartável de 0,2 µm.

As microalgas foram expostas em uma prateleira adaptada com uma estrutura de lâmpadas fluorescentes conectadas a um temporizador regulando o ciclo de 12h:12h (claro-escuro). Elas ficaram submetidas a uma temperatura de 28°C ($\pm 2^\circ\text{C}$) e todo material utilizado tanto no preparo dos reagentes, do meio de cultura e de armazenamento foram descontaminados em molho com sabão neutro por 24 horas, ácido clorídrico (HCl a 10%) por 24h e por fim autoclavados por 15 minutos à pressão de 1 atm.

O copépodo harpacticóide *Tisbe biminiensis* (VOLKMAN-ROCCO, 1973) vem sendo cultivado desde 1998 no LACE e desde 2003, esta espécie vem sendo empregada com sucesso na avaliação da toxicidade de sedimentos (ARAÚJO-CASTRO *et al.*, 2009). Os organismos foram cultivados em temperatura ambiente, em caixas plásticas transparentes retangulares de quinas arredondadas, com 32 cm de largura, 47 cm de comprimento e 14,5 cm de altura, resultando em uma superfície de 0,15 m² (RIBEIRO, 2011) (**Figura 8**), preenchidos com 5 litros de água do mar (35 ± 1 de salinidade). Esta água do mar foi coletada na praia de Tamandaré (litoral sul de Pernambuco) e passou por um tratamento de filtragem simples, cloração e descloração antes de serem adicionadas nas caixas. A água é aerada constantemente através de pedras porosas conectadas a motor de aeração. Estes

copépodos foram alimentados com microalgas *Chaetocerus muelleri* e ração INVE[®] para peixes marinhos. As trocas totais de água e alimento foram realizadas de 1 a 2 vezes por semana.

Figura 8. Cultivo do copépodo epibentônico *Tisbe biminiensis*. A) Estante com cultivo dos organismos. B) Caixa com aeração. *Fonte: Autora.*



3.3.3 Teste-ecotoxicológico

A metodologia utilizada para o presente bioensaio foi desenvolvida por Lavorante *et al.* (2013), Souza-Santos *et al.* (2015), e modificada por Regis (2016). Regis (2016) comparou o uso dos náuplios e fêmeas ovígeras do copépodo marinho epibentônico *Tisbe biminiensis* concluindo que a forma larval do copépodo é mais sensível à poluição que a forma adulta na mesma área de estudo.

Parâmetros físico-químicos de salinidade, pH e concentração de oxigênio foram aferidos no início e término do teste, a fim de manter um controle laboratorial sobre essas variáveis que poderiam alterar os resultados para falso positivos ou falso negativos.

Suspensão algal

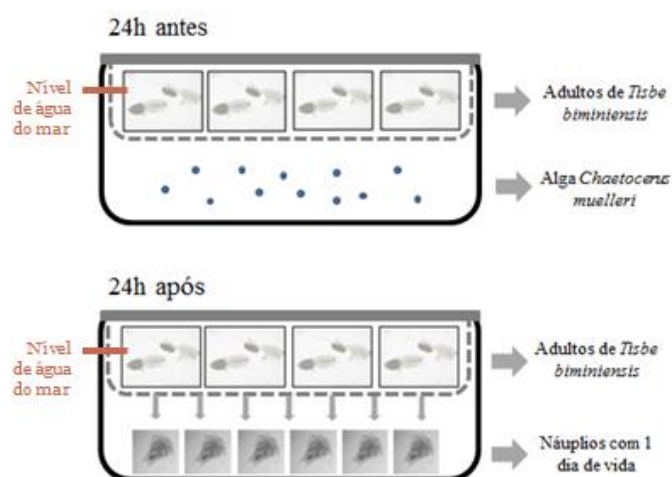
Para o bioensaio, foi realizada a contagem, em câmara de Neubauer sob microscópio, da concentração de células da diatomácea *Chaetocerus muelleri*. A solução algal com concentração de $2,5 \times 10^5$ células.mL⁻¹ foi preparada com a mesma água do mar utilizada no cultivo dos copépodos.

Uma alíquota de 20 mL da suspensão algal foi adicionada nos recipientes-teste contendo as amostras de sedimento. Em seguida, foram conduzidas para aclimação em uma estufa incubadora sob as condições de $28 \pm 2^\circ\text{C}$ e fotoperíodo 12h:12h (claro-escuro) por 24 horas.

Obtenção dos náuplios

Para obtenção dos náuplios, o método consistiu em duas etapas: a primeira realizada 24 horas antes da realização do bioensaio que consiste na preparação de um sistema de produção de náuplios para captura da prole (**Figura 9**). Nesse sistema foi utilizada uma caixa de plástico de capacidade de 4 L, preenchida com, aproximadamente, ± 2 L de água do mar a 36 de salinidade e mantida com aeração, no qual foi utilizada uma malha de 120 μm para separar o sistema em 2 compartimentos. No compartimento inferior foram adicionadas as diatomáceas *Chaetocerus muelleri* e no compartimento superior foram adicionados adultos do copépodo *Tisbe biminiensis*.

Figura 9. Esquema do sistema de coleta de prole. *Fonte: Autora.*

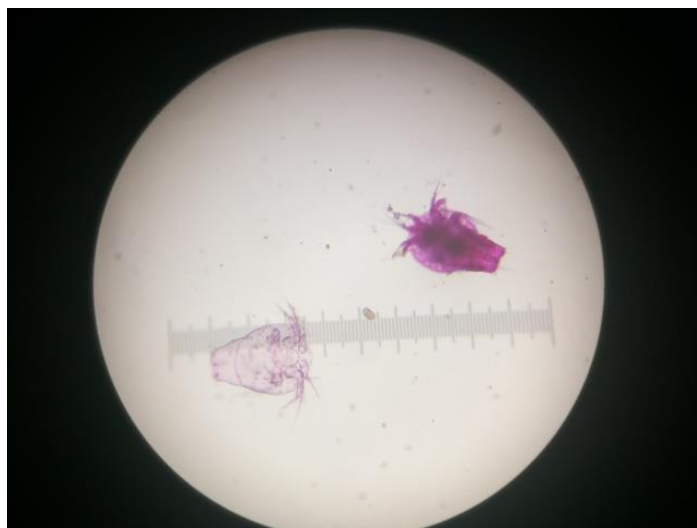


Em 24 horas as fêmeas soltam os náuplios dos seus sacos ovígeros, que passam pela malha. Após 24 horas, os copépodos adultos foram retirados do sistema, ficando no sistema apenas os náuplios recém-eclodidos. Esse material foi passado por uma rede de 64 μm e então, os náuplios foram transferidos para um béquer e aferidos para um volume de 100 mL com água do mar (filtrada e com 36 de salinidade). Desse volume, foram retiradas 3 amostragens de 1 mL, que foram fixadas com formaldeído a 4% e foi realizada a contagem, em lupa, dos organismos recém-eclodidos. Calculada a média das 3 amostragens, foi realizado um cálculo de regra de 3 para se obter um volume com aproximadamente 200 náuplios. Em seguida, foi homogeneizada manualmente e cuidadosamente a suspensão com os náuplios era transferida com ajuda de um pipetador automático para os recipientes-teste previamente aclimatados com as amostras e a suspensão algal.

Foram colocados recipientes-amostradores entre, aproximadamente, ± 10 recipientes-teste para estimar a concentração inicial média dos náuplios e seu intervalo de variação que indica os erros de amostragem. O coeficiente de variação (CV) da média consiste na divisão entre o desvio padrão dividido pela média e multiplicada por 100. É considerado um CV máximo de 20% para que se tenha uma boa estimativa da média e para que o teste usando o percentual de sobrevivência seja válido.

Após a adição dos náuplios, os recipientes-teste foram acondicionados em estufa incubadora nas mesmas condições (temperatura $28^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ e com fotoperíodo 12h:12h claro/escuro) durante o período de 72 horas. Ao término da exposição, o material dos recipientes-teste foi transferido para um recipiente de plástico, fixados com formaldeído a 4% e adicionados de 3 a 5 gotas do corante Rosa de Bengala (solução de 1 g em 100 mL) para distinção de vivos e de mortos e para facilitar na contagem dos organismos (**Figura 10**). Após 24 horas do término do bioensaio, apenas os organismos com coloração mais intensa são considerados os organismos que estavam vivos no final do bioensaio, (**Figura 10**, parte superior da régua) foram contados, em lupa. Na **Figura 10**, parte inferior da régua, representa uma exúvia (que é a porção da epiderme eliminada pelos organismos após a muda) e os considerados mortos são aqueles com coloração intermediária.

Figura 10. Amostra do organismo-teste fixado e corado com Rosa de Bengala. Exemplo do náuplio considerado vivo corado (superior à escala) e de uma exúvia (inferior à escala). A escala toda corresponde a 1 milímetro. *Fonte: Autora.*



Essa metodologia permitiu analisar dois parâmetros ecotoxicológicos:

- 1) Toxicidade letal ou percentual de sobrevivência determinada através da contagem em microscópio estereoscópico do número de organismos vivos (corados em vermelho) ao final do ensaio em comparação aos inoculados no início do ensaio;
- 2) Toxicidade subletal ou percentual de desenvolvimento determinado através da quantidade de copepoditos (juvenis) que se desenvolveram em relação aos organismos corados totais (copepoditos + náuplios) no final do ensaio.

3.3.4 Teste-referência do bioensaio

Paralelamente ao bioensaio foi realizado um teste-referência utilizando a solução de sulfato de zinco heptahidratado ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) (controle positivo), em quatro concentrações: 1 mg/L, 3 mg/L, 6 mg/L e 9 mg/L, afim de determinar a

sensibilidade da prole utilizada para cada teste quando comparada à carta controle estabelecida por Lavorante *et al.* (2013) e constantemente atualizada no LACE.

3.4 PROCEDIMENTOS DE LABORATÓRIO PARA ANÁLISE DOS PARÂMETROS SEDIMENTOLÓGICOS E METAIS

3.4.1 Matéria orgânica

A análise da matéria orgânica foi realizada nos laboratórios LOQUIM e LACE, ambos localizados no Departamento de Oceanografia pertencente à Universidade Federal de Pernambuco.

O teor de matéria orgânica foi realizado pelo método da calcinação seguindo a metodologia de Kralik (1999) com algumas modificações. As amostras de sedimento úmido peneirado na malha de 64 µm foram colocadas em estufa à 60°C por 72 horas. Após secagem do sedimento, o mesmo foi desagregado com ajuda de um almofariz e pistilo de porcelana e homogeneizados. Foi pesado em balança semi-analítica, aproximadamente, 4 g do sedimento seco que foi acondicionado em cadinhos de porcelana. Depois de pesados, eles foram submetidos a calcinação em mufla a 450°C por um período de 2 horas. Após esfriarem em um dessecador foram então pesados novamente.

O cálculo para o teor de matéria orgânica foi feito seguindo as duas fórmulas:

$$P_{sf} = P_c - P_f \quad (\text{Fórmula 1})$$

$$\%MO = \left(\frac{P_{si} - P_{sf}}{P_{si}} \right) \times 100 \quad (\text{Fórmula 2})$$

Onde na **Fórmula 1**, P_c é o peso do cadinho, P_f é o peso do cadinho+sedimento sem matéria orgânica (após mufla), P_{sf} é o peso seco do sedimento final sem matéria orgânica expresso em gramas.

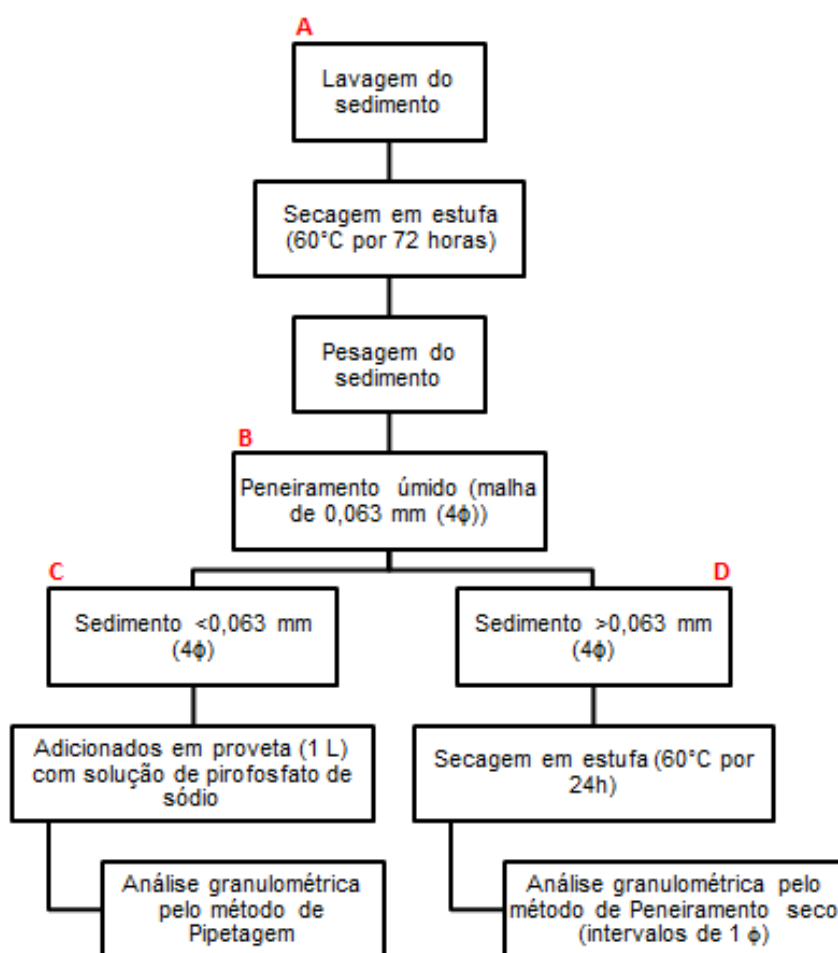
Na **Fórmula 2**, P_{si} é o peso seco do sedimento inicial com matéria orgânica (sem cadinho) e %MO é o teor de matéria orgânica expresso em porcentagem.

3.4.2 Granulometria

A análise granulométrica foi realizada no laboratório ORGANOMAR localizado no Departamento de Oceanografia pertencente à Universidade Federal de Pernambuco.

