



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
MUSEU PARAENSE EMÍLIO GOELDI
EMBRAPA AMAZÔNIA ORIENTAL
INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS AMBIENTAIS – PPGCA**

ZONEIBE AUGUSTO SILVA LUZ

**PADRÕES ECOLÓGICOS DE TUBARÕES (SUPERORDEM:
SELACHIMORPHA) FÓSSEIS E RECENTES OBTIDOS A PARTIR DE
ISÓTOPOS ESTÁVEIS E SUAS CONSIDERAÇÕES PARA MANEJO E
CONSERVAÇÃO**

**BELÉM
2016**



**UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
MUSEU PARAENSE EMÍLIO GOELDI
EMBRAPA AMAZÔNIA ORIENTAL
INSTITUTO DE GEOCIÊNCIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS AMBIENTAIS – PPGCA**

ZONEIBE AUGUSTO SILVA LUZ

**PADRÕES ECOLÓGICOS DE TUBARÕES (SUPERORDEM:
SELACHIMORPHA) FÓSSEIS E RECENTES OBTIDOS A PARTIR DE
ISÓTOPOS ESTÁVEIS E SUAS CONSIDERAÇÕES PARA MANEJO E
CONSERVAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Ambientais do Instituto de Geociências da Universidade Federal do Pará (UFPA), Museu Paraense Emílio Goeldi (MPEG) e Embrapa Amazônia Oriental, como requisito para obtenção do grau de Mestre em Ciências Ambientais.
Área de concentração: Ecossistemas Amazônicos
Orientador: Prof. Dr. Peter Mann de Toledo

**BELÉM
2016**

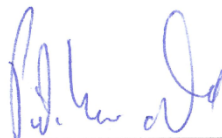
ZONEIBE AUGUSTO SILVA LUZ

**PADRÕES ECOLÓGICOS DE TUBARÕES (SUPERORDEM:
SELACHIMORPHA) FÓSSEIS E RECENTES OBTIDOS A PARTIR DE
ISÓTOPOS ESTÁVEIS E SUAS CONSIDERAÇÕES PARA MANEJO E
CONSERVAÇÃO**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós Graduação em Ciências Ambientais, Instituto de Geociências da Universidade Federal do Pará em parceria com o Museu Paraense Emílio Goeldi e a Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária da Amazônia Oriental, como requisito para obtenção do título de Mestre em Ciências Ambientais. Área em Clima e Dinâmica Socioambiental na Amazônia.

Data de aprovação: 12 / 02 / 2016

Banca Examinadora:

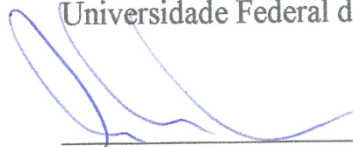


Orientador

Prof. Dr. Peter Mann de Toledo
Doutor em Geologia
Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais



Profª. Dra. Sue Anne Regina Ferreira da Costa
Doutora em Geologia e Geoquímica
Universidade Federal do Pará



Prof. Dr. Marcelo Cancela Lisboa Cohen
Doutor em Biologia Química
Universidade Federal do Pará



Prof. Dr. Edson José Paulino da Rocha
Doutor em Meteorologia
Universidade Federal do Pará

Dados Internacionais de Catalogação de Publicação (CIP)
Sistema de Bibliotecas da UFPA

Luz, Zoneibe Augusto Silva, 1989-

Padrões ecológicos de tubarões (superordem: selachimorpha) fósseis e recentes obtidos a partir de isótopos estáveis e suas considerações para manejo e conservação / Zoneibe Augusto Silva Luz. – 2016.

Inclui bibliografias

Orientador: Peter Mann de Toledo

Dissertação (Mestrado) – Universidade Federal do Pará, Instituto de Geociências, Programa de Pós-Graduação em Ciências Ambientais, Belém, 2016.

1. Tubarão (Peixe) - Habitat (Ecologia) - Amazônia. 2. Carbono isótopos. 3. Isótopos estáveis. 4. Dentes de tubarão. 5. Tubarão (Peixe) – Formação Pirabas. I. Título.

CDD 22. ed. 597.3

AGRADECIMENTOS

Agradeço primeiramente à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela concessão da bolsa de mestrado, ao Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) Uso da Terra e Biodiversidade na Amazônia pelo apoio financeiro para execução das análises, e à Universidade de Lausanne (UNIL) pelo auxílio institucional para as atividades no laboratório do Instituto das Dinâmicas da Superfície Terrestre (IDYST).

À Universidade Federal do Pará (UFPA) e ao Programa de Pós-Graduação de Ciências Ambientais (PPGCA) pela oferta do curso realizado.

Ao meu orientador Peter Mann de Toledo não somente pelo conhecimento e orientação fornecidos, mas por inspirar e guiar em como tornar-se um pesquisador da região Amazônica.

Aos meus familiares e amigos que acompanharam a minha trajetória, em especial, ao meu pai Raimundo quem dentre tantos foi um dos principais em tornar este trabalho possível, minha mãe, irmãs, sobrinha e a Fanny pela força, paciência e parceria durante todo este trajeto.

Aos pesquisadores também envolvidos na construção tanto científica quanto humana desta pesquisa: Msc. Heloísa Maria Moraes Santos e Dra. Sue Anne Regina Ferreira da Costa e toda equipe do MPEG pelo material e coletas na Formação Pirabas; Dr. László Kocsis e Dr. Tosten Vennemann pelo convite e imprescindível assistência para a preparação das amostras no exterior; Dr. Orangel Aguilera e Dr. Jorge Carrillo-Briceño pela doação do material caribenho; Dr. Wolmar Wosiacki e a Msc. Izaura Maschio pelo auxílio com as amostras recentes e consulta do acervo de ictiologia.

Aos amigos de mestrado e trabalho, principalmente a Msc. Ana Paula Linhares e Msc. Julie França pelas longas horas de paciência em debater assuntos; ao João Daniel Moura pela contribuição na preparação das amostras; e ao Dr. Denys Ferreira pela ajuda com algumas imagens.

A todos meus amigos que sempre estiveram comigo e apoiaram em todos os momentos durante essa caminhada, os quais eu nunca esquecerei.

RESUMO

Tubarões sofrem declínios de volume em numerosas partes do globo, necessitando cada vez mais de metodologias complementares para a compreensão de seus traços biológicos. Ampliando o espectro de análise desses parâmetros para o passado, esta pesquisa teve como objetivo interpretar as características ecológicas de tubarões atuais e fósseis através da análise de isótopos estáveis de carbono e oxigênio, visando gerar subsídios para ações de conservação biológica. No total, 46 dentes de diversas localidades foram utilizados, em sua maioria oriundos da zona costeira da região Amazônica, mas também provenientes de depósitos fossilíferos proto-Caribenhos. Empregaram-se análises isotópicas na estrutura do carbonato e fosfato destas bioapatitas e preferencialmente o enamelóide foi amostrado para reduzir possibilidades de contaminação nas amostras. Uma fileira de dentes analisada de um grupo recente exibiu fortes correlações entre as variáveis envolvidas (carbono e oxigênio), potencialmente sinalizando a existência de um fracionamento isotópico na estrutura do carbonato em consonância com o crescimento dentário. Os resultados do oxigênio no fosfato variaram entre 18,9‰ até 21,4‰, indicando paleotemperaturas onde estes animais habitaram de 21,6°C a 30,6°C. Através de testes estatísticos, três grupos distinguiram-se a partir dos valores observados: grupo Pirabas (tubarões fósseis da Formação Pirabas), grupo Recente (tubarões extantes da região costeira Amazônica) e grupo não-Pirabas (tubarões fósseis proto-Caribenhos). Considerações ambientais globais, regionais e biológicas destes indivíduos foram levantadas para compreender estas distintas assinaturas químicas. Influências oceanográficas e mudanças nos padrões planetários parecem justificar a peculiaridade das medidas encontradas no grupo não-Pirabas. Por outro lado, estabilidade ecológica verificada comparando as paleotemperaturas do grupo Pirabas com o grupo Recente sugere a resiliência do grupo em manter nichos de atuação similares durante o tempo geológico na região Amazônica. Entretanto, também insinua sua preferência em nadar dentro de condições específicas para obter um melhor desempenho fisiológico. O padrão ecológico de atuação proposto para os tubarões da Região Norte (23°C-30°C), além das paleointerpretações aqui realizadas a respeito do grupo devem ser incorporadas na elaboração de planos de manejo e conservação, pois reforçam o conhecimento científico existente sobre este *táxon*.

Palavras-chave: Amazônia. Isótopos estáveis. Dentes de tubarões. Formação Pirabas.

ABSTRACT

Sharks populations are declining drastically in many parts of the world, demanding new complementary approaches for the comprehension of biological characteristics. Amplifying the temporal range of investigation to the Miocene past (23 Ma), this research had as objective interpret ecological features from extant and fossil sharks by the way of stable isotopes measurements of carbon and oxygen, looking to generate intellectual basis for management and conservation plans. In total, 46 teeth of several localities were utilized, most are from the coastal region of eastern Amazonia, but also from proto-Caribbean fossiliferous deposits. Isotopic analysis were employed in the distinct bioapatites structures: carbonate and phosphate, where the enameloid was preferentially uptaken in the samples to reduce possibilities of collect unoriginal chemical signatures. A tooth file analyzed from extant specimens exhibited strong correlations among the involved variables (carbon and oxygen), potentially signaling an isotopic fractionation effect in the carbonate structure varying in accordance with tooth development. Oxygen in phosphate results ranged between 18,9‰ to 21.4 ‰, indicating paleotemperatures where these animals lived around 21,6°C to 30,6°C. Statistical tests were performed in the observed values, allowing the discrimination of three groups: Pirabas group (fossil sharks of Pirabas Formation) Recent group (extant sharks of the Amazon coastal region) and non-Pirabas group (fossil sharks of proto-Caribbean deposits). Global, regional and biological environmental considerations about these individuals were revised to understand their distinct chemical signatures. Oceanographic influences and changes in planetary patterns seem to justify some peculiarities of the measures found in non-Pirabas group. On the other hand, the ecological stability verified comparing the paleotemperatures of the Pirabas group with the Recent group suggests resilience on the part of these sharks, by maintaining similar ecological niches during geological time in the Amazon region. However, it also implies a biological preference for swimming in specific conditions for a better physiological performance. The ecological pattern of activity proposed for the sharks of the northern Brazil (23°C-30°C), in addition to paleointerferences about the group here realized should be incorporated in future plans of management and conservation of elasmobranchs, as they reinforce the existing scientific knowledge concerning this *táxon*.

Keywords: Amazon. Stable isotopes. Shark's teeth. Pirabas Formation.

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1.** Quatro tipos distintos de tubarões: (A) Tubarões pintados (Coral catshark, *Atelomycterus marmoratus*) da família Scyliorhinidae; (B) Tubarão-branco (*Carcharodon carcharias*) da família Lamnidae; (C) Tubarão-anjo japonês (*Squatina japonica*) da família Squatinidae; (D) Tubarão galha-branca-oceânico (*Carcharhinus longimanus*) da família Carcharhinidae. 14
- Figura 2.** Tubarão-cinzentos-dos-recifes (*Carcharhinus amblyrhynchos*) encontrado morto em uma área de proteção em Raja Ampat, noroeste da Nova Guiné. Possivelmente mais um espécime descartado após a retirada de suas nadadeiras. 16
- Figura 3.** Tubarão-cinzentos-dos-recifes (*Carcharhinus amblyrhynchos*) encontrado morto em uma área de proteção em Raja Ampat, noroeste da Nova Guiné. Possivelmente mais um espécime descartado após a retirada de suas nadadeiras. 18
- Figura 4.** Barbatanas de tubarão pescadas ilegalmente no estado do Pará. A apreensão é conhecida como a maior no país envolvendo este produto, que seria destinado ao mercado Asiático. 21
- Figura 5.** Através da telemetria por satélite, padrões de movimento de espécimes diferentes de Tubarão-de-pontas-negras-do-recife (*Carcharhinus melanopterus*) foram observadas no Pacífico central por três anos aproximadamente. A metodologia permite analisar como tubarões interagem com o espaço de seu habitat em macro-escala. 22
- Figura 6.** Grãos de pólen coletados e identificados em vários níveis de uma sequência estratigráfica permitiram detectar a existência de plantas de baixas temperaturas adaptadas na Amazônia a 40 mil anos atrás. (A) Modelo geomorfológico proposto para o sítio de estudo; (B) Representante atual de um dos gêneros encontrados, "Amieiro" (*Alnus glutinosa*). 23
- Figura 7.** Representação geral das zonas oceânicas com destaque para os limites da província nerítica, local onde preferencialmente os seláquios mencionados habitam. 26
- Figura 8.** Modelo hipotético da configuração da linha de costa do estado do Pará durante (A) o Mioceno Inferior (23 ma) e (B) atualmente, e seus subambientes associados. 27
- Figura 9.** Mapa paleogeográfico da Amazônia e costa do Atlântico no norte da América do Sul em dois momentos: (A) Durante o Mioceno médio (~14 ma) onde o Arco Purus impede o contato entre as duas bacias então existentes no período e; (B) quando o sistema fluvial do oeste amazônico entra em contato com a porção leste formando um rio transcontinental, o rio Amazonas atual. F - Foz da Bacia do Amazonas; A - Bacia paleozóica do Amazonas; S - Bacia paleozóica do Solimões. 28
- Figura 10.** Distribuição do $\delta^{13}\text{C}$ no ecossistema. Setas indicam o fluxo de CO_2 . Números nos compartimentos significam o valor de $\delta^{13}\text{C}$ (‰) e números nas setas indica o fracionamento que ocorre durante a transferência. COP: Carbono Orgânico Particulado, COD: Carbono Orgânico Dissolvido. 31