A análise do tamanho de grãos foi realizada segundo a metodologia proposta por Suguio (1973). A análise granulométrica descrita nessa metodologia é destinada à classificação textural dos sedimentos de natureza inconsolidada. Na **Figura 11**, mostra-se um fluxograma com as principais etapas da metodologia.

Figura 11. Fluxograma das principais etapas da análise de Granulometria. A) Lavagem do sedimento; B) Peneiramento úmido; C) Tratamento para os sedimentos menores que 0,063 mm; D) Tratamento para os sedimentos maiores que 0,063 mm.
Fonte: Autora.



3.4.2.1 Descrição das principais etapas

A) Lavagem do sedimento

Foram pesados 50 gramas do sedimento úmido de cada amostra. O sedimento foi lavado com 1 L de água destilada em filtro para remoção de sais e seco em estufa a 60°C por 24 horas. Posteriormente, cada amostra foi colocada em um béquer e adicionado peróxido de hidrogênio (diluído a 10%) para a eliminação da matéria orgânica sedimentar. Depois do processo de lavagem, cada amostra foi lavada novamente, com água destilada em filtro até o filtrado descer incolor. Juntamente com o filtro em vidros de relógio, cada amostra foi para estufa a 60°C por 42 horas. Após secagem do material, o mesmo foi colocado em béqueres para pesagem inicial em balança semi-analítica, do sedimento que sobrou após lavagem.

B) Peneiramento úmido

Para esse processo foi utilizada uma peneira de malha de 63 μm para fazer a separação dos sedimentos finos ($<0,063 \text{ mm}$ (4ϕ)) e dos sedimentos grossos ($>0,063 \text{ mm}$ (4ϕ)). Com a ajuda de uma pisseta com água destilada, a água foi, aos poucos, diluindo o sedimento e fazendo a separação, com cautela para não forçar os grãos na malha.

C) Sedimentos $< 0,063 \text{ mm}$

Todo o material que passa pela peneira de malha de 0,063 mm (4ϕ) é o material fino (silte e argila). Esse tipo de sedimento é normalmente analisado pelo método da pipetagem, baseado na velocidade de sedimentação das partículas, expressa pela Lei de Stokes (LIMA *et al.*, 2001).

O produto da lavagem realizado na etapa de peneiramento úmido foi recolhido em uma proveta de 1 L e o volume recolhido é aferido a 1 L na própria proveta. Em seguida foi coletado o material em intervalos de tempo diferentes, em um volume igual a 20 mL em alturas determinadas da proveta (**Figura 12**). Depois de pipetadas as alíquotas e adicionadas a béqueres, pré-pesados e identificados, o material foi levado para estufa a 60°C até estarem totalmente secos. Depois de

secos, os béqueres foram, novamente, pesados e através da diferença dos pesos, se obtém o peso do material fino. Este procedimento foi repetido para todas as amostras que apresentaram, pelo menos, 5% de peso dos finos, considerando o peso inicial amostrado.

Figura 12. Análise granulométrica pelo método de pipetagem – provetas com material e jogo de béqueres. Fonte: Autora.



D) Sedimentos > 0,063 mm

O sedimento retido na peneira de malha de 0,063 mm (4ϕ) foi colocado em filtro e novamente, seguiu para estufa a 60°C até a secagem completa do material. Após secagem, foi utilizado o método do Peneiramento seco. Essa técnica consiste em passar uma amostra de peso conhecido através de um conjunto de peneiras com malhas de aberturas diferentes. Foram utilizadas peneiras de abertura com diferença de intervalos de 1 phi. Esse parâmetro refere-se ao antilogaritmo de base 2 do valor em milímetros do tamanho de grão. A **Tabela 1** mostra a comparação entre as unidades utilizadas (ϕ e mm).

Tabela 1. Comparação entre as unidades do tamanho dos grãos, utilizadas na metodologia de Peneiramento.

Intervalos em phi (ϕ)	Representação em milímetros (mm)
-1	2.830 - 2.000
0	1.410 - 1.000
1	0.707 - 0.500
2	0.354 - 0.250
3	0.177 - 0.125
4	0.088 - 0.063

O conjunto foi vibrado em um agitador eletromagnético por um período de 12 minutos, suficiente para as partículas passarem pelo jogo de peneiras (**Figura 13**). A quantidade de amostra que ficou retida em cada peneira foi pesada e, posteriormente, transformada em porcentagem do peso seco total peneirado, que é usado para representar a distribuição granulométrica.

Figura 13. Análise granulométrica pelo método de peneiramento – jogo de peneiras com o agitador eletromagnético. *Fonte: Autora.*



3.4.3 Metais

Para análise dos metais presentes nos sedimentos coletados no estuário do Capibaribe e no estuário do Paripe, as amostras de sedimento foram secas na estufa a 105°C, maceradas e enviadas via correio para o SGS Geosol Laboratórios Ltda., localizado em Vespasiano/MG. Os metais foram extraídos do sedimento através de extração parcial com água régia (HCl:HNO₃ - 1:3) de acordo com o método analítico descrito no protocolo da USEPA (1992) e analisados por espectrometria de massas com plasma indutivamente acoplado (ICP-MS). Foram analisados 23 metais (Ag, Al, As, Ba, Ca, Cd, Cr, Cu, Fe, Hg, K, Mg, Mn, Mo, Na, Ni, Pb, Sr, Ti, V, W, Zn, Zr) e dois ametais (P e Se). A recuperação do material de referência foi de 96% em média (variando de 86,8% a 106%). O coeficiente de variação das duplicatas foi de 2,10%.

Foi utilizado a normalização geoquímica do fator de contaminação (FC), expresso (HAKANSON, 1980):

$$FC = \frac{C_{metal}}{C_{background}} \quad \text{(Fórmula 3)}$$

Onde na **Fórmula 3**, C_{metal} é a concentração do metal ($\mu\text{g.g}^{-1}$) na amostra e $C_{background}$ ($\mu\text{g.g}^{-1}$) representa a concentração de background na Terra encontrados em rochas sedimentares (tipo xisto) do metal analisado sugerido por Turekian & Wedepohl (1961) (**Anexo 2**).

Os valores do fator de concentração foram divididos em quatro grupos expressos na **Tabela 2**. Esse cálculo foi realizado para reduzir o número de metais a serem utilizados na análise de componentes principais (PCA).

Tabela 2. Classificação de teor de contaminação (SATAPATHY & PANDA, 2015).

Fator de Contaminação	Classificação
<1	baixa contaminação
1 e 3	contaminação moderada
3 e 6	contaminação considerável
>6	alta contaminação

3.4.4 Indicação de fontes poluidoras na área estudada

Sabendo que estuários são grandes retentores de contaminantes, principalmente aqueles advindos de esgotamento doméstico e industrial, a identificação de fontes poluidoras é tão necessária quanto quantificar os contaminantes. Pois são nelas que se pode tomar alguma atitude gestora para que os estuários consigam se restituir. Segundo dados do IBGE (2012) o rio Capibaribe está em 7º lugar no ranking dos rios mais poluídos do Brasil, provavelmente devido ao aporte de esgoto captado por suas águas, com volume acima de $22.000 \text{ m}^3 \cdot \text{ano}^{-1}$ (ERICSON *et al.*, 2005), e estando apenas 42,9% dos domicílios da cidade do Recife ligados à rede geral de esgotamento sanitário (Secretaria de Saneamento do Recife, 2008). Nóbrega (2011) fez um estudo sobre cada fonte de esgotamento presente no estuário do rio Capibaribe. A partir dele e de observação dessas fontes in situ, foi realizada a plotagem em mapa dos esgotos mais próximos dos pontos de amostragem deste estudo.

A **Figura 14** mostra o mapa dos esgotos encontrados por Nóbrega (2011) mais próximos da mesorregião estudada no presente trabalho. Estimando que essas saídas possam estar influenciando na toxicidade dos sedimentos próximos, tanto das margens como da calha, foi realizada uma metragem, a partir de dados do Google Earth, dos pontos de esgoto mais próximos dos pontos de amostragem a fim de encontrar alguma correlação.

Figura 14. Mapa com os pontos de amostragem do presente estudo no estuário do rio Capibaribe representados pelos ícones brancos e as fontes de esgoto doméstico representados pelos ícones vermelhos. *Fonte: Google Earth e Nóbrega (2011).*



3.5 TRATAMENTO DOS DADOS

3.5.1 Teste ecotoxicológico

Para tratamento estatístico foi utilizado o programa BioStat (versão 5.2). Foi testada a normalidade dos dados pelo teste Kolmogorov-Smirnov e a homocedasticidade das variâncias para identificação do teste estatístico a ser utilizado em cada caso. O efeito tóxico foi analisado comparando as variáveis de cada amostra com o resultado do controle usando o test-T de Student, ou teste de Mann-Whitney caso os requisitos paramétricos não fossem alcançados.

Para comparação dos parâmetros ecotoxicológicos entre os pontos de amostragem e os ambientes (margens S, H e calha F) foi utilizada a ANOVA para os dados paramétricos, já para os dados não paramétricos foi utilizado Kruskal-Wallis.

Os parâmetros ecotoxicológicos foram também comparados entre os pontos de amostragem perto (<70 m) e longe (>70 m) dos esgotos domésticos usando o test-T de Student.

Todos os testes consideraram um nível significância de 0,05.

A análise do teste de referência realizado em paralelo ao bioensaio ecotoxicológico. Essa análise foi feita no programa estatístico Statistica (versão 7.0), através da análise Probit com a correção de Abbot's para os dados para estimar a concentração letal a 50% dos organismos (CL₅₀) e comparar com a carta controle estabelecida por Lavorante *et al.* (2013) e constantemente atualizada no LACE.

3.5.2 Granulometria

Para cada amostra de sedimento utilizou-se o programa Sysgran (versão 3.1) (Camargo, 2006) para classificar os grãos segundo Folk & Ward (1957) (**Tabela 3, 4, 5**) através dos parâmetros diâmetro médio, mediana, grau de seleção, da distribuição de tamanho dos grãos (curtose), assimetria na distribuição de tamanho dos grãos, além dos percentuais de cascalho, areia, silte e argila. Não houve análise de granulometria por falta de material para os pontos F1 e no material particulado em suspensão..

Tabela 3. Classificação do grau de seleção dos grãos (Folk & Ward, 1957).

Intervalo de ϕ	Símbolo	Classificação
< 0.35	MBS	muito bem selecionado
0.35 - 0.50	BS	bem selecionado
0.50 - 1.0	MS	moderadamente selecionado
1.0 - 2.0	PS	pobremamente selecionado
2.0 - 4.0	MPS	muito pobremamente selecionado
> 4.0	EMS	extremamente mal selecionado

Tabela 4. Classificação da assimetria na distribuição de tamanho dos grãos (Folk & Ward, 1957).

Valor	Símbolo	Classificação
-1.0 a -0.3	AMN	assimetria muito negativa
-0.3 a -0.1	AN	assimetria negativa
-0.1 a +0.1	AS	aproximadamente simétrica
+0.1 a +0.3	AP	assimetria positiva
+0.3 a +1.0	AMP	assimetria muito positiva

Tabela 5. Classificação do grau de achatamento na distribuição de tamanho dos grãos (curtose) (Folk & Ward, 1957).

Valor	Símbolo	Classificação
< 0.67	MP	muito platicúrtica
0.67 - 0.90	P	platicúrtica
0.90 - 1.11	MP	mesocúrtica
1.11 - 1.50	L	leptocúrtica
1.50 - 3.0	ML	muito leptocúrtica
> 3.0	EL	extremamente leptocúrtica

3.5.3 Metais

Foram escolhidos 9 metais (Ag, As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb e Zn) para comparação com o nível de efeitos limiares à biota (TEL) e nível de efeitos prováveis à biota (PEL) descritos por Macdonald *et al.* (1996) e com os valores limites da Resolução CONAMA nº454/2012 (CONAMA, 2012) para Nível 1 (improvável a ocorrência de efeitos adversos à biota) e Nível 2 (provável a ocorrência de efeitos adversos à biota) para sedimentos de água marinha/salobra.

3.5.4 Correlações estatísticas

3.5.4.1 Correlação de Pearson

Foi realizada no programa BioStat Pro (versão 5) a análise de correlação de Pearson entre os parâmetros ecotoxicológicos e os parâmetros sedimentológicos (considerando a porcentagem de grossos e finos e a de matéria orgânica).

3.5.4.2 Análise de componentes principais (PCA)

No programa Statistica (versão 7.0) foi realizada a análise de componentes principais (PCA) para avaliar possíveis interrelações entre os metais que obtiveram níveis de FC a partir de moderado, parâmetros ecotoxicológicos, tamanho de grãos (areia, silte e argila – em porcentagem) e matéria orgânica. Foram utilizados os parâmetros ecotoxicológicos: mortalidade (100 - % de sobrevivência) e inibição de desenvolvimento (100 - % de desenvolvimento).

Para utilização no programa estatístico, todas as variáveis foram normalizadas com o cálculo da **Fórmula 4** abaixo.

$$N = \frac{vn/mvn}{dvn} \quad (\text{Fórmula 4})$$

Onde na **Fórmula 4**, vn é o valor numérico do parâmetro; mvn é a média dos valores numéricos do mesmo parâmetro e dvn é o desvio padrão dos valores numéricos do mesmo parâmetro.

Para a interpretação dos dados da PCA, as cargas foram consideradas como boa associação com o respectivo componente principal (PC) quando maior ou igual a $|0,55|$, de acordo com os critérios propostos por Tabachnick & Fidellis (2007).

4 RESULTADOS

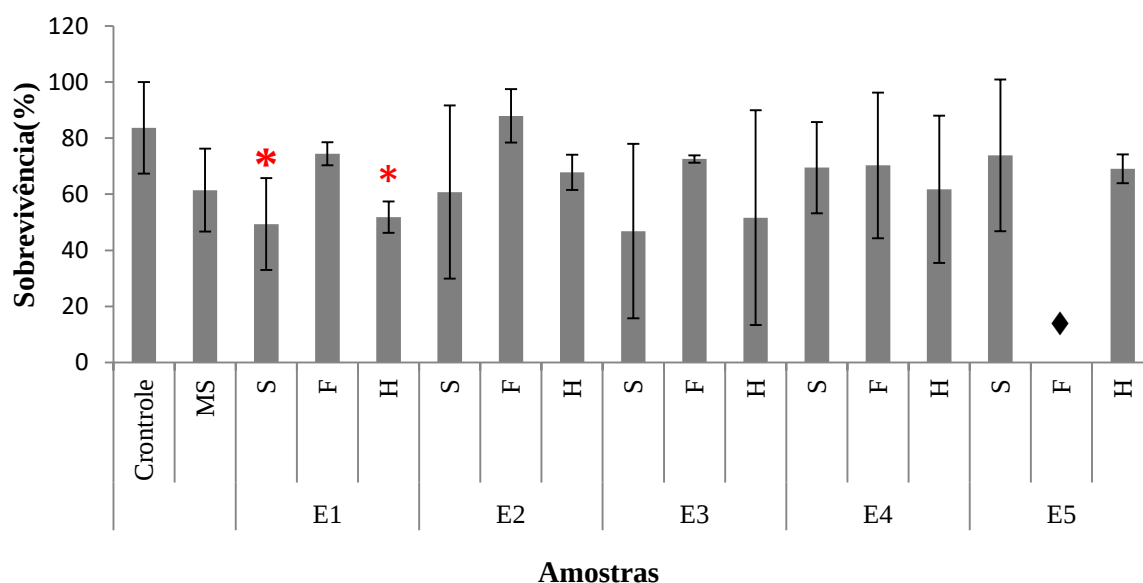
4.1 Dados toxicológicos

Na análise do teste ecotoxicológico, o percentual de sobrevivência do controle superou 80% e o CV do bioensaio obteve um valor de 14,89%, ficando o valor dentro do limite para que o teste seja válido. Os parâmetros físico-químicos do teste ficaram dentro do desejável, com salinidade variando de 32,5 a 35, o pH de 6,8 a 7,9 e a concentração de oxigênio dissolvido de 5,3 a 7,9 mg.L⁻¹.

A análise Probit obteve como resultado um valor de CL₅₀ de 3,70 mg.L⁻¹ para os organismos-teste utilizados neste bioensaio (**Apêndice B**).

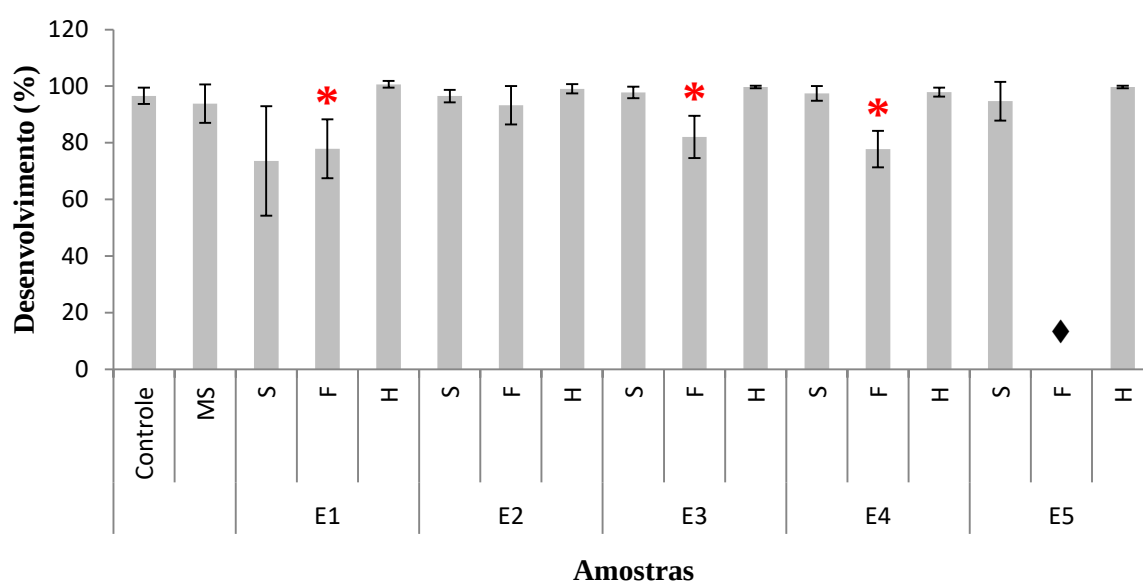
Através do teste-T foi observada toxicidade letal apenas na estação 1, à montante do rio, nas margens H1 (p=0,024) e S1 (p=0,04). O gráfico segue a ordem, da amostra do controle (CONTROLE) e do material particulado em suspensão (MS) e no sentido montante-jusante dos pontos amostrados, sendo a margem direita (S), o ponto intermediário – a calha (F) e a margem esquerda (H) (**Figura 15**).

Figura 15. Valores médios ($\pm$ DP) do percentual de sobrevivência de *Tisbe biminiensis*, no final do bioensaio, com as amostras dos estuários do rio Paripe (controle) e do rio Capibaripe em abril de 2016. Asteriscos em vermelho indicam diferença significativa das amostras em relação ao controle (p<0,05). Losango indica falta da amostra.



A toxicidade subletal foi significativa nas amostras da calha nas estações 1, 3 e 4 (**Figura 16**). A amostra S1 apresentou um valor de p ($p=0,06$) muito próximo ao limite estatístico considerável ($p<0,05$), sugerindo que ele também poderia apresentar subletalidade.

Figura 16. Valores médios ($\pm$ DP) do percentual de desenvolvimento dos náuplios de *Tisbe biminiensis*, no final do bioensaio, com as amostras dos estuários do rio Paripe (controle) e do rio Capibaripe em abril de 2016. Asteriscos em vermelho indicam diferença significativa das amostras em relação ao controle ($p<0,05$) e losango indica falta da amostra.

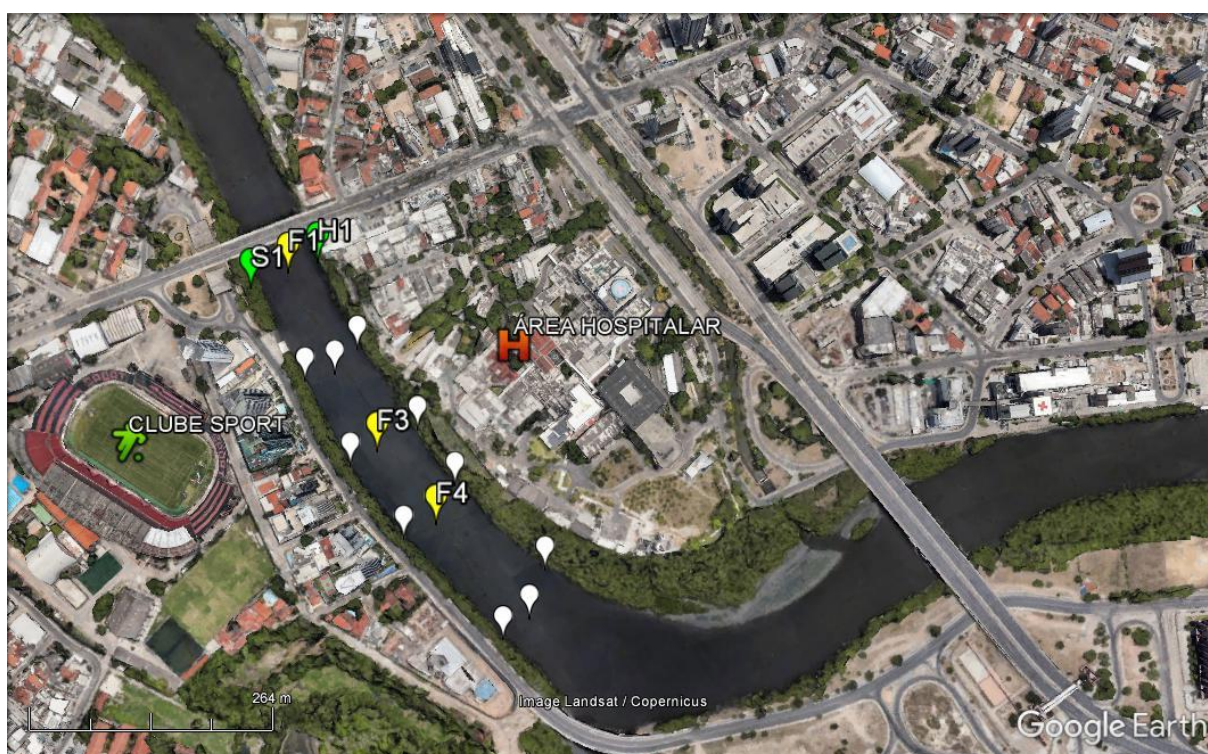


O material particulado em suspensão (MS) não apresentou toxicidade letal, nem subletal ($p>0,05$). A porcentagem de desenvolvimento de *Tisbe biminiensis* no material particulado em suspensão apresentou-se tão alta quanto o próprio controle. Por este motivo, foram descartadas as possibilidades de realizar as análises de metais e granulometria para o MS. Todos os valores de p encontrados no teste-T, comparados com o controle, estão dispostos no **Apêndice C**.

Para fins de melhor reconhecimento espacial das amostras tóxicas e não tóxicas, a **Figura 17** apresenta um mapa retirado do Google Earth com os pontos de amostragem e suas respectivas toxicidades diferenciadas por cores, sendo a cor verde representada pelas amostras que apresentaram letalidade, a cor amarela

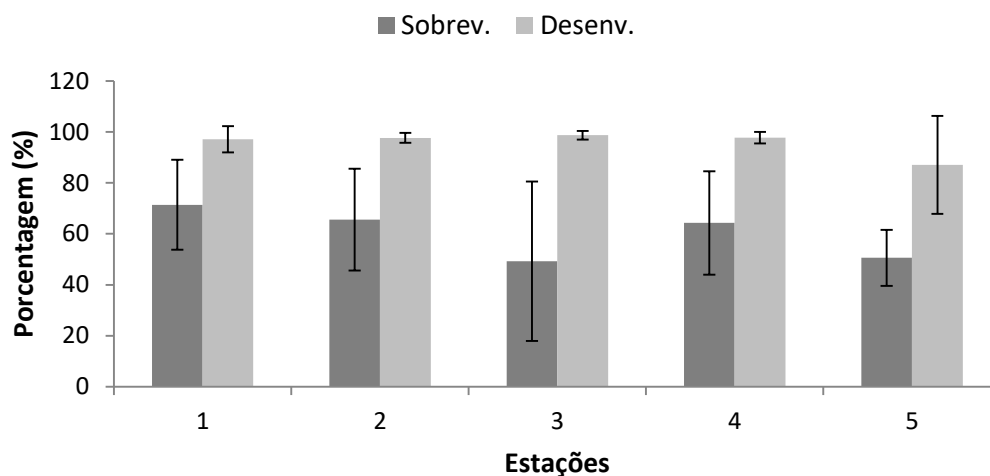
representada pelas amostras que apresentaram subletalidade e a cor branca representada pelas amostras que não apresentaram toxicidade.

Figura 17. Mapa dos pontos de amostragem do estuário do rio Capibaribe com as amostras que apresentaram toxicidade letal (pontos em verde: S1 e H1), subletal (pontos em amarelo: F1, F3 e F4) e que não apresentaram toxicidade (pontos em branco). *Fonte: Google Earth.*



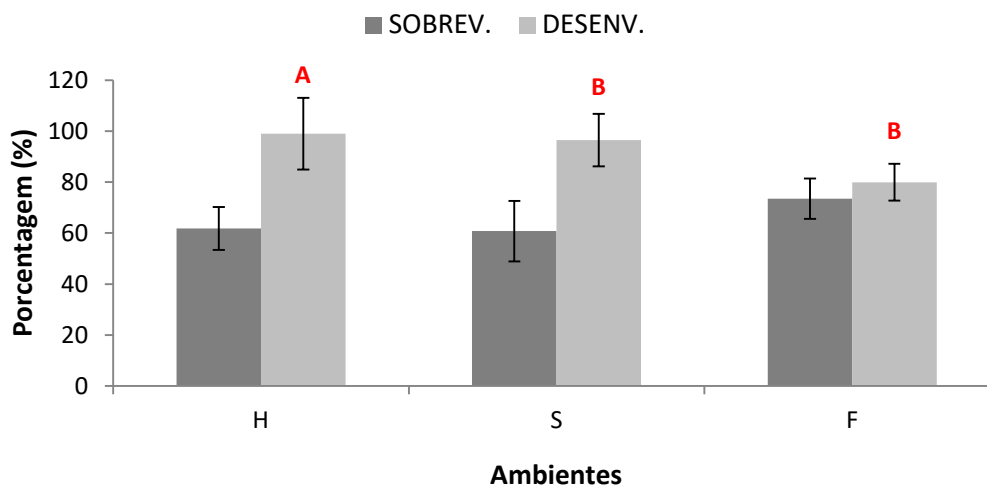
Quando comparadas as estações (1, 2, 3 4 e 5), não foi observada diferença significativa (ANOVA) nos parâmetros de sobrevivência ($p=0,30$) e de desenvolvimento ($p=0,89$). A **Figura 18** mostra os valores médios ($\pm DP$) dos parâmetros nas estações.

Figura 18. Valores médios ($\pm$ DP) dos parâmetros de sobrevivência (Sobrev.) e desenvolvimento (Desenv.) das estações na área de estudo.



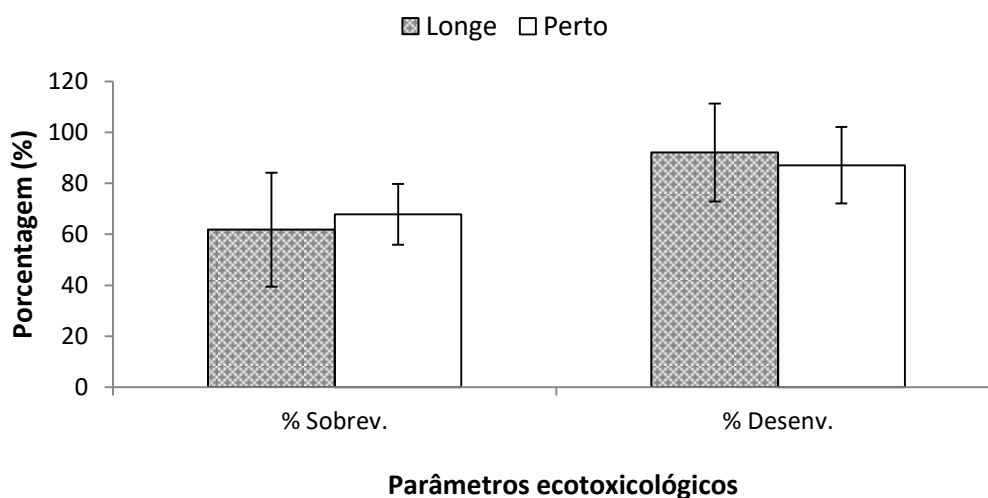
A comparação dos parâmetros ecotoxicológicos entre margem S x margem H x calha F, não detectou diferença significativa para a sobrevivência (ANOVA) ($p=0,0727$). No entanto, para o desenvolvimento (teste de Kruskal-Wallis) houve diferença significativa entre eles ($p<0,05$), conseguindo classificá-los em dois grupos (A e B). O grupo A representa os sedimentos coletados na margem H (menos tóxica) e o grupo B representa os sedimentos coletados na margem S e na calha F (mais tóxica) (Figura 19).