Figura 11. Composição isotópica de oxigênio no fosfato de um tubarão branco (<i>Carcharodon carcharias</i>) e sua variação entre estruturas (dentina e esmalte). Assim como outros grupos recentes testados e fósseis, a diferença dos resultados em tubarões é mínima.....	33
Figura 12. Diagrama Conceitual multidisciplinar criado com o intuito de facilitar a percepção do leitor para a pesquisa aqui desenvolvida: (A) Base do estudo a qual envolve aspectos biológicos, paleontológicos e geoquímicos; (B) Tipo de estruturas analisadas quimicamente nos dublês disponíveis; (C) Áreas do conhecimento requeridas para a interpretação dos dados obtidos; (D) Utilização dos resultados e sua contribuição na preparação de ações e planos de manejo e conservação.....	36
Figura 13. Mapa da área de estudo, com destaque em vermelho para a região costeira de onde provém as amostras recentes (à esquerda); e localidades das amostras fósseis (à direita).	40
Figura 14. Dentes de tubarões do gênero <i>Galeocerdo</i> em vista lingual, (A) antes do processo de desgaste da raiz/dentina e (B) depois, ilustrando a estrutura interna da dentina e o esmalte (parte externa). Escala: 5 mm.	44
Figura 15. Gráficos de dispersão com linha de tendência apresentando a correlação (A) obtida na primeira análise isotópica e (B) no reteste.	49
Figura 16. Múltiplos testes estatísticos aplicados nos três grupos considerados de acordo com a procedência das amostras (fósseis proto-caribenhos, fósseis da Formação Pirabas e grupos atuais). De cima para baixo: Tukey's pairwise; Mann-Whitney pairwise; Kruskal-Wallis; One-way ANOVA.....	52
Figura 17. Resumo Gráfico	53
Figura 18. Depósitos fossilíferos da América do Sul e Central (em vermelho), e área costeira (em laranja) de onde foram utilizados os espécimes para a pesquisa. (A) Localidades da Formação Pirabas e áreas da plataforma interna aqui amostradas; (B) sítios da Formação Cantaure e Caujarao no norte da Península de Fálcon, norte da Venezuela; (C) localização da Formação Chagres na costa de Abajo Colon, norte do Panamá; e (D) localidades da Formação Jimol e Castilletes da Península Alta Guajira, norte da Colômbia.....	57
Figura 19. Representação cronoestratigráfica das unidades geológicas estudadas e suas correlações de acordo com intervalos do Mioceno.....	57
Figura 20. Composições isotópicas de oxigênio e suas relações em função do isótopo de oxigênio da água e temperatura. As linhas tracejadas (vermelha, amarela e azul) são os isoterms calculados a partir da equação de Lécuyer et al. (2013). (A) As linhas pontilhadas em marrom cercam as composições isotópicas analisadas do grupo-Pirabas, e representam a variação estimada da água do oceano ($\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$) para o Mioceno inferior. As linhas tracejadas de (B) cercam os resultados do grupo Recente, representando variação atual observada por Karr & Showers (2002) em águas da zona costeira Amazônica.....	67

Figura 21. Representação em boxplot dos valores de $\delta^{18}\text{OPO}_4$ por grupo. A linha tracejada subdivide o raio de condições predominantemente marinhas (branco) para salobras (cinza).	74
Figura 22. Inferências paleogeográficas da América Central em dois intervalos: 6 e 22 milhões de anos. Até o fechamento do istmo, células marinhas profundas e frias adentraram o mar do Caribe.	76
Figura 23. Mandíbula de tubarão em seção transversal, ilustrando a reposição e direção do desenvolvimento dentário para a parte externa.....	80

LISTA DE TABELAS

- Tabela 1.** Lista das siglas adotadas para cada exemplar utilizado na pesquisa, suas respectivas localidades e observações a respeito de alguns grupos..... 42
- Tabela 2.** Composição isotópica do carbono e oxigênio no carbonato dos exemplares avaliados, e suas respectivas % de carbonato em relação ao peso total da amostra. Em azul, fósseis da Formação Pirabas; em verde, recentes da zona costeira da Amazônia Oriental; em branco, fósseis de unidades fossilíferas proto-Caribenhas. 47
- Tabela 3.** Composição isotópica de carbono e oxigênio no carbonato em espécimes recentes, com destaque para a fileira sequencial de dentes amostrada de *Carcharhinus leucas*. A amostra CL-I representa o exemplar mais externo (antigo) e o CL-VI o mais interno (novo). 49
- Tabela 4.** Composição isotópica do oxigênio no fosfato dos exemplares avaliados. 51
- Tabela 5.** Composição isotópica do oxigênio no fosfato dos exemplares avaliados e seu valor de enriquecimento na estrutura do carbonato durante a reprecipitação. 65

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	12
1.1	O que são tubarões e qual sua importância	13
1.2	Uma visão do passado, uma perspectiva no futuro	22
1.3	Isótopos estáveis e suas variações em tubarões	29
1.4	Um Diagrama Conceitual multidisciplinar	35
2	HIPÓTESE	38
3	OBJETIVOS	39
3.1	Objetivo Geral	39
3.2	Objetivos Específicos	39
4	MATERIAL E MÉTODOS	40
4.1	Área de Estudo e Material	40
4.2	Métodos	43
4.2.1	Procedimentos experimentais.....	43
4.2.2	Análises de $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$ no Carbonato (CO_3).....	45
4.2.3	Análise de $\delta^{18}\text{O}$ no Fosfato (PO_4).....	45
4.2.4	Diagênese.....	46
5	RESULTADOS	47
5.1	Diagênese	47
5.2	Composições isotópicas do carbonato na bioapatita de espécimes recentes (enamelóide)	47
5.3	Composições isotópicas do fosfato na bioapatita	50
5.4	Artigo elaborado para uma revista com enfoque paleontológico/geológico	53
5.4.1	Evidências de um 'paleoberçário' na Amazônia: Análises de isótopos estáveis de oxigênio no fosfato em dentes fósseis e recentes de tubarões, do norte do Brasil (Formação Pirabas) e localidades Caribenhas (Formações Cantaure, Caujarao, Jimol, Castilletes e Chagres).....	53
	RESUMO GRÁFICO	53
	RESUMO	54
5.4.2	Introdução.....	54
5.4.3	Contexto geológico.....	56
5.4.3.1	Formação Pirabas.....	58
5.4.3.2	Formação Cantaure.....	59
5.4.3.3	Formação Caujarao.....	59
5.4.3.4	Formação Jimol.....	60
5.4.3.5	Formação Castilletes.....	60
5.4.3.6	Formação Chagres.....	61
5.5	Material e Métodos	61
5.6	Resultados	64
5.7	Discussão	66
5.7.1	Um sinal regional?.....	66
5.7.2	Forçantes globais e oceanográficas sobre as condições ambientais.....	73
5.8	Conclusões	77
6	DISCUSSÃO	79
6.1	Diagênese	79
6.2	Composições isotópicas do carbonato na bioapatita de espécimes recentes	79
6.3	Considerações biológicas para medidas de conservação e manejo	81
7	CONSIDERAÇÕES FINAIS	85

REFERÊNCIAS	86
ANEXOS	105
ANEXO A - Procedimentos químicos: separação química realizada para análises de isótopos estáveis no Carbonato e Fosfato	106
ANEXO B - Dados complementares sobre os passos descritos no Anexo anterior, da preparação das amostras.	110
ANEXO C - Texto original para o artigo de enfoque geológico/paleontológico	112

1 INTRODUÇÃO

Atualmente, diversos grupos biológicos existentes no sistema terrestre têm sua permanência ameaçada devido aos impactos diretos e indiretos impostos pela atividade antropogênica. Estas perturbações também têm incidência entre os tubarões. Este grupo de peixes cartilagosos vive em variados ambientes marinhos e continentais há mais de 400 milhões de anos, e são animais essenciais para sustentar o equilíbrio de diversas cadeias tróficas. Sua funcionalidade ecológica como predadores contribui inclusive na manutenção da vegetação de ecossistemas costeiros (GROGAN; LUND; GREENFEST-ALLEN, 2012; ATWOOD et al., 2015).

Os tubarões atualmente são muito procurados principalmente por suas barbatanas, mas ocasionalmente são capturados no processo de pesca de outras espécies. Dados recentes mostram que sofrem declínios quantitativamente significativos reportados de até 90% em algumas regiões (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005).

Embora ações de manejo e conservação já tenham sido colocadas em exercício para este grupo em várias partes do globo, seu baixo valor econômico comparado a outros peixes comerciais torna difícil o desenvolvimento de pesquisas sobre os processos ecológicos. Estas são fundamentais como subsídios a planejamentos voltados à conservação biológica (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; SIMPFENDORFER et al., 2011). Por serem animais aquáticos de grande mobilidade e migrarem ao longo da vida, o acesso aos processos biológicos exige novas metodologias complementares visando auxiliar na elucidação do comportamento destes.

Os dados de geologia histórica têm sido cada vez mais empregados nos estudos de organismos atuais visando à compreensão de suas dinâmicas ecológicas. Observar o passado e entender de que maneira os seres interagem com o meio ambiente, em períodos pré-datando a chegada e influência do homem, deve ser considerado como uma metodologia complementar às informações ecológicas, principalmente na elaboração de planos de manejo (FROYD; WILLIS, 2008). Esta abordagem histórica sobre padrões de comportamento e preferências ecológicas contribui para analisar determinado grupo zoológico e estabelecer os limites de adaptação a diferentes condições ambientais no tempo evolutivo e no espaço.

Dentre os diversos métodos disponíveis capazes de possibilitar a aplicação dessa perspectiva, o estudo dos isótopos estáveis tem se mostrado como um enfoque robusto neste processo de estudos utilizando "proxies" de fenômenos biológicos (FLESSA;

JACKSON, 2005). O uso de dados geoquímicos tem sido empregado por mais de duas décadas na compreensão de características sobre a ecologia e biologia de tubarões, embasando teoricamente múltiplos planos de manejo elaborados para os mesmos (SHIFFMAN et al., 2012). Neste sentido, este contexto e problemática científica induziram este estudo de abordagem multidisciplinar que está empregando uma investigação geoquímica em espécimes fósseis e recentes para complementar as políticas de conservação biológica ainda é uma prática incipiente, especialmente no Brasil.

1.1 O que são tubarões e qual sua importância

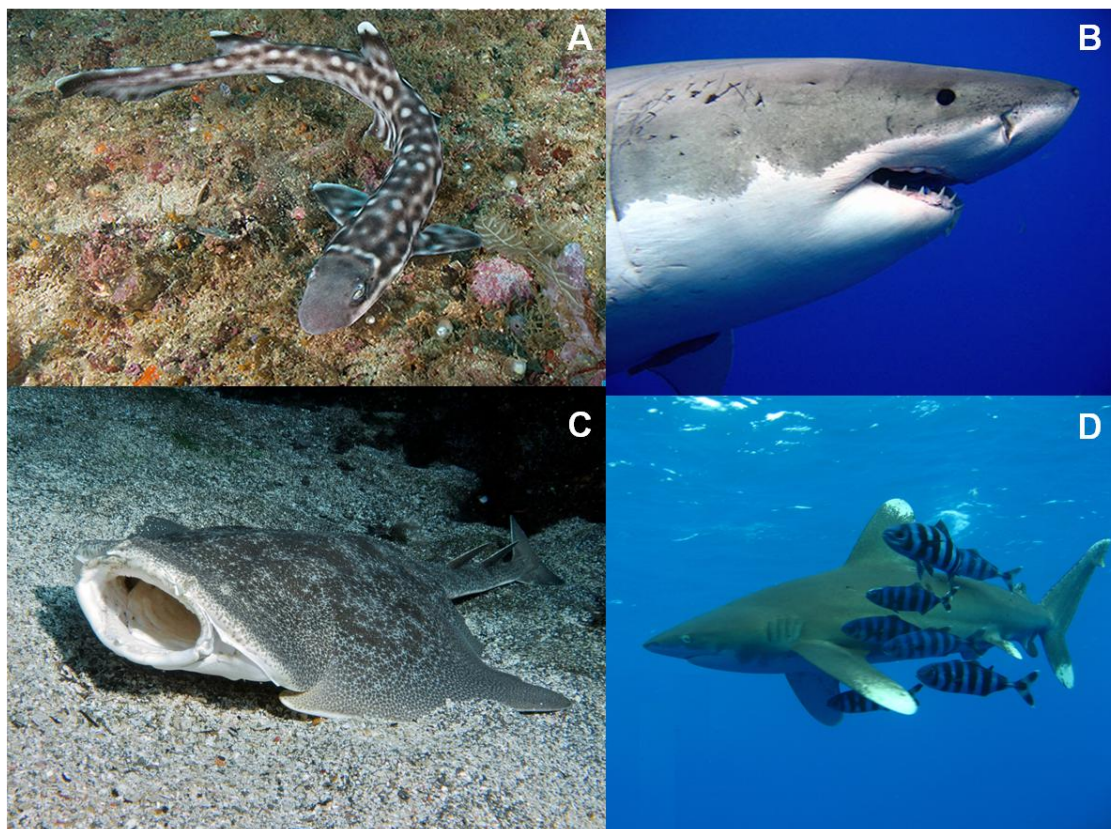
O grupo taxonômico que inclui os tubarões¹ (Figura 1) é caracterizado por ser um dos mais antigos, ecologicamente diverso e bem-sucedidos animais do planeta (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; GROGAN; LUND; GREENFEST-ALLEN, 2012; DULVY et al., 2014). Vários aspectos biológicos e processos evolutivos estão envolvidos para o estabelecimento destes seláquios² próximos ou no topo da cadeia alimentar em distintas partes do globo. Uma destas características fisiológicas é a presença dos órgãos sensoriais chamados "Ampolas de Lorenzini" localizados na região anterior do animal, capazes de detectar sutis mudanças nos campos elétricos gerados por processos físicos e organismos vivos no ambiente marinho (FIELDS; FIELDS; FIELDS, 2007). Esses provém eletrorreceptores para os campos magnéticos terrestres, tato, pressão, salinidade e temperatura além de otimizar a aquisição de energia por aprimorar a eficiência de caça (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; MEYER; HOLLAND; PAPASTAMASTIOU; 2005; BROWN, 2010).

Apesar da maioria das formas modernas de tubarões ter surgido nos últimos 60 milhões de anos, conforme mencionado anteriormente, formas primitivas desses peixes cartilagosos são encontradas no registro fóssil pelo mundo datando mais de 400 milhões de anos (CAPPETTA, 2012; GROGAN; LUND; GREENFEST-ALLEN, 2012; KISZKA; HEITHAUS, 2014).

¹Para este trabalho, o termo "Tubarões" refere-se aos animais taxonomicamente incluídos na Superordem Selachimorpha segundo Compagno et al. (1984). Embora pareça óbvio, o termo em inglês "Sharks" muitas vezes faz menção aos peixes cartilagosos em geral (tubarões, arraias e quimeras)

²Sinônimo para "tubarões", mas a palavra pode fazer referência aos peixes cartilagosos em geral

Figura 1. Quatro tipos distintos de tubarões: (A) Tubarões pintados (Coral catshark, *Atelomycterus marmoratus*) da família Scyliorhinidae; (B) Tubarão-branco (*Carcharodon carcharias*) da família Lamnidae; (C) Tubarão-anjo japonês (*Squatina japonica*) da família Squatinidae; (D) Tubarão galha-branca-oceânico (*Carcharhinus longimanus*) da família Carcharhinidae.



Fontes respectivamente: © Andy Murch, Rick Pace, Ryo Sato, Johan Lantz³

Estes animais viveram através de numerosos eventos climáticos (glaciações e interglaciações), tectônicos (reconfiguração dos continentes) e bióticos (eventos de extinção em massa) conseguindo adaptarem-se em ecossistemas aquáticos distintos (ZACHOS et al., 2001; GROGAN; LUND; GREENFEST-ALLEN, 2012; HULL; DARROCH, 2013). Muitos dos seláquios atuais são capazes de tolerar amplas taxas de salinidade (eurialinos), como o tubarão cabeça-chata ou cabeça-touro (*Carcharhinus leucas*), o qual é conhecido por adentrar até 100 km acima de estuários e rios (COMPAGNO, 1984; COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005). Esse comportamento

³Disponíveis respectivamente em:

http://www.elasmodiver.com/Sharkive%20images/Coral_Catshark_14002.jpg;

<http://ww1.prweb.com/prfiles/2005/12/05/318771/rickpacesept2704101.jpg>;

<http://www.bomb01.com/upload/news/original/9a3769831791a6d8464606b9db298ff8.jpg>;

<http://images.hngn.com/data/images/full/61761/oceanic-whitetip-shark.jpg>. Acessos em: jan., 2016

diádromo⁴ é marcado por migrações diárias/sazonais em condições salobras para reprodução, proteção e/ou propósitos alimentares (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; HEUPEL; SIMPFENDORFER, 2008; DALY et al., 2014).

Entretanto, apesar do sucesso evolutivo na história dos tubarões, nos dias atuais existe um fator agravante de forte pressão seletiva o qual já ameaça a sobrevivência dos tubarões no Sistema Terrestre: os impactos oriundos da atividade antropogênica. Não somente práticas diretas como a pesca estão afetando a composição de diversos *taxa*, interferindo na estrutura de populações e comunidades, mas também influências indiretas como a degradação do habitat, poluição e efeitos das mudanças climáticas sobre as condições físicas onde estes residem (p. ex. temperatura), agem simultaneamente neste grupo de peixes cartilagosos (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; HEITHAUS et al., 2008; SIMPFENDORFER et al., 2011; TECHERA; KLEIN, 2011).

Devido à característica biológica dos tubarões serem animais de crescimento lento com idades tardias de maturação sexual, estágios ontogenéticos⁵ relativamente longos, baixa fecundidade e longos períodos de gestação, suas populações são facilmente prejudicadas pela sobre-exploração (HERNDON et al., 2010; DULVY et al., 2014; KISZKA; HEITHAUS, 2014). Estatísticas pesqueiras indicam um declínio abrupto no volume reportado de tubarões desde os anos 80, sendo as consequências mais críticas tratando-se de espécies costeiras vivendo em águas rasas e/ou doce/salobra, pois são áreas mais predispostas a pressão de pesca e impactos ambientais (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; SIMPFENDORFER et al., 2011; DULVY et al., 2014).

O desaparecimento destes peixes topo de cadeia alimentar afetam não apenas a estrutura trófica⁶ do ecossistema, mas também aspectos socioeconômicos como os peixes disponíveis para as atividades pesqueiras e as populações tradicionais de pescadores⁷ dependentes de recursos pesqueiros (HEITHAUS et al., 2008; HEUPEL et al., 2014). Por exemplo, ao longo da costa do Atlântico nos Estados Unidos a remoção de seláquios carnívoros de grande porte causada pela pesca forçou ajustes na

⁴Característica atribuída a animais aquáticos que ao longo do ciclo de vida migram entre águas doce/salobra e salgada

⁵Estágios de vida em tubarões: neonato (recém-nascido), jovem, adulto

⁶É a estrutura que caracteriza os diferentes níveis das relações alimentares entre as espécies que compõem determinada cadeia alimentar

⁷Tradicionalmente no cenário da Amazônia estes atores sociais são chamados de ribeirinhos, populações tradicionais como descritas por Furtado (2004)

abundância relativa de múltiplas espécies. Este fenômeno chamado "Cascata Trófica" incrementou a presença de mesopredadores⁸ na região (MYERS et al., 2007; BRIERLEY, 2007; HEITHAUS et al., 2008). Devido a isso as populações de conchas reduziram drasticamente, pois seus principais predadores são arraias gavião-do-mar (*Rhinoptera bonasus*), as quais consomem largas quantidades de bivalves (Mollusca). Os moluscos antes fartos tornaram-se raros, e a "Sopa de Amêijoas"⁹ teve que ser retirada do menu de vários restaurantes da costa leste do país.

Além disso, seláquios são essenciais para manter e proteger o chamado "Carbono Azul", o carbono acumulado e preservado na flora em habitat costeiro (p. ex. manguezais, ervas marinhas¹⁰) (ATWOOD et al., 2015). Na costa oeste da Austrália a presença de tubarões-tigre (*Galeocerdo cuvier*) induz mudanças nos padrões de forrageamento¹¹ de herbívoros, como tartarugas verdes (*Chelonia mydas*) e dugongos¹² (*Dugong dugon*), contribuindo assim para o desenvolvimento de prados marinhos com alta biomassa dominados por espécies de crescimento lento, resultando em maiores estoques de carbono no sistema (Figura 2) (HEITHAUS et al., 2002).

Figura 2. Tubarão-cinzentos-dos-recifes (*Carcharhinus amblyrhynchos*) encontrado morto em uma área de proteção em Raja Ampat, noroeste da Nova Guiné. Possivelmente mais um espécime descartado após a retirada de suas nadadeiras.



Fonte: Modificado de Atwood et al. (2015).

Estes supracitados ecossistemas representam a maior reserva para o armazenamento de C nos oceanos, portanto os tubarões têm um papel indireto na

⁸Um animal "mesopredador" é qualquer predador que não esteja no topo de uma cadeia alimentar

⁹Originalmente: "Clam Chowder"

¹⁰Chamadas também de "seagrass", são plantas angiospermas típicas de ambientes rasos marinhos encontradas em regiões tropicais ou subtropicais

¹¹Busca e exploração de recursos alimentares

¹²Mamíferos marinhos da ordem Sirenia, a qual inclui também animais como o peixe-boi ou vaca marinha

mitigação dos efeitos das mudanças climáticas e conservação da vida marinha (ATWOOD et al., 2015).

Ao se abordar a questão de biologia de conservação duas razões podem ser atribuídas aos elevados níveis observados de mortalidade deste *táxon*. Uma delas está relacionada a estrutura do seu esqueleto, o que tornou o grupo um dos mais avançados e eficientes animais do oceano. O corpo cartilaginoso destes indivíduos provém muitas vantagens, ele é resistente e durável sem ser tão denso quanto o osso, reduzindo substancialmente a quantidade de esforço e gasto de energia para a natação. Coincidentemente suas barbatanas são sustentadas e enrijecidas por túbulos cartilagosos basais e radiais, compostos por fibras finas alongadas de tecido colagenoso chamado ceratotrichia. Pela concentração deste colágeno e crença em suas propriedades medicinais, esta estrutura é o ingrediente mais importante da "Sopa de Barbatana de Tubarão", e por consequência as nadadeiras de seláquios são reconhecidas mundialmente como um dos mais valiosos produtos do mar existentes por mais de 200 anos (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005).

Tradicionalmente utilizadas pelo povo Asiático, unicamente imperadores Chineses eram permitidos consumi-las no passado, entretanto, a expansão da classe média conjuntamente com o crescimento do poder aquisitivo impulsionou o mercado Asiático de barbatanas pelo interesse nessa iguaria (FONG; ANDERSON, 2002; COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; HERNDON et al., 2010). Para atender essa demanda a prática do "Finning" tem sido cada vez mais empregada, a qual consiste na remoção das nadadeiras seguida da soltura do animal para morrer lentamente asfixiado ou devorado por outros predadores (Figura 3).

Dessa forma somente o produto interessado é mantido a bordo nas embarcações pesqueiras ao invés do corpo inteiro do animal, pois a carne não é muito apreciada e tem um valor econômico consideravelmente menor. Enquanto a carne mal custa U\$1 o quilo, as barbatanas são vendidas por até U\$500 por quilo (FOWLER; REED; DIPPER, 2002; COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; HERNDON et al., 2010; DULVY et al., 2014).

Figura 3. Tubarão-cinza-dos-recifes (*Carcharhinus amblyrhynchos*) encontrado morto em uma área de proteção em Raja Ampat, noroeste da Nova Guiné. Possivelmente mais um espécime descartado após a retirada de suas nadadeiras.



Fonte: © Fredrik Jacobsson¹³.

Essa técnica de pesca já é banida em cerca de 70 países e por indústrias pesqueiras regionais pontuais, mas ainda há uma deficiência na supervisão se essa proibição é consistentemente engajada em diversas partes do globo (DULVY et al., 2014).

A segunda causa de mortalidade do *táxon* e não menos importante é a captura incidental (ou pesca incidental) de tubarões em grandes quantidades durante a procura de outras espécies de peixes comerciais (FONG; ANDERSON, 2002; BRIERLEY, 2007; HERNDON et al., 2010; DULVY et al., 2014). Indústrias pesqueiras

¹³Disponível em: <https://pbs.twimg.com/media/CXiJaUuUMAAcqjQ.jpg>. Acesso em: jan., 2016

especializadas em múltiplas espécies costeiras coletam indiscriminadamente uma ampla variedade de fauna aquática em suas redes de arrasto, redes de emalhe e espinhéis¹⁴. Algumas utilizam toda parte da captura ou apenas uma porção, todavia estas não são monitoradas frequentemente e seus locais de desembarque fornecem um estimado terreno de procura, para entusiastas de tubarões buscando novas espécies e mercados de barbatanas (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005).

De fato a maior parte das informações de captura desse grupo estão sub-reportados, pois segundo o Grupo Especialista em Tubarões¹⁵ (SSG) da União Internacional para Conservação da Natureza¹⁶ (IUCN), mais de 40% dos seláquios existentes não apresentam dados suficientes para o reconhecimento de seu status. Porém, quase um terço das espécies verificadas são classificadas como "Quase Ameaçada" ou "Ameaçada" na Lista Vermelha¹⁷ da IUCN (DULVY et al., 2014).