Figura 19. Mediana ($\pm$ DP) de sobrevivência (Sobrev.) e desenvolvimento (Desenv.) dos náuplios de *Tisbe biminiensis* nas margens S e H e na calha F no estuário do Capibaribe. As letras indicam o grupo A obteve uma diferença significativa com o grupo B ($p<0,05$), sendo o grupo B o mais tóxico.



Não foi detectada diferença significativa entre os parâmetros de sobrevivência ($p=0,24$, teste-T) e de desenvolvimento ($p=0,11$, teste Kruskal-Wallis) em função da proximidade das fontes de esgotos domésticos (**Figura 20**).

Figura 20. Valores médios ($\pm$ DP) de percentual de sobrevivência e de desenvolvimento dos náuplios de *Tisbe biminiensis* nos testes de sedimento coletados no estuário do Capibaribe em função da proximidade das amostras com as fontes de esgotos domésticos.



4.2. PARÂMETROS SEDIMENTOLÓGICOS

4.2.1 MATÉRIA ORGÂNICA

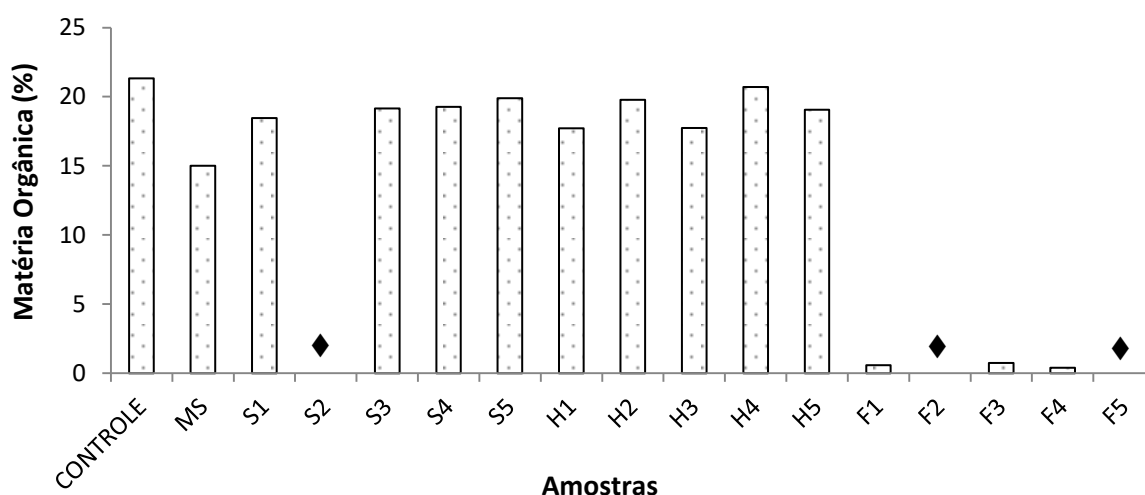
Analisando toda a área de estudo, o teor matéria orgânica (MO) apresentou um valor mínimo de 0,4% no ponto F4 e máximo de 20,7% no ponto H4 apresentando média de 14,5%. Os valores máximos dos teores de matéria orgânica encontrados no controle do bioensaio e no ponto de MS foram respectivamente 21,33% e 15,05%.

A margem S obteve um teor de MO variando de 18,5% a 19,9%, com uma média de 19,2%. A margem H apresentou um teor de MO variando de 17,7% a 20,7%, com uma média de 19%, já nos pontos da calha foram observados os

menores teores de MO, com valores variando de 0,4% a 0,8%, com uma média de 0,6% (**Figura 21**).

Foi realizada uma ANOVA comparando margem S, margem H e calha F. Foi observada uma diferença significativa entre a calha e as margens ($p < 0,05$), apresentando as maiores médias nas margens.

Figura 21. Teor de matéria orgânica (%MO) dos sedimentos do estuário do rio Paripe (controle), do material particulado em suspensão (MS) e dos sedimentos do estuário do rio Capibaribe. Losangos indicam que não há resultados para as amostras indicadas.



4.2.2 Granulometria

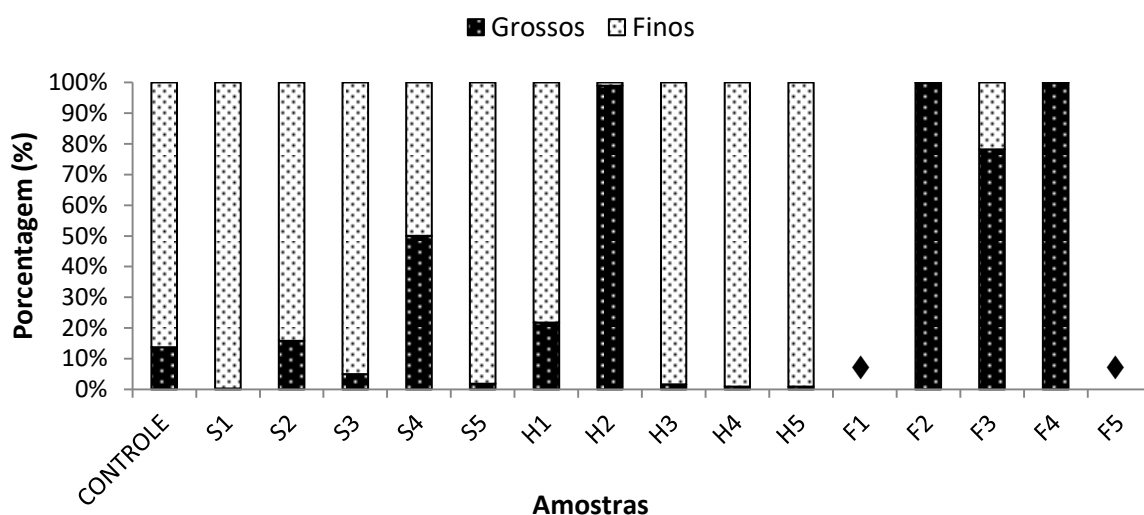
A porcentagem dos grãos finos ($< 63 \mu\text{m}$) total na área de estudo variou de 0 a 99,7%, com média de 63,4%. Já a porcentagem dos grãos grossos ($> 63 \mu\text{m}$) variou de 0,3% a 100%, com média de 36,6%. No ponto S1 foi encontrada a maior porcentagem de grãos finos e a menor porcentagem de grãos grossos. Por sua vez, o ponto F4 apresentou o padrão inverso. O controle obteve uma porcentagem de finos de 86,2% e de grossos de 13,8%.

Na margem S foi observada uma variação de grãos finos de 50% a 99% com média de 85,4% e uma variação de grãos grossos de 0,3% a 50,1%, com média de

14,6%. A margem H obteve uma variação de grãos finos de 1,1% a 99,1%, com média de 75,1% e uma variação de grãos grossos de 0,9% a 99%, com média de 24,9%.

A calha do estuário apresentou variações menores que as margens, sendo que a porcentagem de grãos finos variou de 0 a 21,7%, com média de 7,3% e de grossos variou de 78,3% a 100%, com média de 92,7%. Dessa forma, houve uma predominância de porcentagem de finos nas margens e o inverso na calha (**Figura 22**).

Figura 22. Valores de porcentagem (%) do tamanho de grãos (grossos e finos) nas amostras. Losangos indicam que não houve análise nos pontos. *Fonte: Autora.*



A **Tabela 6** apresenta os valores de porcentagem de cascalho, areia, silte, argila e em seguida o somatório da fração grossa (cascalho+areia) e da fração fina (silte+argila).

Tabela 6. Porcentagem de cascalho, areia, silte, argila e em seguida o somatório da fração grossa e fina das amostras.

Amostras	Cascalho (%)	Areia (%)	Silte (%)	Argila (%)	Grossos (%)	Finos (%)
Controle	0,71	13,06	40,49	45,75	13,77	86,24
S1	0,10	0,17	35,97	63,75	0,27	99,72
S2	1,67	14,23	26,71	57,39	15,90	84,10
S3	0,13	4,86	25,49	69,52	4,99	95,01
S4	3,62	46,43	13,38	36,57	50,05	49,95
S5	0,18	1,74	23,56	74,52	1,92	98,08
H1	1,66	20,17	23,81	54,36	21,83	78,17
H2	10,1	88,85	1,05	0	98,95	1,05
H3	0,20	1,47	27,22	71,11	1,68	98,33
H4	0,17	0,81	25,85	73,17	0,98	99,02
H5	0,22	0,69	27,52	71,56	0,91	99,08
F1	◆	◆	◆	◆	◆	◆
F2	9,07	90,86	0,07	0	99,93	0,07
F3	3,95	74,31	8,02	13,71	78,26	21,73
F4	12,01	87,98	0,01	0	99,99	0,01
F5	◆	◆	◆	◆	◆	◆

◆ Losangos indicam que não houve análise nesses pontos.

A partir da análise do Sysgran foram observadas amostras heterogêneas, apresentando sedimentos que variaram de areia grossa (com predominância nos pontos da calha F2, F3 e F4) a argila grossa. Obtendo uma média do tamanho dos grãos variando de 0,03 ϕ a 8,05 ϕ .

Houve um predomínio de argila siltosa para os pontos S1, S2, S3, S5, H1, H3, H4 e H5, praticamente caracterizando ambas as margens. E os demais, S4, H2, F2, F3 e F4 apresentaram predomínio de fração arenosa.

O selecionamento dos grãos variou de moderadamente selecionado (MS) a muito pobremente selecionado (MPS) entre as amostras. A assimetria apresentou predominância negativa para as margens e positiva para a calha, sendo o ponto S4 o único a apresentar-se aproximadamente simétrico (AAS). A curtose também apresentou variação entre as margens e a calha, com predomínio de classificação

platicúrtica e leptocúrtica, apresentando apenas os pontos S1 e H1 com classificação mesocúrtica.

A análise completa de média, mediana, seleção, assimetria e curtose estão apresentados na **Tabela 7** com suas respectivas classificações de Folk & Ward (1957).

Tabela 7. Análise das características dos grãos pelo programa Sysgran nas amostras.

Amostras	Média (ϕ)	Mediana (ϕ)	Seleção	Assimetria	Curtose
Controle	6,78	7,51	2,14	-0,54	0,79
Classif.	Silte fino		MPS	MN	P
S1	7,76	8,22	1,23	-0,61	1,10
Classif.	Silte muito fino		PS	MN	M
S2	6,95	8,13	2,42	-0,78	1,13
Classif.	Silte fino		MPS	MN	L
S3	7,73	8,28	1,40	-0,68	1,59
Classif.	Silte muito fino		PS	MN	ML
S4	4,42	3,99	3,40	0,09	0,56
Classif.	Silte grosso		MPS	AS	MP
S5	8,05	8,33	1,00	-0,58	2,16
Classif.	Argila grossa		PS	MN	ML
H1	6,51	8,08	2,76	-0,80	0,95
Classif.	Silte fino		MPS	MN	M
H2	1,52	1,93	1,45	-0,26	0,78
Classif.	Areia média		PS	N	P
H3	7,90	8,30	1,16	-0,62	1,61
Classif.	Silte muito fino		PS	MN	ML
H4	7,93	8,32	1,10	-0,62	1,78
Classif.	Silte muito fino		PS	MN	ML
H5	7,93	8,30	1,07	-0,60	1,52
Classif.	Silte muito fino		PS	MN	ML
F1	♦	♦	♦	♦	♦
Classif.					
F2	0,03	0,07	0,71	0,14	0,68
Classif.	Areia grossa		MS	P	P
F3	2,68	0,81	3,23	0,71	2,11
Classif.	Areia fina		MPS	MP	ML
F4	0,36	0,40	0,96	0,15	0,71
Classif.	Areia grossa		MS	P	P
F5	♦	♦	♦	♦	♦
Classif.					
	-	-	-	-	-

♦ Losangos indicam que não houve análise nesses pontos.

4.2.3 Metais

Foram detectados todos os 23 metais e os 2 ametais investigados (ver **Apêndice D**, com seus respectivos valores). O cálculo do fator de contaminação (FC) dos metais (**Tabela 8**) mostrou que, dos 23 metais analisados, apenas Ag, Cd, Cu, Hg, Mo, Pb e Zn apresentaram FC acima de 1 o que indica uma contaminação moderada e os 2 ametais P e Se também apresentaram FC acima de 1. Apenas Ag apresentou valores de alta contaminação. Valores calculados dos fatores de contaminação para todos os metais estão dispostos no **Apêndice E**.

Tabela 8. Resultado do cálculo do fator de contaminação (FC) para os metais e ametais cujos fatores foram acima de 1 nas amostras.