Em nível global a Organização das Nações Unidas para Alimentação e Agricultura¹⁸ (FAO) é a única instituição internacional interessada em conservar os recursos pesqueiros (HERNDON et al., 2010; TECHERA; KLEIN, 2011). Como um de seus objetivos, a FAO prega pelo uso e manejo dos recursos naturais de forma sustentável para o benefício de gerações presentes e futuras. Com essa finalidade, este órgão em 1999 propôs o Plano Internacional de Ação-Tubarões (IPOA-Sharks) intentando melhor compreender a utilização dos recursos de elasmobrânquios¹⁹, representando um passo fundamental para o manejo e conservação deste *táxon*. Entretanto, em muitos casos os objetivos almejados não são alcançados, devido a dificuldades encontradas no incentivo da pesquisa em tubarões, visto o baixo valor econômico do grupo (exceto pelas barbatanas) especialmente se comparado a outras espécies de peixes comerciais (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005).

No Brasil o cenário se assemelha ao global: Eles são coletados intensivamente para o mercado de nadadeiras e em segundo plano pela carne, estando algumas espécies como o tubarão cabeça-chata (*Carcharhinus leucas*) já em declínio e muitos *taxa* deficientes em dados (SOCIEDADE BRASILEIRA PARA O ESTUDO DE ELASMOBRÂNQUIOS – SBEEL, 2005). Em 2004 para amenizar os impactos, o

¹⁴Distintas técnicas de pesca utilizadas na procura de espécies costeiras, sendo estas supracitadas as principais na captura de tubarões no Brasil

¹⁵Originalmente: Shark Specialist Group (SSG)

¹⁶Originalmente: International Union for Conservation of Nature (IUCN)

¹⁷A Lista Vermelha da IUCN é uma lista que fornece informações taxonômicas, de distribuição e status de conservação dos seres vivos (plantas, animais, etc) no planeta.

¹⁸Originalmente: Food and Agriculture Organization (FAO)

¹⁹Sinônimo para o termo "seláquios"

Ministério do Meio Ambiente (MMA) implantou a Instrução Normativa N°5/2004 (BRASIL, 2004), que regulamenta as capturas de invertebrados aquáticos e peixes (tubarões inclusos) e provê uma lista das espécies ameaçadas no país (SBEEL, 2005; RODRIGUES-FILHO et al., 2009; D. NETO, 2011).

A instituição responsável em supervisionar atividades de pesquisa, mercados e indústrias envolvendo recursos pesqueiros é o Instituto Brasileiro de Meio Ambiente e dos Recursos Naturais Renováveis (IBAMA). Todavia, dados sobre o volume e diversidade de espécies de elasmobrânquios sendo explorados são escassos, principalmente no norte do Brasil, onde a demanda pela pesquisa e conhecimento está atrasada se comparada ao crescimento da indústria de pesca (SBEEL, 2005; RODRIGUES-FILHO et al., 2009).

A região Norte é uma das menos rentáveis no país na procura de espécies marinhas, mas a mais lucrativa tratando-se de espécies de água-doce, e em ambos os casos, o estado do Pará é o segundo e primeiro lugar respectivamente com a maior renda nacional da frota pesqueira (IBAMA, 2007; BRASIL, 2012).

Segundo o último relatório do IBAMA (2007) para os anos de 2006 e 2007, por exemplo, exclusivamente neste estado, quase 4 toneladas de tubarões foram pescados gerando um ganho acima de R\$ 9 milhões de reais por ano. Atualmente o volume de pesca passa de 10 toneladas por ano (BRASIL, 2012) e o lucro líquido com seláquios possivelmente subestima o total coletado na região, pois apreensões de atividades ilegais de "finning" já foram registradas (Figura 4).

Embora boa parte do esforço pesqueiro ocorra na costa ocidental do estado do Maranhão, diversos espécimes são coletados nas águas que cercam as plataformas Bragantina e do Pará²⁰, além de estuários associados. Estas últimas zonas mencionadas são regionalmente influenciadas pela descarga sazonal do Rio Amazonas, o qual também afeta os padrões migratórios e por conseguinte, de captura dos tubarões (SBEEL, 2005; D. NETO, 2011).

²⁰Localizadas no nordeste do estado do Pará, estas plataformas representam o embasamento geológico da região, abrangendo municípios como Belém, Bragança, Quatipuru, Primavera, etc.

Figura 4. Barbatanas de tubarão pescadas ilegalmente no estado do Pará. A apreensão é conhecida como a maior no país envolvendo este produto, que seria destinado ao mercado Asiático.



Fonte: Ibama (2012).

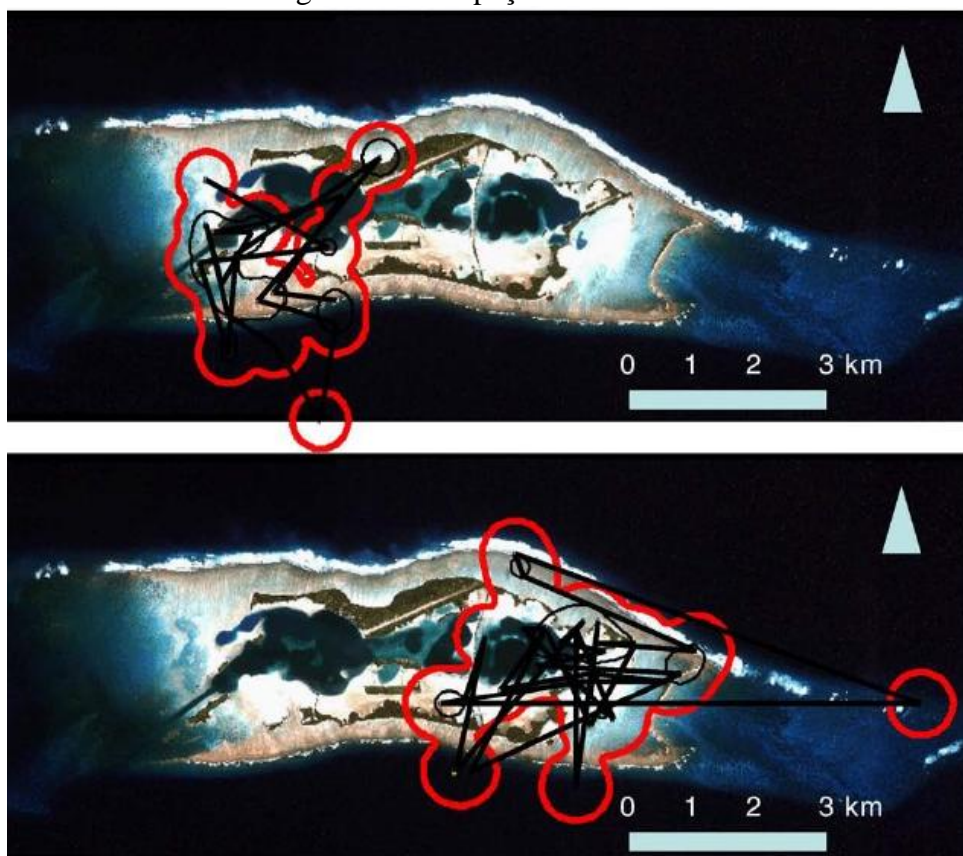
É alarmante ver esta situação em uma região renomada por sua grande biodiversidade aquática destacada não somente dentro do cenário nacional, mas única considerando ecossistemas mundiais. Além disso, existem várias populações ribeirinhas tradicionalmente dependentes de recursos pesqueiros, seja para subsistência ou venda, e as consequências da falta de informação e sobre-exploração prejudicam diretamente estes atores sociais (SBEEL, 2005; D. NETO, 2011). Assim sendo é de suma importância realizar pesquisas multidisciplinares na região com o intuito de

complementar o conhecimento básico dos parâmetros ecológicos dos tubarões que habitam a região Norte do Brasil, mais precisamente na costa da Amazônia Oriental.

1.2 Uma visão do passado, uma perspectiva no futuro

Convencionalmente para melhor compreender as dinâmicas ecológicas dos seres vivos, as pesquisas frequentemente empregam observações a curto prazo temporal em espécimes vivos (FLESSA; JACKSON, 2005). Embora tubarões sejam animais de alta mobilidade habitando ambientes difíceis de monitorar, metodologias atuais como telemetria por satélite/acústica (Figura 5) e isótopos estáveis²¹ esclareceram muito sobre os padrões ecológicos de numerosas espécies em distintas partes do mundo (PAPASTAMATIOU et al., 2010; HUSSEY et al., 2012; AFONSO; HAZIN, 2015).

Figura 5. Através da telemetria por satélite, padrões de movimento de espécimes diferentes de Tubarão-de-pontas-negras-do-recife (*Carcharhinus melanopterus*) foram observadas no Pacífico central por três anos aproximadamente. A metodologia permite analisar como tubarões interagem com o espaço de seu habitat em macro-escala.



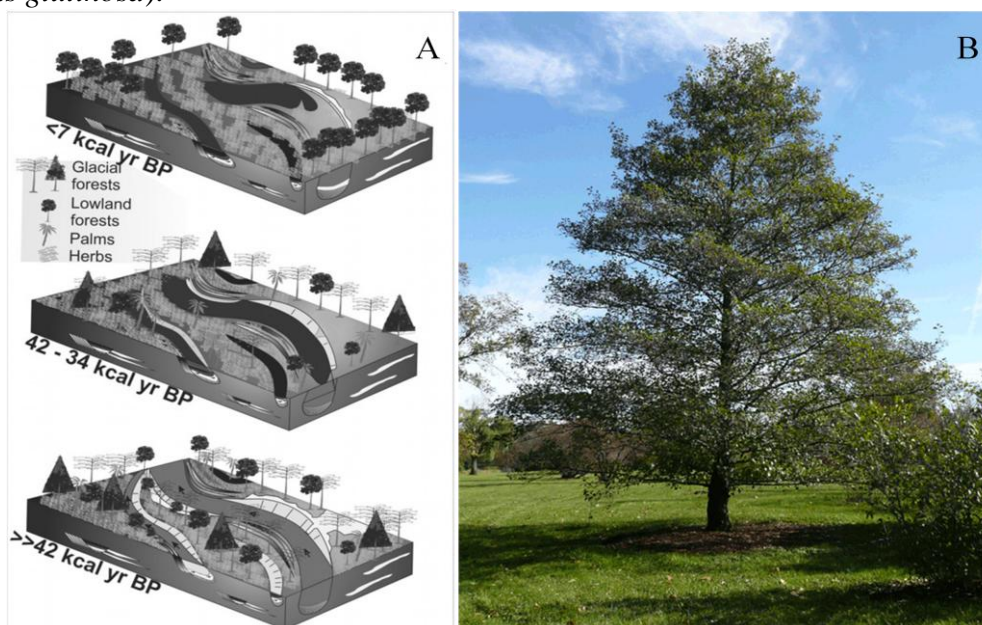
Fonte: Modificado de Papastamatiou et al. (2010).

²¹Uma técnica de análise química que será melhor explicada posteriormente

Entretanto, o estudo de indivíduos recentes é importante para elaborar medidas de conservação, mas são limitados na compreensão temporal nos processos adaptativos às variações ambientais de longo prazo. Neste sentido, existe uma tendência crescente em investigar o comportamento de organismos biológicos no seu habitat em períodos pré-datando a atividade antrópica. Esta é a única forma de checar as características biológicas e padrões evolutivos dos seres vivos em seu estado natural (JABLONSKI, 2001, 2002; WILLIS; BIRKS, 2006; SULZMAN, 2007; BOESSENKOL et al., 2013). O uso de dados geohistóricos²² no entendimento de dinâmicas relacionadas a Biosfera já permitiu contribuições significativas para o reconhecimento de fenômenos climáticos e oceanográficos contemporâneos do planeta Terra.

Para examinar o passado, necessita-se de duplês ou "proxies", os quais são aspectos físicos, químicos ou biológicos diagnósticos de ambientes pretéritos, presentes em rochas e fósseis (p. ex. anéis de crescimento, sequências estratigráficas, Figura 6) (FLESSA; JACKSON, 2005).

Figura 6. Grãos de pólen coletados e identificados em vários níveis de uma sequência estratigráfica permitiram detectar a existência de plantas de baixas temperaturas adaptadas na Amazônia a 40 mil anos atrás. (A) Modelo geomorfológico proposto para o sítio de estudo; (B) Representante atual de um dos gêneros encontrados, "Amieiro" (*Alnus glutinosa*).



Fonte: (A) Modificado de Cohen et al. (2014), (B) por: © Karren Wcisel²³

²²Dados geohistóricos são informações contidas em quaisquer registros do passado geológico que remetem a acontecimentos pretéritos sejam de alguns milhares até milhões de anos atrás (FLESSA; JACKSON, 2005)

²³Disponível em: http://www.treetopics.com/alnus_glutinosa/european_alder_1060823.png. Acesso em: jan., 2016

Através dessas ferramentas é também possível estimar limiares e estabelecer padrões ecológicos, avaliar o potencial de extinção e checar a existência de espécies invasivas (ou não) (FLESSA; JACKSON, 2005; WILLIS; BIRKS, 2006; FROYD; WILLIS, 2008). Por conta disso esse tipo de enfoque na perspectiva temporal deve ser especialmente aplicada na preparação de planos de conservação. Froyd e Willis (2008) em seu trabalho evidenciam através de diversos argumentos a importância de estudos paleoambientais na elaboração de estratégias de manejo de espécies. Para este trabalho, observar se é possível estimar os padrões e limiares ecológicos das espécies amazônicas de tubarões representa uma ótima oportunidade.

Na pesquisa sobre questões históricas de Mills (2007) por exemplo, é citado que foram detectadas flutuações naturais em roedores na Europa num intervalo de vinte anos. Se essas variações fossem analisadas em uma menor escala de tempo, algumas reduções poderiam aparentar causas de preocupações e medidas de mitigação equivocadas seriam consideradas. Nesse caso, informações geológicas sobre eventos biológicos aumentam o ciclo de análise e permitem identificar padrões e processos que auxiliem na compreensão das problemáticas focadas em tempo ecológico (ROSSETTI; TOLEDO, 2006).

Dublês de significativa relevância para questões paleoecológicas e paleoambientais são os tecidos duros, como ossos e dentes (apatita biogênica²⁴), usualmente os únicos registros preservados de animais fossilizados (TUTKEN; VENNEMANN, 2011). Em tubarões os dentes se repõem continuamente ao longo da vida, e não são consistentemente ancorados em sua base de fixação (CAPPETTA, 2012). As taxas de substituição variam entre espécies, mas no geral centenas de dentes são substituídos durante a vida do animal em diferentes ocasiões, principalmente enquanto caçam e acasalam²⁵. Por essas razões esse tipo de material é abundantemente recuperado em depósitos fossilíferos de distintas partes do mundo, e a maior parte dos trabalhos envolvendo a dentição desse grupo é devotada aos representantes fósseis (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; CAPPETTA, 2012).

Além disso a apatita biogênica formada por estes indivíduos são atualmente reconhecidas como um dos melhores dublês geoquímicos para questões paleoambientais (VENNEMANN et al., 2001), e os motivos para isso serão melhor explanados no

²⁴Ossos e dentes são tecidos duros mineralizados formados por apatita, e como este é sintetizado biologicamente pelo organismo, daí a denominação "apatita biogênica"

²⁵Durante o acasalamento, diversas espécies de seláquios machos mordem a fêmea para realizar a fertilização interna

próximo subtópico. No estado do Pará numerosos dentes de tubarões são encontrados nas rochas da Formação Pirabas (COSTA et al., 2009).

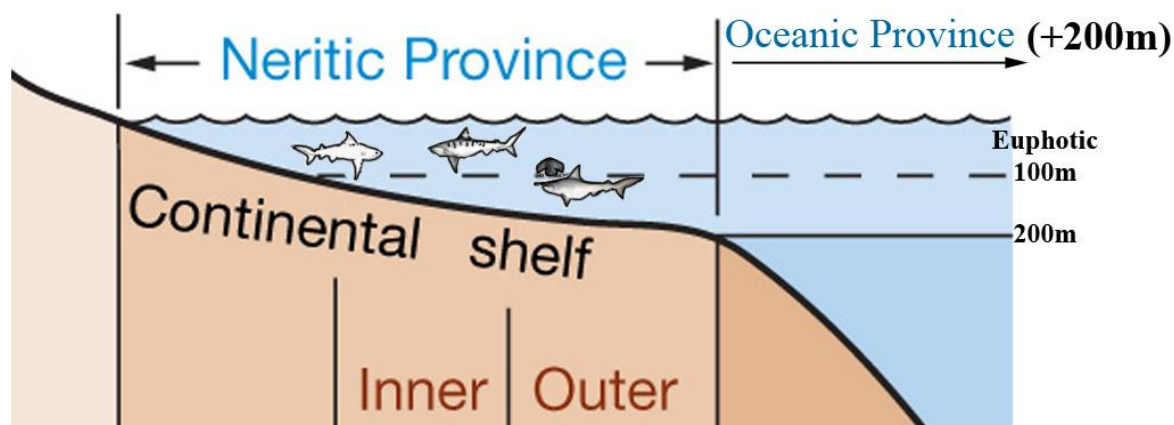
Essa unidade geológica do Mioceno Inferior em idade (23 milhões de anos) aflora descontinuamente nos estados do Pará, Maranhão e Piauí (TAVORA; SANTOS; ARAÚJO, 2010). Seu paleoambiente é caracterizado por depósitos carbonáticos representativos de um cenário marinho similar ao Caribe, típico de águas rasas e quentes, e subambientes associados de canal de maré, delta de maré, lagunas, estuários e manguezais (GOES et al., 1990; ROSSETTI; GÓES, 2004b; AGUILERA et al., 2013; ROSSETTI; BEZERRA; DOMINGUEZ, 2013).

Um rico conteúdo fóssil de invertebrados e vertebrados compõe essa formação: moluscos, crustáceos, briozoários, corais, peixes ósseos e cartilagosos, sirênios e crocodilianos. (RAMOS, 2004; TÁVORA, 2004; COSTA; TOLEDO; MORAES-SANTOS, 2004; MORAES-SANTOS; VILLANUEVA; TOLEDO, 2011; AGUILERA et al., 2014). Dentre esses destacam-se como principais predadores os tubarões.

Inicialmente, Santos e Travassos (1960) e Santos e Salgado (1971) identificaram 9 gêneros pertencentes à essa paleocomunidade de tubarões, mas que foram contestados posteriormente por Costa; Toledo; Moraes-Santos (2004) e Reis (2005). Considera-se nesta pesquisa a classificação elaborada por Costa et al. (2009), com os seguintes gêneros de tubarões: *Carcharhinus*, *Galeocerdo*, *Hemipristis*, *Sphyrna*, *Carcharodon*, *Isurus*, *Ginglymostoma* e *Nebrius*. Destes, *Carcharodon*, *Isurus*, *Nebrius* e *Hemipristis* não possuem representantes atuais na costa da Amazônia Oriental.

Todavia, ambas composições faunísticas (fóssil e atual) são constituídas por espécies típicas da zona nerítica (Figura 7), nadando preferencialmente em águas da plataforma interna e seus ecossistemas relacionados (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005). Embora existam determinadas espécies que realizam migrações verticais pela coluna d'água de até 300 metros de profundidade, esses animais vivem a maior parte do tempo movendo-se nos 30 metros superiores (DINGERKUS, 1987).

Figura 7. Representação geral das zonas oceânicas com destaque para os limites da província nerítica, local onde preferencialmente os seláquios mencionados habitam.



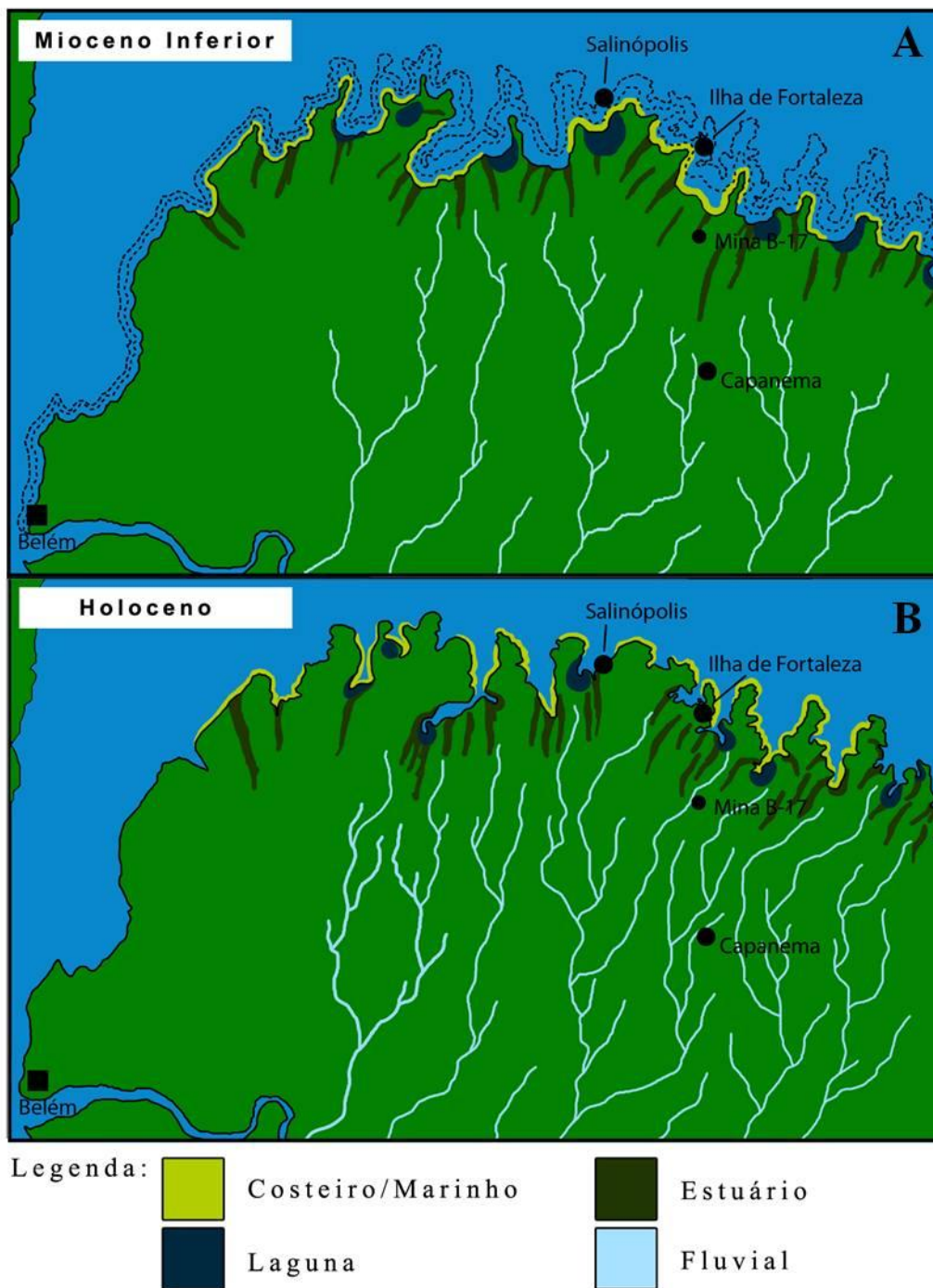
Fonte: © 2008 Pearson Prentice Hall, Inc²⁶.

De acordo com este cenário explanado anteriormente, parece evidente que a 23 milhões de anos a composição faunística moderna de tubarões na região já se encontrava estabelecida, salvo pequenas mudanças em certos *taxa* para os dias atuais (COSTA, comunicação pessoal). Para os dois momentos temporais aqui considerados, há uma similaridade entre os ambientes onde esses peixes estariam (e estão) incluídos (plataforma interna, estuários, lagunas e mangues) na Amazônia Oriental, mesmo levando em consideração as divergências entre a linha de costa em ambos os intervalos (Figura 8).

De fato um evento reconfigurou a paisagem nessa região tornando possível assim distinguir unicamente estes dois momentos: o estabelecimento da Foz do Rio Amazonas no norte da América do Sul (FIGUEREDO et al., 2009; AGUILERA et al., 2014). Até a chegada do Mioceno superior (~5 ma) a bacia de drenagem moderna do rio Amazonas era dividida pelo Arco de Purus, fluindo para o oeste na Amazonia Ocidental e leste na porção Oriental (Figura 9) (FIGUEREDO et al., 2009).