Amostras	Metais							Ametais	
	Ag	Cd	Cu	Hg	Mo	Pb	Zn	P	Se
Controle	0,1	0,3	0,2	0,3	1,2*	0,7	0,4	1,0*	1,7*
S1	21,29	1,70*	1,97*	1,58*	1,48*	2,16*	3,01**	2,45*	0,83
S2	20,57	2,00*	1,59*	1,10*	1,21*	2,38*	2,45*	2,32*	0,83
S3	25,57	2,20*	1,78*	1,08*	1,68*	2,53*	2,96*	2,70*	1,67*
S4	36,71	1,77*	1,99*	0,95	1,67*	2,06*	2,97*	2,46*	1,67*
S5	44,86	2,37*	1,90*	1,15*	2,01*	2,45*	3,02**	2,53*	3,33**
H1	6,71	1,17*	1,28*	0,45	0,63	1,92*	1,98*	2,73*	1,67*
H2	17,43	1,77*	1,58*	1,00*	1,05*	2,56*	2,39*	2,63*	1,67*
H3	20,14	2,13*	1,66*	0,90	1,48*	2,32*	2,65*	2,19*	1,67*
H4	24,14	2,13*	1,86*	0,68	1,38*	2,08*	2,68*	2,26*	3,33**
H5	18,71	1,80*	1,64*	0,93	1,45*	2,30*	2,51*	2,30*	1,67*
F1	7,14	0,10	0,14	0,05	0,08	0,24	0,14	0,20	0,83
F2	0,71	0,02	0,20	0,05	0,15	0,11	0,35	0,11	0,83
F3	1,43*	0,10	0,26	0,10	0,21	0,24	0,15	0,20	0,83
F4	1,14*	0,10	0,14	0,13	0,08	0,16	0,13	0,16	0,83
F5	◆	◆	◆	◆	◆	◆	◆	◆	◆

* Dados com um asterisco vermelho indicam contaminação moderada;

** Dados com dois asteriscos vermelhos indicam contaminação considerável;

Dados em **negrito** indicam alta contaminação;

◆ Losangos indicam que não houve análise para essa amostra.

Para fins de melhor se observar as variações (mínimo e máximo) para as concentrações dos metais Ag, As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb e Zn, a **Tabela 9** contém esses dados.

Tabela 9. Variação da concentração dos metais e as amostras nas quais eles foram encontrados em tais concentrações.

Metais	Mín ($\mu\text{g.g}^{-1}$)	Amostra	Máx ($\mu\text{g.g}^{-1}$)	Amostra
Ag	0,05	F2	3.14	S5
As	0.5	F1,F2,F3 e F4	10	H4
Cd	0.01	F2	0.71	S5
Cr	3	F1 e F4	68	S1 e H1
Cu	6.1	F4	89.7	S4
Hg	0.02	F1 e F2	0.63	S1
Ni	0.25	F1 e F4	22.2	H1
Pb	2.2	F2	51.2	H2
Zn	12	F4	287	S5

Na **Tabela 10** estão dispostos os dados desses 9 metais Ag, As, Cd, Cr, Cu, Hg, Ni, Pb e Zn em unidades de $\mu\text{g.g}^{-1}$ além de sua classificação quanto aos limites TEL e PEL propostos por Macdonald *et al.* (1996) e os limites de nível 1 e 2 da Resolução CONAMA nº454/2012. O sedimento controle apresentou valor acima do TEL apenas para o metal As. Os pontos da calha (F) apresentaram os valores mais baixos de concentração de metais, enquanto em ambas as margens as amostras apresentaram concentrações acima do TEL, exceto As e Cd. Esses últimos apresentaram concentrações acima do TEL apenas nos pontos H4 e S5, respectivamente. Apenas os metais Ag e Zn apresentaram limite superior ao PEL nas amostras da margem S, sendo maiores concentrações nos pontos S3, S4 e S5. Zn apresentou concentrações altas em todos os pontos exceto S2. De acordo com a Resolução CONAMA nº454/2012, apenas Cu, Hg, Ni, Pb, Zn ficaram acima do Nível 1, não havendo nenhum metal acima do Nível 2.

Tabela 10. Valores de concentração ($\mu\text{g.g}^{-1}$) de 9 metais obtidos nas amostras do estuário do Capibaribe comparadas com os limites de Macdonald *et al.* (1996) e pela Resolução CONAMA nº454/2012. Média e desvio encontrados na área de estudo.

Amostras	Ag	As	Cd	Cr	Cu	Hg	Ni	Pb	Zn
Controle	0,01	10 ^T	0,1	38	7,2	0,1	5,3	13,5	35
S1	1,49 ^T	5	0,51	68 ^T	88,8 ^{T,N1}	0,63 ^{T,N1}	19,7 ^T	43,1 ^T	286 ^{T,P,N1}
S2	1,44 ^T	3	0,60	56 ^T	71,6 ^{T,N1}	0,44 ^{T,N1}	18,6 ^T	47,6 ^{T,N1}	233 ^{T,N1}
S3	1,79 ^{T,P}	4	0,66	60 ^T	80,1 ^{T,N1}	0,43 ^{T,N1}	20,3 ^T	50,6 ^{T,N1}	281 ^{T,P,N1}
S4	2,57 ^{T,P}	5	0,53	65 ^T	89,7 ^{T,N1}	0,38 ^{T,N1}	19,2 ^T	41,2 ^T	282 ^{T,P,N1}
S5	3,14 ^{T,P}	5	0,71 ^T	59 ^T	85,4 ^{T,N1}	0,46 ^{T,N1}	20,3 ^T	48,9 ^{T,N1}	287 ^{T,P,N1}
H1	0,47	2	0,35	68 ^T	57,6 ^{T,N1}	0,18 ^T	22,2 ^{T,N1}	38,4 ^T	188 ^{T,N1}
H2	1,22 ^T	3	0,53	49	70,9 ^{T,N1}	0,40 ^{T,N1}	16,6 ^T	51,2 ^{T,N1}	227 ^{T,N1}
H3	1,41 ^T	5	0,64	55 ^T	74,8 ^{T,N1}	0,36 ^{T,N1}	18,1 ^T	46,3 ^T	252 ^{T,N1}
H4	1,69 ^T	10 ^T	0,64	60 ^T	83,8 ^{T,N1}	0,27 ^T	15,9 ^T	41,5 ^T	255 ^{T,N1}
H5	1,31 ^T	4	0,54	60 ^T	74,0 ^{T,N1}	0,37 ^{T,N1}	19,1 ^T	46,0 ^T	238 ^{T,N1}
F1	0,5	0,5	0,03	3	6,5	0,02	0,25	4,7	13
F2	0,05	0,5	0,01	5	8,9	0,02	3,2	2,2	33
F3	0,1	0,5	0,03	8	11,9	0,04	4,1	4,8	14
F4	0,08	0,5	0,03	3	6,1	0,05	0,25	3,2	12
F5	◆	◆	◆	◆	◆	◆	◆	◆	◆
Média	1,23 ^T	3,43	0,41	44,21	57,86 ^{T,N1}	0,29 ^T	14,13	33,55 ^T	185,8 ^{T,N1}
Desvio P.	0,93	2,64	0,27	26,39	33,55	0,20	8,19	19,91	113,46
^A TEL	0,73	7,24	0,68	52,3	18,70	0,13	15,9	30,2	124
^A PEL	1,77	41,6	4,21	160	108	0,70	42,8	112	271
^B Nível 1	◆	19	1,2	81	34	0,3	20,9	46,7	150
^B Nível 2	◆	70	7,2	370	270	1,0	51,6	218	410

^ATEL: nível de efeitos limiares; ^APEL: nível de efeitos prováveis à biota (Macdonald *et al.*, 1996);

^BNível 1: nível de improvável ocorrência de efeitos adversos à biota; ^BNível 2: nível de frequente ocorrência de efeitos adversos à biota (Resolução CONAMA nº454/2012);

^T Valores acima do TEL;

^P Valores acima do PEL;

^{N1} Valores acima do Nível 1;

^{N2} Valores acima do Nível 2;

◆ Losangos indicam que não há dados.

4.3. Correlações estatísticas

4.3.1 Correlação de Pearson

A correlação de Pearson não foi significativa entre os parâmetros sedimentológicos e os toxicológicos. No entanto, houve uma correlação significativa entre a porcentagem das frações de sedimento e o teor de matéria orgânica, sendo positiva para a porcentagem de grãos finos e negativa para a porcentagem de grãos grossos (**Tabela 11**).

Tabela 11. Correlação de Pearson das propriedades sedimentológicas comparadas com os parâmetros ecotoxicológicos.

Correlação de Pearson						
Propried. Sed.	Sobrevivência (%)		Desenvolvimento (%)		Matéria Orgânica (%)	
Grossos (%)	r=0,3215	p=0,335	r=-0,185	p=0,585	r=-0,6541	p=0,029*
Finos (%)	r=-0,3215	p=0,335	r=0,185	p=0,585	r=0,6541	p=0,029*
Matéria Org. (%)	r=-0,398	p=0,225	r=0,457	p=0,157	r=1	-

*Asteriscos indicam correlação significativa ($p < 0,05$).

4.3.2 Análise de componentes principais (PCA)

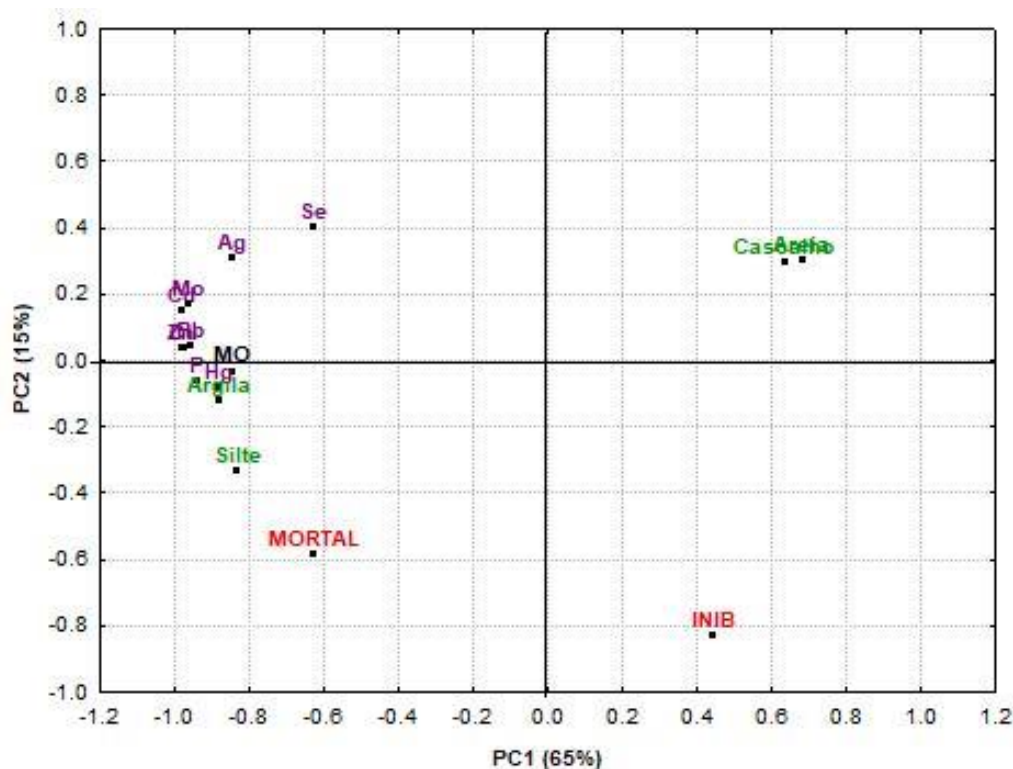
A primeira componente (PC1) obteve explicabilidade de variância dos dados de 65%, apresentando correlação positiva com a fração grossa do sedimento (cascalho e areia) e apresentou correlação negativa com a mortalidade (MORTAL), a matéria orgânica (MO), os metais (Ag, Cd, Cu, Hg, Mo, Pb, Zn), ametais (P e Se) e a fração fina do sedimento (silte e argila). A segunda componente (PC2) obteve explicabilidade de variância dos dados de 15%, apresentando correlação negativa com a mortalidade (MORTAL) e a inibição de desenvolvimento (INIB). (**Tabela 12, Figura 23**).

Tabela 12. Coeficientes de correlação da análise de componentes principais (PCA) com os parâmetros toxicológicos, matéria orgânica (MO), metais (cujo fator de contaminação foi acima de 1 e frações granulométricas do sedimento coletado no estuário do rio Capibaribe.

Variáveis	PC1 (65%)	PC2 (15%)	Variáveis	PC1 (65%)	PC2 (15%)
MORTAL	-0,62*	-0,58*	Pb	-0,95*	0,04
INIB	0,44	-0,83*	Se	-0,63*	0,40
MO	-0,85*	-0,03	Zn	-0,98*	0,04
Ag	-0,85*	0,31	Cascalho	0,64*	0,29
Cd	-0,98*	0,15	Areia	0,68*	0,30
Cu	-0,97*	0,03	Silte	-0,83*	-0,33
Hg	-0,88*	-0,08	Argila	-0,88*	-0,12
Mo	-0,96*	0,17			
P	-0,94*	-0,06			

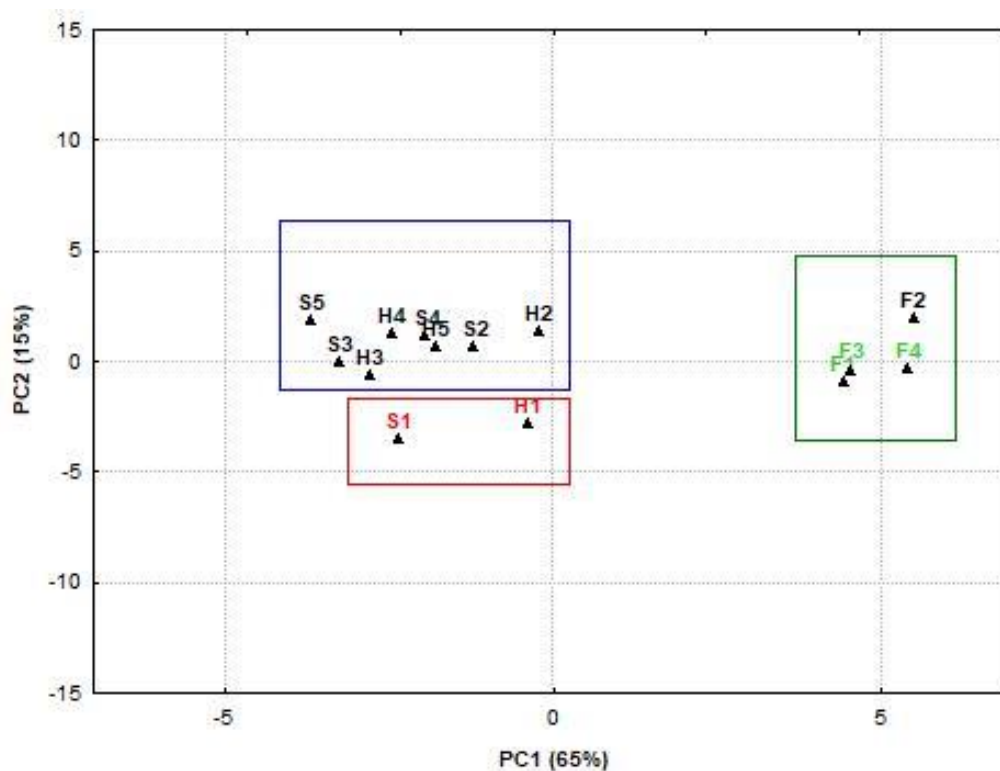
*Asteriscos indicam correlação significativa ($\geq |0,55|$) em seus respectivos eixos.