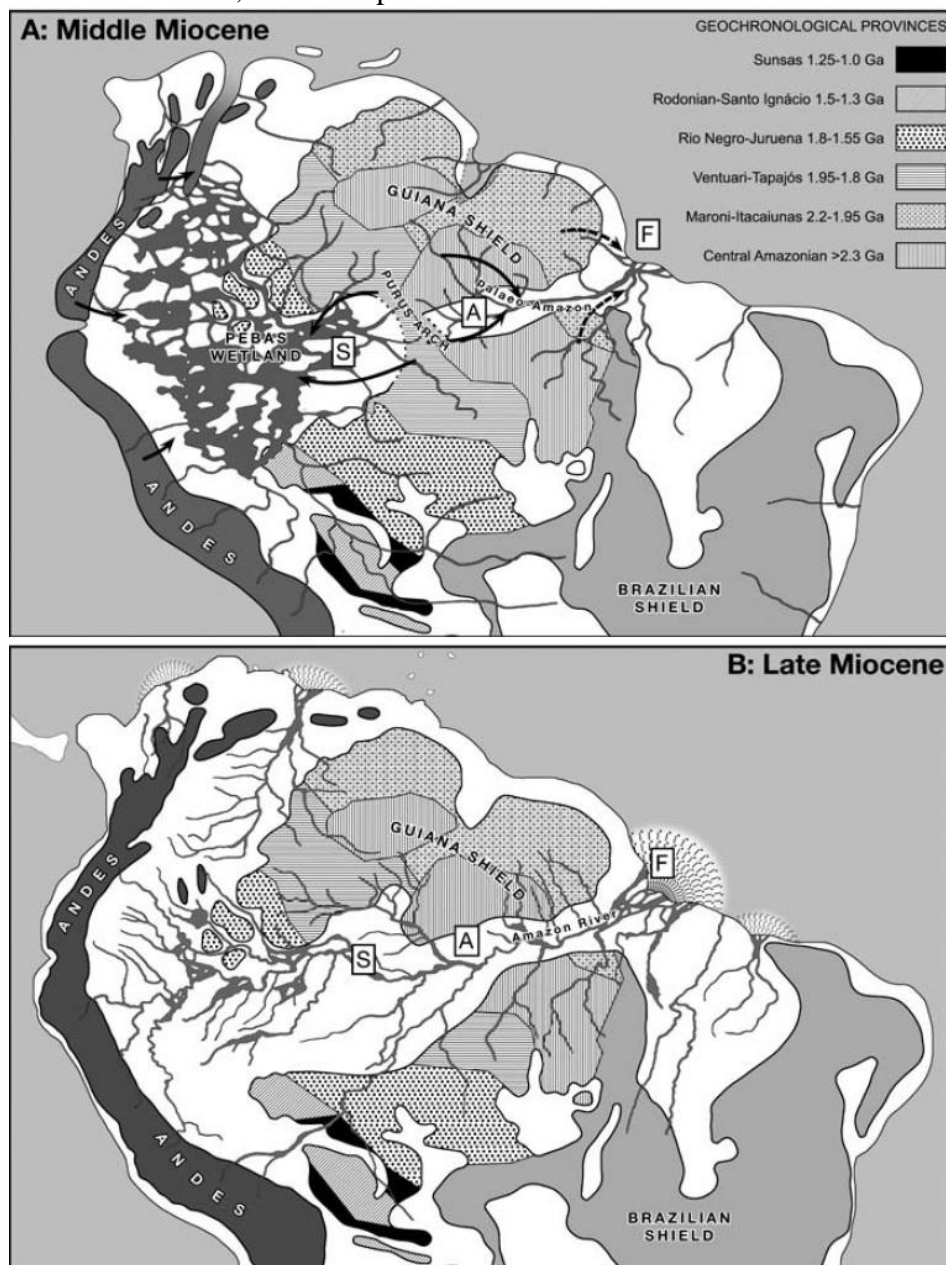
²⁶Disponível em: http://www.iupui.edu/~g115/assets/mod15/classify_location.jpg, Acesso em: jan., 2016

Figura 8. Modelo hipotético da configuração da linha de costa do estado do Pará durante (A) o Mioceno Inferior (23 ma) e (B) atualmente, e seus subambientes associados.



Fonte: Modificado de Ferreira (2015).

Figura 9. Mapa paleogeográfico da Amazônia e costa do Atlântico no norte da América do Sul em dois momentos: (A) Durante o Mioceno médio (~14 ma) onde o Arco Purus impede o contato entre as duas bacias então existentes no período e; (B) quando o sistema fluvial do oeste amazônico entra em contato com a porção leste formando um rio transcontinental, o rio Amazonas atual. F - Foz da Bacia do Amazonas; A - Bacia paleozóica do Amazonas; S - Bacia paleozóica do Solimões.



Fonte: Modificado de Figueredo et al. (2009).

Fatores como o soerguimento da Cordilheira dos Andes durante o Mioceno²⁷, a variabilidade climática e a queda global do nível do mar permitiram o contato entre o paleo-Amazonas a leste e o terreno alagado do oeste, e milhões de anos depois, as

²⁷Caracterizada como "época" na escala do tempo geológico compreendida entre 23 a 5 milhões de anos aproximadamente

condições do sistema de drenagem moderno foram alcançadas (FIGUEREDO et al., 2009). Além disso, modificações adicionais ocorreram nos ambientes onde os tubarões habitaram por milhões de anos, como a gradual sobreposição da plataforma carbonática do Pirabas por sedimentos deltaicos siliciclásticos (Formação Barreiras, ~15 ma) (ROSSETTI, 2006).

Portanto, existe uma oportunidade única em estudar a estabilidade ou alteração dos parâmetros ecológicos do mesmo grupo zoológico de ecossistema similares separados na escala geológica do tempo, analisando em dois momentos: Antes do estabelecimento da Foz do Amazonas (Mioceno inferior da Formação Pirabas, 23 ma); e após os impactos da atividade antropogênica e o estabelecimento da Foz do Amazonas. O desenvolvimento de planos de manejo e conservação para um grupo biológico específico depende de uma melhor compreensão de suas características biológicas e processos ecológicos, e qualquer informação com o potencial de auxiliar a entender as condições ambientais específicas onde os tubarões nadaram contribui para o melhor entendimento das espécies.

1.3 Isótopos estáveis e suas variações em tubarões

Resta identificar a técnica geoquímica a ser empregada no dublê (apatita biogênica de dentes). Dentre as possíveis metodologias aplicadas no estudo da apatita biogênica em dentes de tubarões, a técnica de isótopos estáveis foi selecionada por justificativas a serem esclarecidas a seguir. Vale ressaltar que o uso dessa ferramenta como auxílio para o desenvolvimento de ações relacionadas a conservação já é realizada em pesquisas no mundo todo (SHIFFMAN et al., 2012).

A palavra isótopo tem origem na Grécia, isos (igual) e topos (lugar) refere-se a um local comum de determinado elemento na tabela periódica (PEREIRA; BENEDITO, 2007). O número de massa de um átomo é composto pela soma de prótons (Z) e nêutrons (N) em seu núcleo. Enquanto o número de prótons permanece constante, os nêutrons podem variar. Assim sendo, isótopos são átomos de um mesmo elemento com o mesmo número de prótons (Z), mas diferente número de nêutrons (N) (SULZMAN, 2007).

Estes podem ser estáveis, quando mantém seu número de massa ao longo do tempo e possui sua razão entre $Z/N \pm 1 - 1,5$; ou radiogênicos, quando emitem gradativamente radiações e partículas eletromagnéticas de alta energia, convertendo-se em novos elementos (PEREIRA; BENEDITO, 2007; SULZMAN, 2007). O carbono,

por exemplo, possuem três tipos de isótopos: o estável mais comum (^{12}C), um menos abundante (^{13}C) e um radioativo (^{14}C), apresentando diferentes números de nêutrons em cada ($N = 6, 7$ e 8 respectivamente). Os isótopos estáveis de diversos elementos são formados por isótopos abundantes, e um ou dois relativamente menos abundantes²⁸. Estes últimos promovem oportunidades de usar fontes enriquecidas de isótopos, como traçadores em estudos bioquímicos, biológicos e ambientais (PEREIRA; BENEDITO, 2007).

Diferentes materiais (p. ex. folhas, minerais, água) apresentam distintos valores isotópicos, e a composição destes podem ser analisados individualmente. Para isso, eles devem ser comparados a um valor padrão²⁹ aceito internacionalmente e expressados em partes por mil da seguinte forma (SULZMAN, 2007):

$$\delta X (\text{‰}) = [(R_{\text{amostra}}/R_{\text{padrão}}) - 1] \times 10^3$$

Onde X é o isótopo raro (p. ex. ^{13}C , ^{18}O) e R é a razão correspondente entre o isótopo pesado/leve (p. ex. $^{13/12}\text{C}$, $^{18/16}\text{O}$), sendo R_{amostra} a da amostra e $R_{\text{padrão}}$ do padrão. Logo, um valor positivo no δ indica que a amostra tem mais isótopos pesados quando comparada ao padrão, enquanto valores negativos significam o contrário.

A utilização dessas razões em estudos ambientais baseia-se na existência de divergências isotópicas entre o material/fonte e os produtos resultantes de uma transformação química. Tais reações deixam assinaturas químicas, possibilitando dessa forma a discriminação de um dos isótopos. A compreensão dessas dinâmicas e dos compostos que envolvem essa variação é a principal premissa da sua aplicação em estudos ecológicos, ou seja, deve-se entender como a matéria passa de um nível ao outro no ecossistema (PEREIRA; BENEDITO, 2007).

Esse processo onde a composição dos elementos pode ser discriminada é também chamado de fracionamento isotópico. Um conhecido exemplo do fracionamento isotópico na natureza é o comportamento do isótopo de carbono na fotossíntese entre diferentes organismos vegetais. Estudos sobre as rotas fotossintéticas

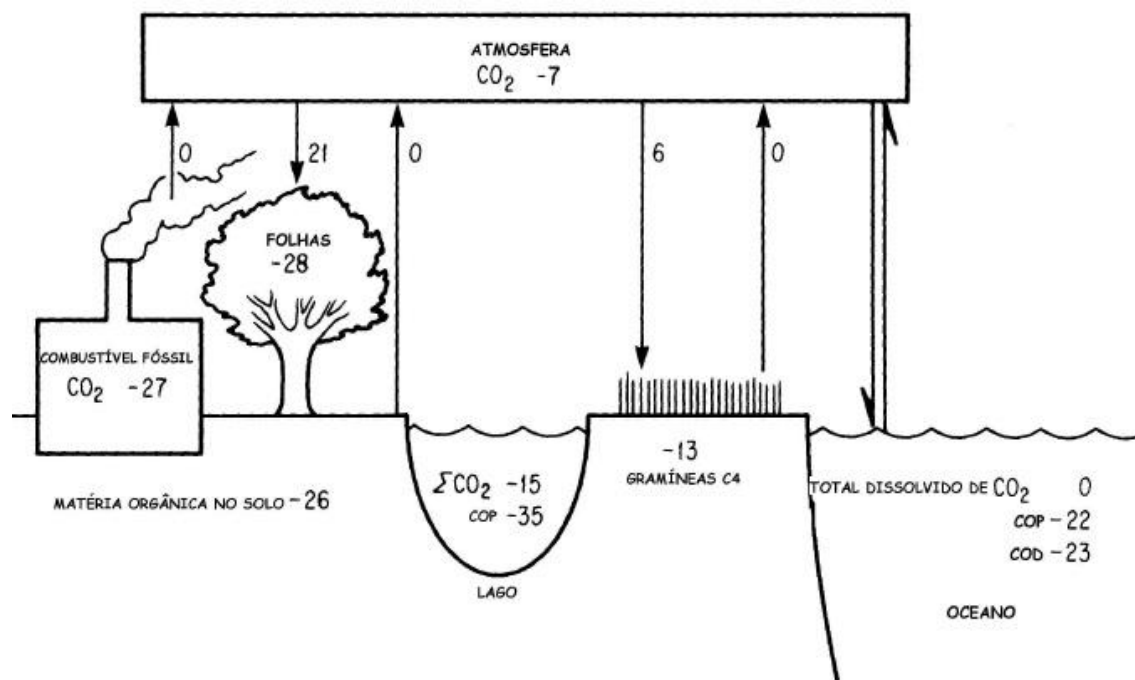
²⁸Tipicamente essa diferença entre o raro X abundante é de respectivamente de 1% X 99%, como por exemplo o ^{18}O está em proporção para o ^{16}O , mas existem exceções

²⁹Este valor padrão utilizado em estudos isotópicos varia dependendo do elemento químico analisado. Por exemplo, o padrão considerado internacionalmente para comparar valores do isótopo de carbono é uma rocha do fóssil *Belemnitella americana* da formação Pee Dee (PDB) da Carolina do Sul, EUA.

mostram que as plantas terrestres C_3 tem um valor médio de $\delta^{13}C$ de $-27,8\text{‰}$, enquanto plantas gramíneas C_4 têm uma média de -13‰ .

Ambas composições isotópicas refletem a fonte da mesma forma, o qual é o CO_2 atmosférico ($\delta^{13}C = -7,4\text{‰}$), mas seus metabolismos captam os isótopos de carbono de diferentes maneiras, deixando uma assinatura correspondente ao fracionamento isotópico de aproximadamente -20‰ para plantas C_3 e -6‰ para C_4 (Figura 10) (PEREIRA; BENEDITO, 2007; SULZMAN, 2007).

Figura 10. Distribuição do $\delta^{13}C$ no ecossistema. Setas indicam o fluxo de CO_2 . Números nos compartimentos significam o valor de $\delta^{13}C$ (‰) e números nas setas indica o fracionamento que ocorre durante a transferência. COP: Carbono Orgânico Particulado, COD: Carbono Orgânico Dissolvido.



Fonte: Peterson; Fry (1987).

Em suma, estes são elementos que variam na natureza dependendo de qual fonte estão ligados e de quais fracionamentos ocorrem em suas concentrações. Os primeiros trabalhos envolvendo essa ferramenta foram no início da década de 50, executadas por geoquímicos e paleoceanógrafos em estudos de condições climáticas do passado, sistemas de expansão hidrotérmicos e a origem das formações rochosas. Entretanto, apenas no final dos anos 80 essa técnica foi consolidada em pesquisas ecológicas, pois anteriormente não se tinha conhecimento da variação de isótopos estáveis em organismos vegetais e animais, além de fatores como o custo, o tempo e quantidade

requerida para análises terem sido reduzidos a partir desse período (PEREIRA; BENEDITO, 2007; KATZENBERG, 2008).

Em tubarões, os isótopos estáveis são estudados por mais de duas décadas e muito já colaboraram para o entendimento da biologia e ecologia desses indivíduos (HUSSEY et al., 2012; SHIFFMAN et al., 2012). Por serem animais de alta mobilidade habitando ambientes difíceis de observar, esse tipo de método fornece dados essenciais para solucionar questões comportamentais e interações até então desconhecidas (HUSSEY et al., 2012).

Em sua maioria, as pesquisas executadas neste *táxon* são em tecidos moles (p. ex. músculo, vértebra, material sanguíneo, fígado) através de análises de Carbono ($\delta^{13}\text{C}$) e Nitrogênio ($\delta^{15}\text{N}$), buscando inferir informações sobre a dieta, estrutura da cadeia alimentar, padrões migratórios e ontogenéticos (ESTRADA et al., 2003, 2006; PAPASTAMATIOU et al., 2010; KIM et al., 2012; SPEED et al., 2012; DALY; FRONEMAN; SMALE, 2013; TILLEY; LÓPEZ-ANGARITA; TURNER, 2013; LI et al., 2014). Possivelmente esse tipo de abordagem é mais empregada por permitir a aplicação de técnicas isotópicas em indivíduos recentes vivos ou mortos, assim fornecendo uma evidência direta dos parâmetros mencionados acima.

Em tecidos duros, somente são utilizados os dentes, e de todos os tecidos de espécimes recentes, são estes que menos recebem atenção (HUSSEY et al., 2012). Dentes são estruturas biomineralizadas compostas de fluorapatita $\text{Ca}_5(\text{PO}_4\text{F})$, hidroxiapatita $\text{Ca}_5(\text{PO}_4\text{OH})$, e carbonato-apatita $\text{Ca}_5(\text{PO}_4\text{CO}_3, \text{F})(\text{OH}, \text{F})$. Diferentemente de mamíferos onde a matriz mineralizada dos dentes é primariamente formada por hidroxiapatita, dentes de tubarões consistem principalmente de fluorapatita, a forma de apatita menos solúvel e então, mais resistente a alterações subsequentes. Por esse motivo, a apatita biogênica presente em tubarões é reconhecida atualmente como um dos melhores dublês geoquímicos para estimar condições paleoambientais (VENNEMANN et al., 2001; CAPPETTA, 2012; HUSSEY et al., 2012).

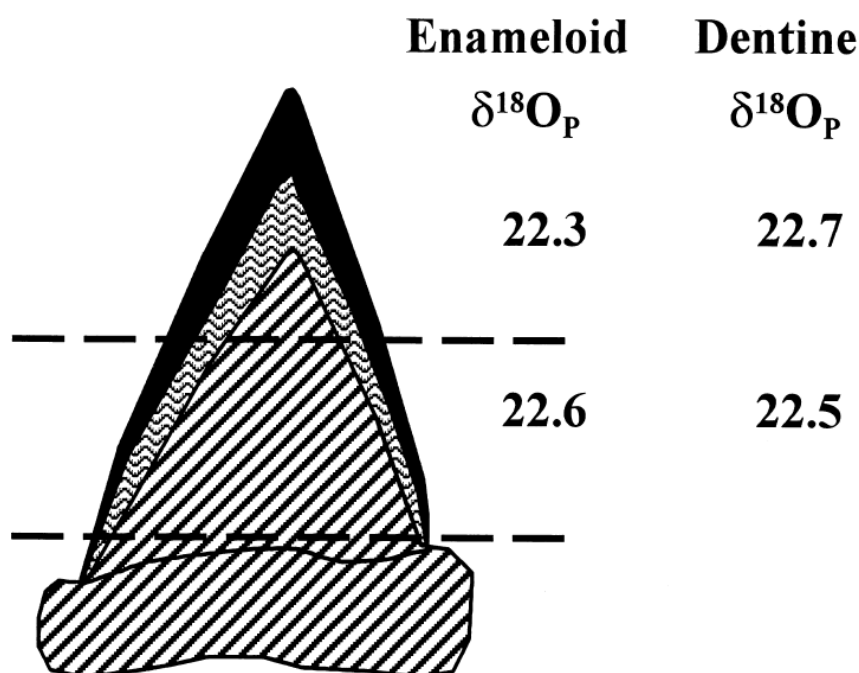
O grau de preservação desse tecido biomineralizado é um importante aspecto a ser verificado, sobretudo tratando-se de amostras fósseis. Uma das problemáticas sobre o uso de isótopos estáveis em trabalhos paleoecológicos é a possível modificação das concentrações isotópicas originais por processos diagenéticos³⁰. No início da fossilização a matéria orgânica presente nos dentes se decompõe, abrindo espaço para a

³⁰Termo derivado da palavra "diagênese", que faz menção aos processos de formação das rochas

deposição da intitulada "apatita secundária" ou outros minerais (KOCSIS, 2011).

Durante isso certos elementos como as terras raras³¹ ou urânio podem ser enriquecidos no fóssil devido a interações com os poros e fluidos. Porém, resultados demonstram que mesmo onde tais elementos traço são detectados, dados ecológicos confiáveis para interpretações ainda são obtidos, especialmente se o enamelóide, a camada externa do dente for preferencialmente amostrada (ZAZZO; LÉCUYER; MARIOTTI, 2004, ZAZZO et al., 2004; KOCSIS, 2011). Além disso, mensurações isotópicas realizadas isoladamente na dentina (camada interna) e enamelóide expuseram diferenças mínimas entre os resultados dessas duas estruturas, mesmo quando examinada em espécimes recentes e fósseis (Figura 11) (VENNEMANN et al., 2001; KOCSIS et al., 2014).

Figura 11. Composição isotópica de oxigênio no fosfato de um tubarão branco (*Carcharodon carcharias*) e sua variação entre estruturas (dentina e enamelóide). Assim como outros grupos recentes testados e fósseis, a diferença dos resultados em tubarões é mínima.



Fonte: Modificado de Vennemann et al (2001).

Quanto aos tipos de observações possíveis a serem aplicadas em dentes de tubarões, os grupos de fosfato e carbonato existentes na apatita podem ter seus valores isotópicos mensurados separadamente, em análises de $\delta^{18}\text{O}$ no primeiro caso e $\delta^{18}\text{O}$ e

³¹Elementos de raras ocorrências no sistema terrestre, sendo alguns diagnósticos de condições ambientais marinhas ou dulcícolas

$\delta^{13}\text{C}$ no segundo. A forte ligação entre o P-O no fosfato faz dele mais resistente a alterações diagenéticas comparado ao carbonato, especialmente sob condições inorgânicas (KOCSIS, 2011).

Em um estudo pioneiro, Longinelli e Nuti (1973a, b) realizaram análises individuais do isótopo de oxigênio presente no fosfato de diversos peixes ectotérmicos³², ósseos e cartilagosos, coletados em habitat de água-doce e marinho. Eles perceberam que a composição isotópica do oxigênio na apatita biogênica de ossos e dentes estavam em função da isótopo do oxigênio da água, e da temperatura onde esses seres habitavam. A partir dessa relação uma equação foi elaborada, a qual permite a estimativa de paleotemperaturas e informações sobre a salinidade onde peixes nadaram, também possibilitando ressaltar preferências ecológicas.

Ou seja, quando os dentes de tubarões estão se formando, enzimas químicas capturam o oxigênio da água onde esses animais estiveram para compor a estrutura do tecido (KOLODNY; LUZ; NAVON, 1983), e se estes migram entre diferentes ambientes e graus de salinidade, essa informação pode ser distinguida (KOCSIS; VENNEMANN; FONTIGNIE, 2007; FISCHER et al., 2012; 2013a).

Enquanto isso é um lado seguro em análises na estrutura do fosfato, o isótopo do oxigênio no carbonato é mais complicado de ser compreendido. Sendo mais suscetível a modificações diagenéticas posteriores, estes não são dublês tão eficientes de condições climáticas do passado, mas ótimos indicadores se alterações na composição isotópica do fosfato aconteceram durante a diagênese (VENNEMANN et al., 2001; ZAZZO et al., 2004; LÉCUYER et al., 2010; KOCSIS et al., 2014).

De forma similar, a exata fonte do isótopo de carbono ligado em dentes de tubarões também é incerta. Usualmente em animais, o isótopo de carbono corresponde ao seu nível trófico, pois a concentração do ^{13}C incrementa levemente em função deste, e o CO_2 respirado é perdido para o sistema (KOCH, 2007). Entretanto, alguns trabalhos sugerem diferentes proveniências do C para as distintas estruturas dentárias (dentina e esmalte) em tubarões, pois a composição isotópica destes varia no dente de um mesmo indivíduo. Com base nisso, estimativas indicam que os componentes do carbonato biogênico na apatita além da dieta podem estar relacionados ao Carbono Inorgânico Dissolvido (CID), ou até mesmo de outra fonte metabólica (VENNEMANN et al., 2001; KOCSIS et al., 2014).

³²Animais cuja temperatura do corpo varia de acordo com as mudanças de temperatura do ambiente onde se encontram

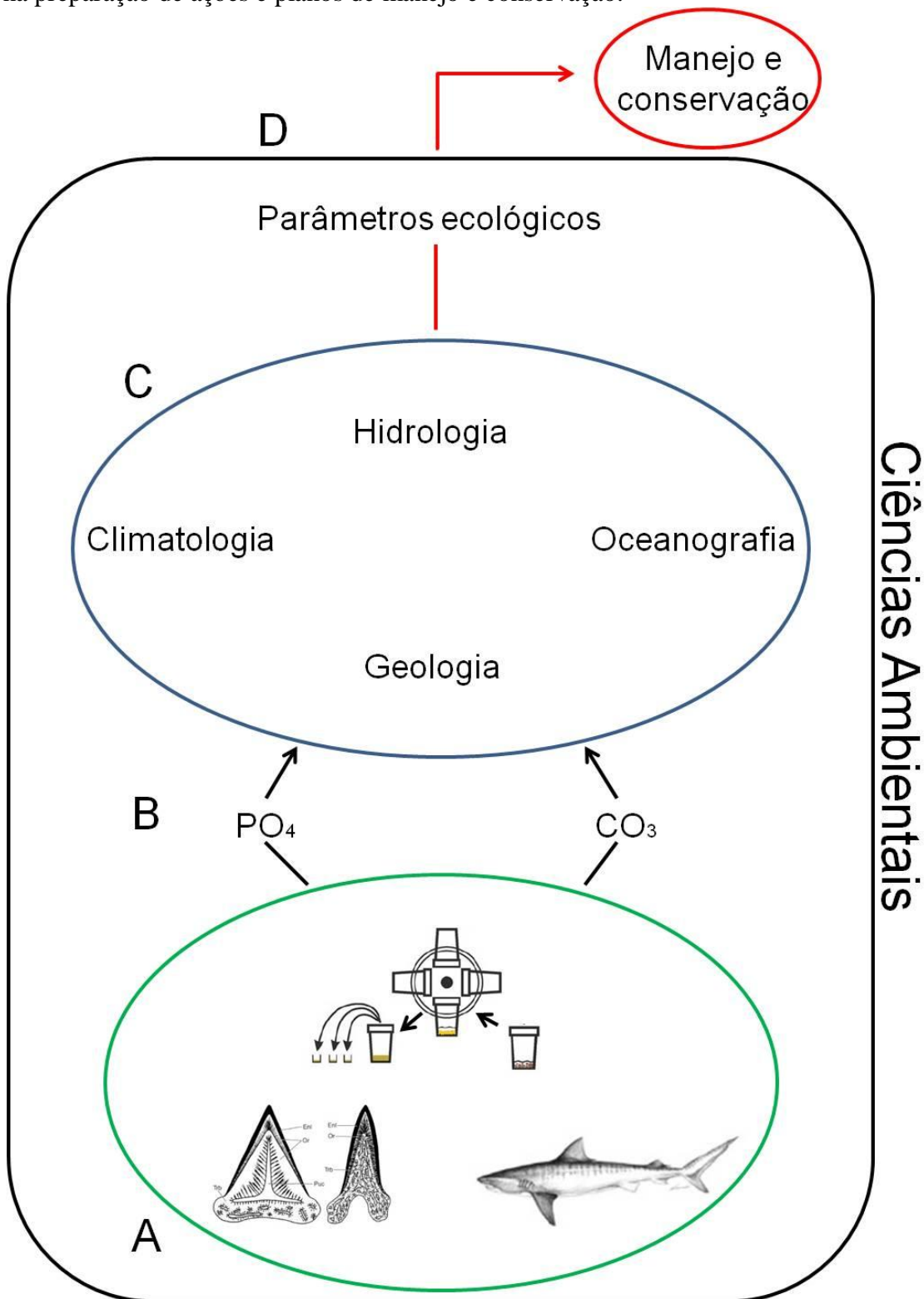
Todas essas características chamam a atenção de paleontólogos, pois a maioria das pesquisas realizadas com este tipo de tecido dentário têm focado em reconstruções paleoambientais utilizando dentes fossilizados (PUCÉAT et al. 2003; KOCSIS; VENNEMANN, FONTIGNIE, 2007; KOCSIS et al., 2011, 2014; AMIOT et al., 2008; PELLEGRINI; LONGINELLI, 2008; FISCHER et al., 2012, 2013a, 2013b; LEUZINGER et al., 2015). Em espécimes recentes a prática de utilizar a apatita biogênica de seláquios é ainda incipiente, mas os executados encontraram informações interessantes a respeito da ecologia desse grupo (VENNEMANN et al., 2001; KOCSIS et al., 2015). Em sua maioria, estas pesquisas verificaram a composição isotópica do oxigênio ligado ao fosfato para complementar interpretações paleoclimáticas, mas mensurações do carbono e oxigênio do carbonato foram também executadas.