Figura 23. Resultado da análise de componentes principais (PCA) com 65% de explicabilidade em PC1 e 15% de explicabilidade de variância em PC2. *Fonte: Statistica 7 e autora.*



Ao analisar a PCA quanto à distribuição dos pontos e os parâmetros ecotoxicológicos, consegue-se observar que houve uma distribuição que promoveu a separação dos pontos em três grupos, sendo eles: os pontos que apresentaram toxicidade letal (S1 e H1), os que apresentaram toxicidade subletal juntamente com pontos da calha e os demais pontos que não apresentaram toxicidade (**Figura 24**).

Figura 24. Análise de componentes principais (PCA) com explicabilidade dos dados de 65% em PC1 e 15% em PC2. Os pontos de amostragem estão distribuídos em 3 grupos. Os pontos em vermelho indicam as amostras que apresentaram toxicidade letal, os pontos em verde as amostras que apresentaram toxicidade subletal e os pontos em preto, são as demais amostras que não apresentaram toxicidade. Fonte: Statistica 7 e autora.



5 DISCUSSÃO

Ao serem comparadas as amostras com o sedimento controle, em relação à toxicidade, foi detectado toxicidade letal e subletal. Resultados semelhantes foram encontrados nos estudos em macroescala (na ordem de km) na bacia do Pina (região que faz parte do mesmo sistema estuarino) no período chuvoso por Oliveira *et al.* (2014) e Maciel *et al.* (2015) e para o mesmo estuário por Regis (2016) que encontrou toxicidade tanto no período chuvoso quanto no período de estiagem. O presente estudo permitiu observar que além da variação em macroescala (Km) da toxicidade, também ocorre variação em mesoescala (metros).

Os resultados das análises estatísticas demonstraram que as maiores diferenças em mesoescala no trecho amostrado do estuário do rio Capibaribe ocorreu no parâmetro de desenvolvimento dos náuplios (efeito de subletalidade) mais no sentido transversal, ou seja, entre os ambientes da margem e da calha, do que longitudinalmente, ou seja, entre as estações 1 a 5. A margem (S) foi mais semelhante à calha em termos de toxicidade que a margem H.

Estatisticamente, a proximidade entre as amostras e as saídas de esgotos não apresentou diferenças significativas com o resultado toxicológico. Considerando que a distância entre os 14 pontos de amostragem e as 9 fontes de saídas de esgotos domésticos próximos à área estudada (2 m a 180 m) não explicou a variação dos parâmetros toxicológicos observados, sugere que a qualidade do efluente de cada um desses esgotos seja diferente e provoque diferentes efeitos à biota. Pode-se observar, por exemplo, que a estação 1, que apresentou os resultados mais tóxicos em termos letais, é rodeada por várias saídas de esgotos (**Figuras 14 e 17**).

A ausência de toxicidade na única amostra do material particulado em suspensão coletada indicou que apesar de ser um dos agentes carreadores dos compostos químicos que entram no sistema estuarino, ele, por si só, não foi capaz de causar efeitos tóxicos para os organismos no presente estudo. Segundo Silva (2004), o material particulado em suspensão é vetor de componentes químicos para o sedimento, compartimento no qual foi observada toxicidade no presente trabalho. Provavelmente a toxicidade dos sedimentos depositados é produto de uma acumulação em longo prazo de contaminantes que no material particulado em

suspensão estariam ainda em baixas concentrações, porém mais estudos são necessários para avaliar esta hipótese.

Os teores de matéria orgânica do presente estudo também apresentaram heterogeneidade de acordo com os pontos em mesoescala, com uma média geral de 14,5%. Médias semelhantes foram encontrados em estudos anteriores em macroescala no mesmo estuário (MARCONDES, 2009; SILVA, 2010; OLIVEIRA T.S. *et al.*, 2014). Estatisticamente, a matéria orgânica apresentou diferença significativa entre as margens (S e H) e a calha (F), apresentando a calha os menores teores de matéria orgânica. Trask (1939 apud Tyson, 1995) considera que o acúmulo de matéria orgânica nos sedimentos das margens é aumentado conforme os grãos se tornam mais finos. Fenili *et al.* (2011) também correlacionam positivamente o teor de matéria orgânica com a granulometria mais fina dos sedimentos em ambientes estuarinos. Este fato é corroborado neste estudo através da correlação de Pearson positiva da matéria orgânica com a granulometria fina e negativa com a granulometria grossa.

Apesar da área de estudo estar dentro do trecho previsto da ZTM (SCHETTINI *et al.*, 2016), no presente estudo, em mesoescala, só foi observado variações transversais nos teores de matéria orgânica (margem H x margem S x calha F). Segundo Oliveira T.S. *et al.* (2014), maior tamanho dos grãos corresponde a uma maior energia, que pode advir de correntes de fundo com intensidades consideráveis. Segundo os mesmo autores, a calha do estuário do Capibaribe apresenta tamanho de grãos mais grossos, corroborando com os dados do presente estudo.

A toxicidade neste estudo não apresentou correlação com a granulometria e a matéria orgânica, parâmetros que por si só não tem efeito tóxico, embora segundo alguns autores (STUMM & MORGAN, 1981; BAPTISTA-NETO *et al.*, 2008) consideram que grãos mais finos estejam normalmente associados a maior concentração de poluentes devido a interação química destes com a matéria orgânica mais concentrada em sedimentos mais finos.

Todos os 9 metais comparados com os limites internacionais, neste trabalho, apresentaram concentrações acima do limite TEL (nível de efeitos limiares à biota) e apenas Ag e Zn obtiveram concentrações acima do PEL (nível de efeitos prováveis à biota) (Macdonald *et al.*, 1996). No entanto, quando essas concentrações são comparadas com o limite nacional proposto pela Resolução CONAMA nº454/2012,

apenas os metais Cu, Hg, Ni, Pb e Zn apresentaram concentrações acima do limite que indica improvável a ocorrência de efeitos adversos à biota e nenhum metal foi encontrado acima do limite que indica provável a ocorrência de efeitos adversos à biota. O que se sugere que a escolha do limite utilizado para comparação de compostos tóxicos deva ser escolhido com cautela, dependendo do objetivo do trabalho e da permissividade de concentrações que se pode limitar.

O fator de contaminação (FC) indicou 9 metais que ficaram com valores acima de contaminação moderada. Dentre eles o único metal que apresentou alta contaminação em todos os pontos das margens e do ponto F1 foi a Ag, que é considerada por Pedroso (2006) e CCREM (1987), como um dos metais mais tóxicos do ambiente estuarino devido ao seu grau de especiação. Pedroso (2006) por sua vez, estudou o efeito da especiação da Ag no copépodo eurialino *Acartia tonsa* considerando parâmetros de salinidade, alimentação e toxicidade e desequilíbrio iônico e inibição da Na⁺/K⁺-ATPase em nível corporal e concluiu que independente dos parâmetros analisados, a fração mais tóxica da Ag estava sempre biodisponível para os organismos e as moléculas de Na⁺/K⁺-ATPase são sítios-chave na toxicidade aguda em invertebrados eurialinos. O que pode sugerir, que a Ag pode ser um dos principais contaminantes do presente estudo.

A análise de componentes principais (PCA) mostrou uma associação positiva da concentração de metais e ametais (Ag, Cd, Cu, Hg, Mo, P, Pb, Se e Zn) com silte, argila, matéria orgânica e mortalidade dos náuplios. Os pontos que apresentaram toxicidade letal (F1 e H1) também apresentaram as maiores concentrações de alguns metais como o Cr. Estes resultados podem sugerir que a mortalidade tenha sido causada, pelo menos em parte, pelos metais no sedimento, corroborando com o estudo de Oliveira D.D. *et al.* (2014) na Bacia do Pina e Regis (2016) no estuário do rio Capibaribe.

O efeito subletal presente nas amostras da calha do estuário não puderam ser associados a nenhum metal em particular indicando que outros poluentes devam estar influenciando este parâmetro toxicológico. Regis (2016) encontrou altos valores de metais para o mesmo trecho amostrado no presente estudo. Já Moura (2016) encontrou concentrações altas de poluentes orgânicos persistentes (POP's) também no mesmo estuário. O que sugere que pode estar havendo uma sinergia entre compostos orgânicos e inorgânicos (também sugerida nos estudos de Araújo-Castro (2008) para o Porto de SUAPE-PE). Outra possível causa poderia ser a

biodisponibilidade de compostos químicos em ambientes redutores associadas à presença de sulfetos voláteis ácidos (AVS) (Allen *et al.*, 1993), característica da calha na maioria dos estuários impactados e com altos índices de eutrofização (FLORES-MONTES *et al.*, 2011; PAULO *et al.*, 2011; BARKOKÉBAS *et al.*, 2012; NASCIMENTO-FILHO *et al.*, 2013). No presente estudo o sedimento de fundo foi retirado da calha do rio e exposto a concentrações de oxigênio ótimas durante o bioensaio toxicológico, o que tornaria o sedimento capaz de biodisponibilizar para coluna d'água alguns compostos químicos e assim aumentar a toxicidade aos organismos. Mais estudos devem ser feitos para validar esta última hipótese.

6 CONCLUSÕES

Através desse estudo, foi possível concluir que o sedimento do estuário do Capibaribe apresenta variação nos níveis letal e subletal de toxicidade, tanto nas duas margens quanto no fundo. Neste estudo foi possível observar que a calha de um estuário pode ser um ambiente de concentração de contaminantes tanto quanto uma margem deposicional. Em contrapartida, no presente estudo foi observado que a única amostra obtida do material particulado em suspensão não apresentou toxicidade significativa. Desta forma sugere-se uma investigação mais aprofundada no futuro com mais amostras de material particulado em suspensão.

O presente estudo serviu para enfatizar que deve-se analisar a toxidade em um sistema aquífero não somente em macroescala, comparando sua total extensão, mas também em mesoescala, considerando que os parâmetros sedimentológicos e os componentes tóxicos podem variar transversalmente de uma margem a outra e em sua calha.

REFERÊNCIAS

- ALLEN, H.E. 1993. The significance of trace metal speciation for water, sediment and soil quality criteria and standards. *The Science of Total Environment*, p. 23-45, Supplement.
- ARAUJO-CASTRO, C.M.V., SOUZA-SANTOS, L.P., TORREIRO, A.G.A.G., GARCIA, K.S. 2008. Sensitivity of the marine benthic copepod *Tisbe biminiensis* (Copepoda, Harpacticoida) to potassium dichromate and sediment particle size. *Brazilian Journal of Oceanography* v.57, p. 33-41.
- BARKOKÉBAS, B.S.; FLORES-MONTES, M.J. ; FEITOSA, F.A.N; PAULO, J.G.; GASPAR, F.L.; BATISTA, T.N.F. 2011. Estudo do estado trófico da bacia portuária do Recife-PE. In: 3º Congresso Brasileiro de Biologia Marinha, 2011, Natal. 3º Congresso Brasileiro de Biologia Marinha.
- BATPISTA-NETO, J.A. (org.); WALLNER-KERSANACH, M. (org.); PATCHINEELAM, S.M. (org.). 2008. *Poluição Marinha*. Rio de Janeiro: Interciência. 440 p.
- BERNARD. A.M. 1997. Effects of heavy metals in the environment on human health. In: PROST, R. (ed.) *Les Colloques*. Paris, INRA Editions, p.121-131.
- BIRD, E. 2000. *Coastal Geomorphology: an Introduction*. London, UK, Wiley Europe, 340 p.
- BIONE, M.A.A.; DANTAS, R.M.L.; TAVARES, R.G.; ALBUQUERQUE, C.G.; SOARES, T.M.; SILVA, E.F.F. 2009. Poluição do rio Capibaribe por esgoto doméstico. In: *Jornada de Ensino, Pesquisa e Extensão – JEPEX 9*, Recife. UFRPE. p. 1-3.
- CAMARGO, M.G. 2006. Sysgran: um sistema de código aberto para análises granulométricas do sedimento. *Revista Brasileira de Geociências*, v.36, n. 2, p. 371–378.
- CPRH. 2013. Relatório de monitoramento da qualidade da água de bacias hidrográficas do estado de pernambuco. Agência Estadual de Meio Ambiente. Recife, p.50-58.
- CCREM (Canadian Council of Resource and Environment Ministers). 1987. *Canadian Water Quality Guidelines. Task Force on Water Quality Guidelines*. Ottawa, Canada.

- CONAMA. RESOLUÇÃO No 454, 01 DE NOVEMBRO DE 2012. 2012. Estabelece as diretrizes gerais e os procedimentos referenciais para o gerenciamento do material a ser dragado em águas sob jurisdição nacional. 17 p.
- ERICSON, N.R.S.; PINHEIRO, J.H.M.; COSTA, V.P.P.A; CUNHA, C.P.A.; FERREIRA-FILHO, O.L. 2005. Proposições para o sistema de esgotamento sanitário da cidade de Toritama – Pernambuco. XXIII Congresso Brasileiro de Engenharia Sanitária e Ambiental, Associação Brasileira de Engenharia Sanitária e Ambiental. Rio de Janeiro, RJ, Brasil. 19 p. Disponível on-line em <<http://www.bvsde.paho.org/bvsacd/abes23/II-185.pdf>>
- ESKINAZI-LESSA, E. (Org.); LEITAO, S.N. (Org.); COSTA, M. (Org.). 2004. Oceanografia: um cenário Tropical. Recife-PE: Bagaço, 1. Ed. v. 1. p. 761.
- FEITOSA, F.D.N.; NASCIMENTO, F.D.; COSTA, K.D. 1999. Distribuição espacial e temporal da biomassa fitoplânctônica relacionada com parâmetros hidrológicos na Bacia do Pina (Recife, PE). Trabalhos Oceanográficos da Universidade Federal de Pernambuco, v. 27, n. 2, p. 1-13.
- FENILI, L.H.; GOMES, C.C.; ROCHA, V.F.; ZANIN, G.R.; MASUTTI, M.B.; GONÇALVES, C.; SILVERIO, P.F.; LIMA, S.N.P. 2011. Avaliação da concentração de metais e arsênio e sua relação com granulometria e ensaios ecotoxicológicos no canal do Porto de Santos. In: V Simpósio Brasileiro de Oceanografia, 2011, Santos-SP. V Simpósio Brasileiro de Oceanografia - Oceanografia e Políticas Públicas.
- FLORES-MONTES, M. J.; PAULO, J.G.; NASCIMENTO FILHO, G.A.; GASPAR, F.L.; FEITOSA, F.A.N. 2011. The Trophic State of an Urban Estuarine Complex in Northeast Brazil. Journal of Coastal Research, v. 64, p. 408-411.
- FOLK, R.L.; WARD, W.C. 1957. A study in the Significance of Grain-Size Parameters. Journal of Sedimentary Petrology, v. 27, n. 1, p. 3-26.
- HAKANSON, L. 1980. An ecological risk index for aquatic pollution control a sedimentological approach. Water Research, v. 14, n. 8, p. 975–1001.
- KRALIK, M. 1999. A rapid procedure for environmental sampling and evaluation of polluted sediments. Applied Geochemistry. 14, p. 807-816.
- IBGE, 2012. Disponível em <<http://biblioteca.ibge.gov.br/visualizacao/livros/liv59908.pdf>>. Acesso em 19 de março de 2017.
- LAVORANTE, B.R.B.O.; OLIVEIRA, D.D. ; COSTA, B.V.M.; SOUZA-SANTOS, L.P. 2013. A new protocol for ecotoxicological assessment of seawater using

- nauplii of *Tisbe biminiensis* (Copepoda: Harpacticoida). *Ecotoxicology and Environmental Safety*, v. 95, p. 52-59.
- LIMA, R.M.F.; LUZ, J.A.M.. 2001. Análise granulométrica por técnicas que se baseiam na sedimentação gravitacional: Lei de Stokes. *Rev. Esc. Minas, Ouro Preto*, v. 54, n. 2, p. 155-159;
- MACDONALD, D.D.; SCOTTCARR, R.; CALDER, F.; LONG, E.R.; INGERSOLL, C.G. 1996. Development and evaluation of sediment quality guidelines for Florida coastal waters. *Ecotoxicology* v.5, p. 253-278.
- MACIEL, D.C.; COSTA, B.V.M.; SANTOS, L.P.S.; 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* (Online), v. 43, p. 26-37.
- MALLMANN, D.L.B. [et al.]. 2011. Atlas de sensibilidade ambiental ao óleo do litoral de Pernambuco. Recife:Liceu. 208 p.
- MARCONDES, A.C.J. 2009. Sedimentologia e morfologia da Bacia do Pina. Recife-PE. p. 89, Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE. Brasil. Não publicado.
- MAY, P.H.; VEIGA-NETO, F.C.; POZO, O.V.C. 2000. Valoração econômica da biodiversidade: estudos de caso no Brasil. *AMBIENTE*, 200 p.
- MONTEIRO, L.H.U.; SILVA, G.S.; LIMA, L.L.L.; COUTINHO, P.N. 2011. Estudos hidrodinâmicos e hidroquímicos do estuário do rio Capibaribe e Bacia do Pina, Recife – PE. X Simpósio Brasileiro de Oceanografia, n/p, 5 p, Santos. São Paulo, Brasil. Available on-line at <http://vsbo.io.usp.br/trabs/025.pdf>
- MORAES, A.S. 2009. Geoestatística aplicada a geoquímica ambiental no estudo da qualidade dos sedimentos do rio Tatuoca, Complexo Industrial Portuário de Suape. Dissertação de Mestrado. Universidade Federal de Pernambuco.
- MOURA, J.A.S. 2016. Poluentes Orgânicos Persistentes no sedimento do estuário do rio Capibaribe, Recife, Pernambuco. 75 p. Monografia (Graduação). Universidade Federal de Pernambuco, Pernambuco.
- NASCIMENTO-FILHO, G.A.; FLORES-MONTES, M.J.; GASPAR, F.L.; PAULO, J.G.; FEITOSA, F.A.N. 2013. Eutrophication and water quality in a tropical Brazilian estuary. *Journal of Coastal Research*, v. 1, p. 7-12.

- NÓBREGA, A.S.C. 2011. Fontes de contaminação no estuário do rio Capibaribe, Pernambuco. Trabalho de conclusão de curso (Graduação). Universidade Federal de Pernambuco, Recife.
- OLIVEIRA, D.D.; SOUZA-SANTOS, L.P.; SILVA, H.K.P.; MACEDO, S.J. 2014. Toxicity of sediments from a mangrove forest patch in an urban area in Pernambuco (Brazil). *Ecotoxicology and Environmental Safety*, v. 104, p. 373-378.
- OLIVEIRA, T.S.; BARCELLOS, R.L.; SCHETTINI, C.A.F.; CAMARGO, P.B. 2014. Processo sedimentar atual e distribuição da matéria orgânica em um complexo estuarino tropical, Recife, PE, Brasil. *Revista da Gestão Costeira Integrada*, v. 14, p. 399-411.
- PAULO, J.G.; FLORES MONTES, M. J.; CASTRO JUNIOR, A.C.; BATISTA, T. N. F.; TRAVASSOS, R.K.; NASCIMENTO-FILHO, G.A.; FEITOSA, F.A.N.; GASPAR, F.L.; PITANGA, M.E. 2011. Allochthonous and autochthonous organic matter in an urban tropical estuarine area of northeastern Brazil. *Journal of Coastal Research*, v. 64, p. 1798-1801.
- PEDROSO, M.S. 2006. Limiares e mecanismo de toxicidade aguda da prata no Copépode eurialino *Acartia tonsa*. Dissertação (Mestrado). Universidade do Rio Grande. Programa de pós-graduação em Ciências Fisiológicas – Fisiologia animal comparada, Instituto de Ciências biológicas.
- POSTMA, H. 1967. Sediment transport and sedimentation in the estuarine environment. Inc: LAUFF, G.H. (Ed.) *Estuaries*. Washington: American Association for the Advancement of Science. p. 158-179.
- REGIS, C.G. 2016. O uso dos náuplios de *Tisbe biminiensis* (Copépoda: Harpacticoida) na avaliação da toxicidade dos sedimentos do estuário do rio Capibaribe e sua relação com a geoquímica. Dissertação de mestrado. Universidade Federal de Pernambuco, Recife.
- RIBEIRO, A.C.B.; SOUZA-SANTOS, L. 2011. Mass culture and offspring production of marine harpacticoid copepod *Tisbe biminiensis*. *Aquaculture*. v.321, p. 280-288.
- SANTOS, T.G.; BEZERRA-JUNIOR, J.L.; COSTA, K.M.P.; FEITOSA, F.A.N. 2009. Dinâmica da biomassa fitoplanctônica e variáveis ambientais em um estuário tropical (Bacia do Pina, Recife, PE). *Revista Brasileira de Engenharia de Pesca* (ISSN: 1980-587X), 4(1): 95-109, São Luís, MA, Brasil.

- SATAPATHY, D.R.; PANDA, C.R. 2015. Spatio-temporal distribution of major and trace metals in estuarine sediments of Dhamra, Bay of Bengal, India its environmental significance. *Environmental monitoring and assessment*, v. 187, n. 1, p. 4133.
- SCHETTINI, C.A.F.; PAIVA, B.P.; BATISTA, R.A.L.; OLIVEIRA-FILHO, J.C.; TRUCCOLO, E.C. 2016. Observation of an Estuarine Turbidity Maximum in the Highly Impacted Capibaribe Estuary, Brazil. *Brazilian Journal of Oceanography (Online)*, v. 64, p. 185-190.
- SECRETARIA DE SANEAMENTO DO RECIFE. 2008. Disponível em <http://www.slm.pe.gov.br/info_cidade.php>. Acesso em 20 de março de 2017.
- SILVA, M.C. 2000. Estuários – critérios para uma classificação ambiental. *RBRH – Revista Brasileira de Recursos Hídricos*. vol. 5, n.1 Jan/Mar, p. 25-35.
- SILVA, H.K.P. 2004. Concentrações de metais pesados nos sedimentos do estuário do rio Capibaribe, na Região Metropolitana do Recife (RMR) – Pernambuco, Brasil. 132p. Dissertação de Mestrado, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE, Brasil. Não publicado.
- SILVA, H.K.P. 2010. Avaliação das concentrações de metais-traço e suas interações nos sedimentos e biota do Parque dos Manguezais, Região Metropolitana do Recife (RMR), Pernambuco, Brasil. 132p. Tese de Doutorado, Universidade Federal de Pernambuco, Recife, PE, Brasil. Não publicado.
- SOUZA-SANTOS, L.P.; OLIVEIRA, D.D.; LIMA, E.S. 2015. The use of epibenthic copepod *Tisbe biminiensis* nauplii to assess the toxicity of seawater samples in Suape Bay (state of Pernambuco; Brazil). *Ecotoxicology and Environmental Contamination*.10, p. 61-69.
- STUMM, W.; MORGAN, J.J. 1981. *Aquatic Chemistry: an introduction emphasizing chemical equilibria in natural waters*. 2nd ed. New York, John Wiley & Sons – Wiley Interscience Publications. 780 p.
- SUGUIO, K. 1973. *Introdução à sedimentologia*. Editora E. Blücher.
- TABACHNICK, G.; FIDELLI L.S. 2007. *Using multivariate statistics*. Fifth Edition. Boston, MA: Allyn & Bacon/Pearson Education.
- TRAVASSOS, P.E.P.F. 1991. Hidrologia e Biomassa primária do fitoplâncton no estuário do rio Capibaribe, Recife, Pernambuco. 288f. Dissertação de mestrado. Universidade Federal Rural de Pernambuco, Recife.

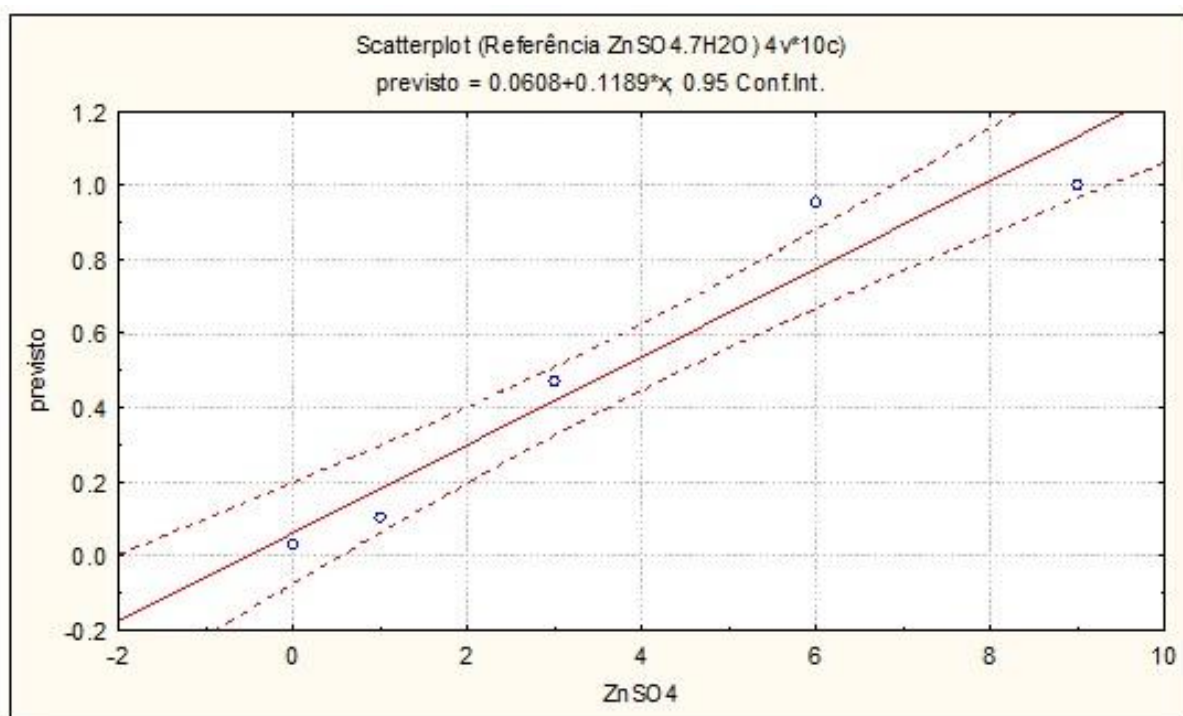
- TRAVASSOS, P.E.P.F., MACEDO, S.J.; KOENING, M.L. 1991/93. Aspectos hidrológicos do estuário do rio Capibaribe (Recife- PE- Brasil). *Trabalhos Oceanográficos*, Recife, v.22, p. 9-38.
- TUREKIAN, K.K.; WEDEPOHL, K.H. 1961. Distribution of the Elements in Some Major Units of the Earth's Crust. *Geological Society of America Bulletin*, v. 72, n. 2, p. 175.
- TYSON, R.G. 1995. *Sedimentary Organic Matter: Organic facies and palynofacies*. p.615, Chapman & Hall, London, U.K. ISBN: 978-94-010-4318-2.
- USEPA, Environmental Protection Agency. 1992. *Understanding Variation in Partition Coefficient, K_d, Values – Volume I: The K_d Model, Methods of Measurements and Application of Chemical Reaction Codes*, EPA/402-R-99-004A. Office of Air and Radiation, Washington. 212p.
- VOLKMANN-ROCCO, B. 1973. *Tisbe biminiensis* (Copepoda, Harpacticoida) a new species of the *Gracilis* group. *Arch. Oceanogr. Limnol.* 18: 71-90.
- XAVIER, D.A. 2017. *Sedimentação recente do médio e baixo estuário do rio Capibaribe, Recife – Pernambuco*. Tese de doutorado. Universidade Federal de Pernambuco.

APÊNDICES

Apêndice A. Coordenadas geográficas dos 15 pontos de amostragem no estuário do rio Capibaribe.

Amostras	Latitude (S)	Longitude (O)
S1	8° 3'43,42"	34°54'3,92"
S2	8° 3'47,58"	34°54'4,35"
S3	8° 3'50,98"	34°54'4,54"
S4	8° 3'54,14"	34°54'4,29"
S5	8° 3'58,97"	34°54'3,19"
H1	8° 3'43,86"	34°54'1,63"
H2	8° 3'47,61"	34°54'2,17"
H3	8° 3'51,12"	34°54'1,86"
H4	8° 3'52,47"	34°54'1,72"
H5	8° 3'57,20"	34°54'0,62"
F1	8° 3'43,46"	34°54'2,77"
F2	8° 3'47,93"	34°54'3,31"
F3	8° 3'51,04"	34°54'3,49"
F4	8° 3'54,30"	34°54'3,07"
F5	8° 3'58,82"	34°54'2,00"

Apêndice B. Análise de Probit para encontrar a concentração letal para 50% (CL₅₀) dos organismos utilizados no teste ecotoxicológico pelo programa estatístico Statistica.



Apêndice C. Valores de p no teste-T entre as amostras de sedimento do rio Capibaribe e o sedimento controle.

Estações	Pontos	% Sobrevivência	%Desenvolvimento
1	MS	p=0,09	p=0,47
	S	p=0,04*	p=0,06
	F	p=0,40	p=0,01*
	H	p=0,02*	p=0,07
2	S	p=0,25	p=0,97
	F	p=0,71	p=0,40
	H	p=0,18	p=0,24
3	S	p=0,09	p=0,58
	F	p=0,30	p=0,01*
	H	p=0,18	p=0,13
4	S	p=0,30	p=0,7
	F	p=0,44	p=0,003*
	H	p=0,23	p=0,51
5	S	p=0,57	p=0,62
	F	◆	◆
	H	p=0,20	p=0,12

*Asteríscos indicam diferença significativa com o controle;

◆ Losangos indicam que não houve amostragem nesse ponto.

Apêndice D. Tabela com concentrações ($\mu\text{g.g}^{-1}$) dos 23 metais e 2 ametais obtidos nas amostras de sedimento do estuário do rio Capibaribe e do sedimento controle do estuário do rio Paripe, em abril de 2016.

Met./ Amet.	Amostras														
	Controle	S1	S2	S3	S4	S5	H1	H2	H3	H4	H5	F1	F2	F3	F4
Ag	0,1	1,49	1,44	1,79	2,57	3,14	0,47	1,22	1,41	1,69	1,31	0,5	0,05	0,1	0,08
Al	13800	30800	23500	25300	28200	24200	30800	19000	20400	25200	21900	1500	800	1900	1200
As	10	5	3	4	5	5	2	3	5	10	4	0,5	0,5	0,5	0,5
Ba	25	73	110	128	64	90	153	112	93	55	84	24	70	22	17
Ca	72800	4100	7300	8800	9400	11700	4500	5400	6400	5600	9700	600	1100	3200	1700
Cd	0,1	0,51	0,6	0,66	0,53	0,71	0,35	0,53	0,64	0,64	0,54	0,03	0,005	0,03	0,03
Cr	38	68	56	60	65	59	68	49	55	60	60	3	5	8	3
Cu	7,2	88,8	71,6	80,1	89,7	85,4	57,6	70,9	74,8	83,8	74	6,5	8,9	11,9	6,1
Fe	17700	40400	3200	33600	39300	3300	41700	28800	30700	35400	32600	200	3900	6200	200
Hg	0,1	0,63	0,44	0,43	0,38	0,46	0,18	0,4	0,36	0,27	0,37	0,02	0,02	0,04	0,05
K	2400	3700	3700	3300	3900	3600	2900	2800	3200	3400	3700	200	300	400	200
Mg	8600	600	700	5900	6900	6700	4600	500	5400	6300	6600	300	200	400	300
Mn	83	166	166	178	165	123	404	162	139	153	128	19	19	39	27
Mo	3,19	3,84	3,15	4,36	4,35	5,23	1,65	2,73	3,84	3,6	3,78	0,2	0,38	0,54	0,21
Na	20800	5300	14600	3600	900	5700	100	5500	3300	600	9900	200	100	500	200
Ni	5,3	19,7	18,6	20,3	19,2	20,3	22,2	16,6	18,1	15,9	19,1	0,25	3,2	4,1	0,25
P	695	1712	1621	1892	1719	1772	1913	1838	1532	1579	1609	137	77	142	109
Pb	13,5	43,1	47,6	50,6	41,2	48,9	38,4	51,2	46,3	41,5	46	4,7	2,2	4,8	3,2
Se	1	0,5	0,5	1	1	2	1	1	1	2	1	0,5	0,5	0,5	0,5
Sr	804	60,7	88,4	96,3	112	132,6	41,6	62,4	75,7	77,2	113	7,7	7,6	18,4	14,3
Ti	200	400	500	500	400	500	400	400	500	400	500	50	50	50	50
V	26	70	58	64	69	62	76	52	52	58	61	2	3	6	1
W	0,1	0,05	0,3	0,3	0,05	0,3	0,05	0,3	0,2	0,05	0,2	0,05	0,05	0,05	0,05
Zn	35	286	233	281	282	287	188	227	252	255	238	13	33	14	12
Zr	1,7	2,9	3,3	2,6	3	2,7	2,7	2,6	3	3	2,9	0,25	1,4	1,6	0,25

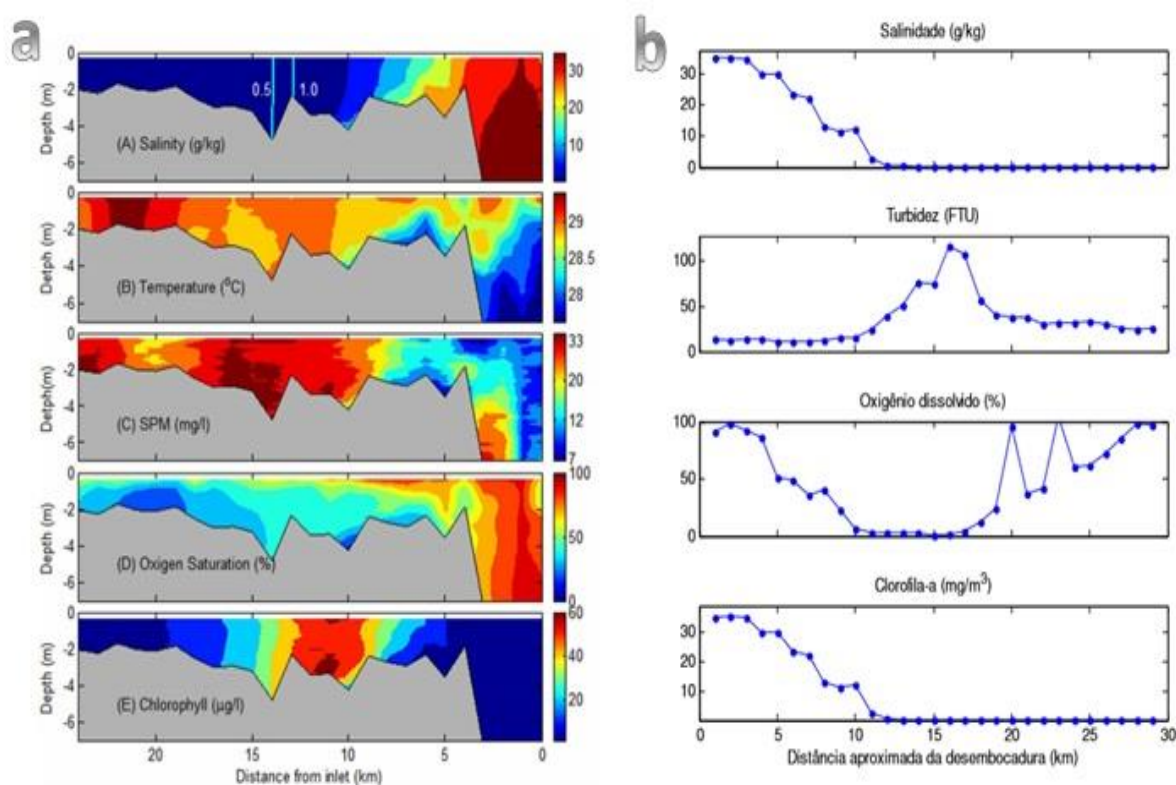
Apêndice E. Valores calculados do fator de contaminação (FC) para todos os 23 metais e 2 ametais obtidos no sedimento do estuário do rio Capibaribe e do sedimento controle do estuário do rio Paripe, em abril de 2016.

Met./ Amet.	Amostras														
Controle	S1	S2	S3	S4	S5	H1	H2	H3	H4	H5	F1	F2	F3	F4	
Ag	1,43	21,29	20,57	25,57	36,71	44,86	6,71	17,43	20,14	24,14	18,71	7,14	0,71	1,43	1,14
Al	0,17	0,39	0,29	0,32	0,35	0,30	0,39	0,24	0,26	0,32	0,27	0,02	0,01	0,02	0,02
As	0,77	0,38	0,23	0,31	0,38	0,38	0,15	0,23	0,38	0,77	0,31	0,04	0,04	0,04	0,04
Ba	0,04	0,13	0,19	0,22	0,11	0,16	0,26	0,19	0,16	0,09	0,14	0,04	0,12	0,04	0,03
Ca	3,29	0,19	0,33	0,40	0,43	0,53	0,20	0,24	0,29	0,25	0,44	0,03	0,05	0,14	0,08
Cd	0,33	1,70	2,00	2,20	1,77	2,37	1,17	1,77	2,13	2,13	1,80	0,10	0,02	0,10	0,10
Cr	0,42	0,76	0,62	0,67	0,72	0,66	0,76	0,54	0,61	0,67	0,67	0,03	0,06	0,09	0,03
Cu	0,16	1,97	1,59	1,78	1,99	1,90	1,28	1,58	1,66	1,86	1,64	0,14	0,20	0,26	0,14
Fe	0,38	0,86	0,68	0,71	0,83	0,70	0,88	0,61	0,65	0,75	0,69	0,04	0,08	0,13	0,04
Hg	0,25	1,58	1,10	1,08	0,95	1,15	0,45	1,00	0,90	0,68	0,93	0,05	0,05	0,10	0,13
K	0,09	0,14	0,14	0,12	0,15	0,14	0,11	0,11	0,12	0,13	0,14	0,01	0,01	0,02	0,01
Mg	0,57	0,40	0,47	0,39	0,46	0,45	0,31	0,33	0,36	0,42	0,44	0,02	0,01	0,03	0,02
Mn	0,10	0,20	0,20	0,21	0,19	0,14	0,48	0,19	0,16	0,18	0,15	0,02	0,02	0,05	0,03
Mo	1,23	1,48	1,21	1,68	1,67	2,01	0,63	1,05	1,48	1,38	1,45	0,08	0,15	0,21	0,08
Na	2,17	0,55	1,52	0,38	0,94	0,59	0,10	0,57	0,34	0,63	1,03	0,02	0,01	0,05	0,02
Ni	0,08	0,29	0,27	0,30	0,28	0,30	0,33	0,24	0,27	0,23	0,28	0,00	0,05	0,06	0,00
P	0,99	2,45	2,32	2,70	2,46	2,53	2,73	2,63	2,19	2,26	2,30	0,20	0,11	0,20	0,16
Pb	0,68	2,16	2,38	2,53	2,06	2,45	1,92	2,56	2,32	2,08	2,30	0,24	0,11	0,24	0,16
Se	1,67	0,83	0,83	1,67	1,67	3,33	1,67	1,67	1,67	3,33	1,67	0,83	0,83	0,83	0,83
Sr	2,68	0,20	0,29	0,32	0,37	0,44	0,14	0,21	0,25	0,26	0,38	0,03	0,03	0,06	0,05
Ti	0,04	0,09	0,11	0,11	0,09	0,11	0,09	0,09	0,11	0,09	0,11	0,01	0,01	0,01	0,01
V	0,20	0,54	0,45	0,49	0,53	0,48	0,58	0,40	0,40	0,45	0,47	0,02	0,02	0,05	0,01
W	0,06	0,03	0,17	0,17	0,03	0,17	0,03	0,17	0,11	0,03	0,11	0,03	0,03	0,03	0,03
Y	0,37	0,62	0,61	0,62	0,58	0,62	0,67	0,57	0,62	0,54	0,60	0,05	0,03	0,06	0,05
Zn	0,37	3,01	2,45	2,96	2,97	3,02	1,98	2,39	2,65	2,68	2,51	0,14	0,35	0,15	0,13
Zr	0,01	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,00	0,01	0,01	0,00

ANEXOS

Anexo 1. a) Distribuição em área da salinidade (g.kg^{-1}), temperatura ($^{\circ}\text{C}$), material particulado em suspensão (MPS, mg.L^{-1}), saturação de oxigênio dissolvido (%) e clorofila ($\mu\text{g.L}^{-1}$) ao longo do estuário do Capibaribe em 11 de outubro de 2013. b) Distribuição longitudinal da salinidade (g.kg^{-1}), partícula orgânica suspensa (mg.L^{-1}), concentração de volume da partícula ($\mu\text{g.L}^{-1}$), média do tamanho da partícula (μg) e transmitância (%) no estuário do rio Capibaribe em 11 de outubro de 2013.

Fonte: Schettini et al. (2016).



Anexo 2. Valores background médios para xistos (rochas metamórficas, mas de origem sedimentar – argilas) de metais e ametais. Concentrações expressas em $\mu\text{g.g}^{-1}$, proposto por Turekian & Wedepohl (1961) para cálculo do fator de contaminação (FC).

Metais/Ametais	Valores de <i>background</i> ($\mu\text{g.g}^{-1}$) (Turekian & Wedepohl, 1961)
Ag	0,07
Al	80000
As	13
Ba	580
Ca	22100
Cd	0,3
Cr	90
Cu	45
Fe	47200
Hg	0,4
K	26600
Mg	15000
Mn	850
Mo	2,6
Na	9600
Ni	68
P	700
Pb	20
Se	0,6
Sr	300
Ti	4600
V	130
W	1,8
Zn	95
Zr	160