Neste trabalho, com o intuito de ampliar a observação dos sinais ambientais e paleoecológicos, foram efetuadas análises isotópicas comparativas de carbono e oxigênio no carbonato ($\delta^{13}\text{C}$, $\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$) e oxigênio no fosfato ($\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$) em dentes fósseis de Selachimorpha nas espécies disponíveis da Formação Pirabas, e em dentes de espécies recentes correlacionadas, ambos depositados nos acervos de Paleontologia e Ictiologia do Museu Paraense Emílio Goeldi (MPEG).

1.4 Um Diagrama Conceitual multidisciplinar

Para melhor visualizar todos os aspectos envolvidos na pesquisa aqui desenvolvida, foi elaborado um Diagrama Conceitual multidisciplinar para representar todas as informações levantadas e por quais áreas o estudo deve caminhar. Desta representação gráfica é possível observar desde tópicos que representam a base de ideias do trabalho, até o topo que seriam os objetivos a serem alcançados (Figura 12).

Figura 12. Diagrama Conceitual multidisciplinar criado com o intuito de facilitar a percepção do leitor para a pesquisa aqui desenvolvida: (A) Base do estudo a qual envolve aspectos biológicos, paleontológicos e geoquímicos; (B) Tipo de estruturas analisadas quimicamente nos dublês disponíveis; (C) Áreas do conhecimento requeridas para a interpretação dos dados obtidos; (D) Utilização dos resultados e sua contribuição na preparação de ações e planos de manejo e conservação.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Na porção inferior do mapa têm-se o núcleo das informações que forneceram os fundamentos da pesquisa (Figura 12A), formado por três variáveis: o grupo zoológico a ser estudado em questão, de tubarões fósseis e recentes; o dublê selecionado para ser aplicada a ferramenta de estudo, a apatita biogênica proveniente de dentes; e a técnica geoquímica escolhida, no caso, a análise isótopos estáveis na estrutura do fosfato e carbonato (Figura 12B). Por si só essa base lança mão de uma abordagem multidisciplinar para sua construção, pois demanda de conhecimento nas áreas de Biologia, Paleontologia e Geoquímica.

Em seguida para a interpretação dos dados do método utilizado nas diferentes estruturas, faz-se necessário novamente o enfoque da multidisciplinaridade. No centro do mapa são apresentadas de forma geral as disciplinas relacionadas as dinâmicas do sistema terrestre que devem ser levadas em consideração para interpretar as informações ecológicas registradas nas amostras (Figura 12C). Nesta etapa da investigação procurou-se responder algumas questões como: Qual o tipo de informação climática pode ser obtida a partir dos resultados das análises? Como estes dados podem ser influenciados por aspectos regionais do regime hidrológico de determinada região? As correntes oceânicas interferem as águas onde habitam esses peixes da mesma maneira? A informação é coerente com os subambientes geologicamente descritos para a localidade?

A estimativa de inferências ecológicas sobre determinado grupo biológico nesse tipo de pesquisa requer em muitos dos casos a compreensão do ecossistema onde esses seres estão inseridos em sua totalidade. Raramente respostas diretas são conseguidas sem levar em consideração a variabilidade de todos estes fatores integrados.

Por fim, deverá ser verificada de qual forma as informações levantadas a respeito da ecologia podem ser aproveitadas para fornecer subsídios a ações de manejo e conservação envolvendo o *táxon* de tubarões (Figura 12D). É nesse ponto onde o mapeamento das problemática acadêmicas são analisadas em conjunto no processo de pesquisa aplicada para solução de problemas; uma das características das Ciências Ambientais (TOLEDO, 2014).

2 HIPÓTESE

Por tubarões serem animais de alta mobilidade migrando entre diferentes ambientes, espera-se obter das análises isotópicas valores indicativos de distintas condições ambientais. Pela região de pesquisa oferecer áreas de condições salobras onde estes indivíduos possivelmente interagem, apatitas biogênicas de alguns espécimes formadas nestes ecossistemas devem corresponder a informação geoquímica dessas condições.

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivo Geral

Interpretar as características ecológicas de Selachimorpha recentes e fósseis através da análise de isótopos estáveis de carbono e oxigênio, visando gerar subsídios para ações de conservação biológica.

3.2 Objetivos Específicos

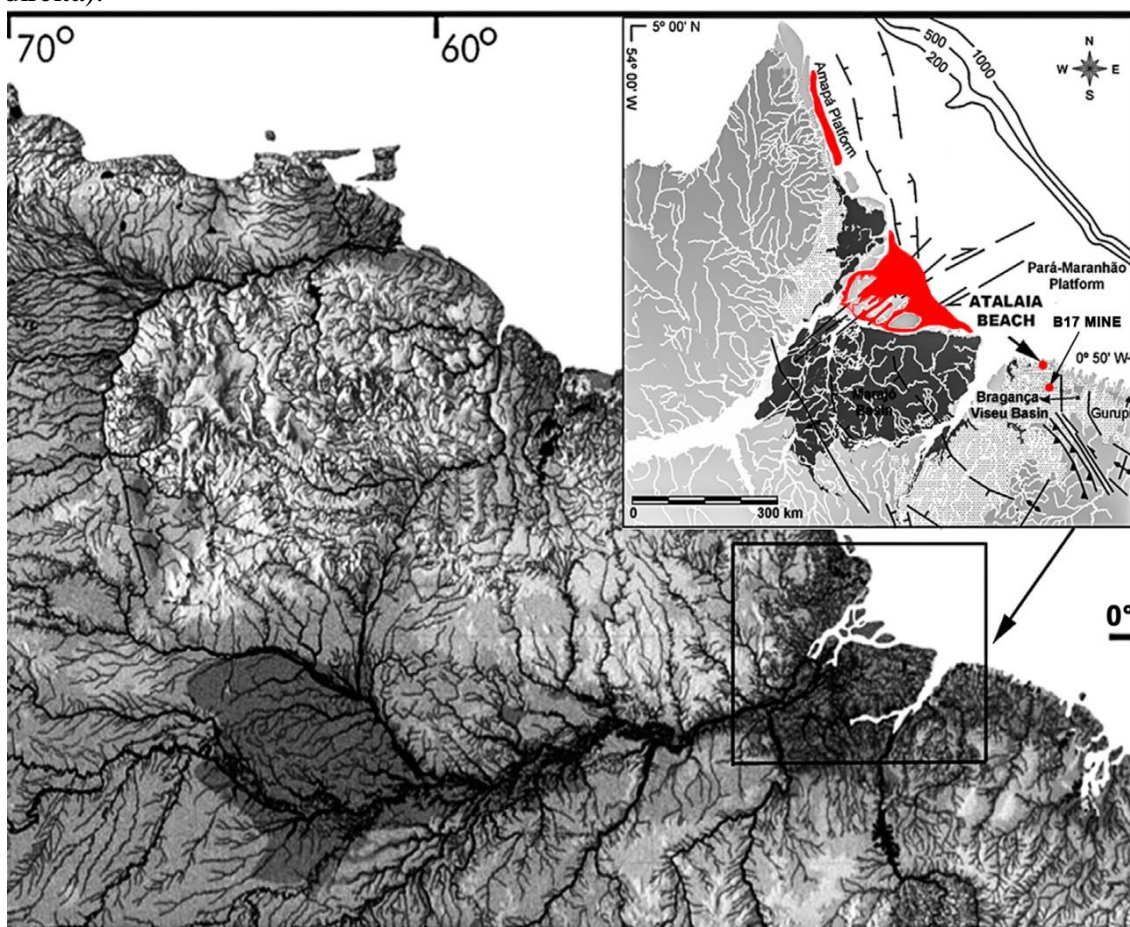
- Levantamento dos isótopos estáveis das espécies de tubarões para a Formação Pirabas e grupos atuais;
- Avaliar as composições isotópicas do carbono do enamelóide, determinando se os valores correspondem a dieta, Carbono Inorgânico Dissolvido (CID) ou outra fonte metabólica;
- Correlacionar os dados dos isótopos estáveis de oxigênio com as condições climáticas e salinidade da água predominante para águas oceânicas dos dois períodos avaliados (Mioceno e Recente), analisando estabilidades ou mudanças desses índices nos diferentes períodos;
- Verificar com base na caracterização paleoecológica quais as considerações biológicas podem ser utilizadas como embasamento teórico para planos de manejo e conservação.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Área de Estudo e Material

A área de estudo é localizada no estado do Pará e sua região costeira adjacente (Figura 13). O material recente é proveniente de exemplares coletados nas águas da plataforma interna do Pará, entre a região costeira leste do Amapá e a Ilha do Marajó; e um exemplar da área costeira nordeste do Amapá (Município de Calçoene). Tratam-se de cinco arcadas dentárias depositadas nos acervos de Paleontologia e Ictiologia do Museu Paraense Emílio Goeldi (MPEG). Quanto as amostras fósseis, foram executadas atividades de prospecção e coleta entre 2011 e 2013 na Praia do Atalaia (Município de Salinópolis); e na Mina B17, uma das zonas de lavra de calcário da empresa Cimentos do Brasil S/A - CIBRASA (Município de Capanema).

Figura 13. Mapa da área de estudo, com destaque em vermelho para a região costeira de onde provém as amostras recentes (à esquerda); e localidades das amostras fósseis (à direita).



Fonte: Modificado de Aguilera et al. (2014).

Além dos espécimes anteriormente mencionados, dez exemplares originários de localidades fossilíferas da região Caribenha foram contribuídos para a pesquisa pelo Dr. Orangel Aguilera e Dr. Jorge Carrillo-Briceño. Estes serão usados para verificar correlações entre as unidades geológicas da região proto-Caribenha³³ e do Brasil, com o objetivo de analisar se os níveis de similaridade de informação paleoambiental é análogo com animais recentes. Essas respectivas localidades e mais informações sobre esses exemplares são detalhadas no texto preparado a ser submetido em uma revista de enfoque geológico/paleontológico. Esse texto pode ser consultado nos Resultados da dissertação aqui apresentada.

Todos os dentes utilizados e suas siglas respectivas para este trabalho estão sumarizados na Tabela 1. No total, quarenta e seis dentes foram usados: vinte e seis fósseis da Formação Pirabas; dez recentes da região costeira Amazônica; e dez fósseis de unidades geológicas da região Caribenha.

Todos os tubarões aqui utilizados na pesquisa estão presentemente distribuídos nos trópicos e usualmente vivem em águas tropicais e rasas acima de 21°C (COMPAGNO, 1984; DINGERKUS, 1987; COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005). Com exceção do gênero *Hemipristis*, todos os *taxa* atualmente ocorrem na zona tropical da Amazônia Oriental (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; FROESE; PAULY, 2015).

Os gêneros fósseis (*Hemipristis*, *Carcharhinus*, *Sphyrna* and *Galeocerdo*) são todos membros da ordem dos Carcharhiniformes (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005), os quais foram também utilizados por Barrick, Fischer e Bohaska (1993) em sua pesquisa nos depósitos miocênicos de Maryland (EUA), tendo sido reconhecidos como indicadores de paleotemperaturas próximas à superfície.

³³Palavra derivada do termo "proto-Caribe", faz menção aos depósitos geológicos representativos da região Caribenha em períodos precedentes ao estabelecimento do atual Mar do Caribe após o fechamento do Istmo do Panamá (AGUILERA et al., 2011).

Tabela 1. Lista das siglas adotadas para cada exemplar utilizado na pesquisa, suas respectivas localidades e observações a respeito de alguns grupos.

Sigla	Espécie	Localidade	Observações
GL-I	<i>Galeocерdo</i> sp.	Mina B17	Mesmo gênero, apresenta relações filogenéticas com representantes do grupo atual de "tubarão-tigre" (<i>Galeocерdo cuvier</i>)
GL-II	<i>Galeocерdo</i> sp.	Mina B17	
GL-III	<i>Galeocерdo</i> sp.	Mina B17	
GL-IV	<i>Galeocерdo</i> sp.	Mina B17	
GL-V	<i>Galeocерdo</i> sp.	Mina B17	
GL-VI	<i>Galeocерdo</i> sp.	Mina B17	
HS-I	<i>Hemipristis serra</i>	Mina B17	Atualmente com uma espécie vivente somente, o "snaggletooth shark" (<i>Hemipristis serra</i>)
HS-II	<i>Hemipristis serra</i>	Mina B17	
HS-III	<i>Hemipristis serra</i>	Mina B17	
HS-IV	<i>Hemipristis serra</i>	Praia do Atalaia	
HS-V	<i>Hemipristis serra</i>	Praia do Atalaia	
HS-VI	<i>Hemipristis serra</i>	Praia do Atalaia	
CP-I	<i>Carcharhinus priscus</i>	Mina B17	Indivíduos relacionados ao gênero <i>Carcharhinus</i> , tais como o cabeça-chata e cação-azeiteiro (<i>Carcharhinus porosus</i>)
CP-II	<i>Carcharhinus priscus</i>	Mina B17	
CP-III	<i>Carcharhinus priscus</i>	Mina B17	
CP-IV	<i>Carcharhinus priscus</i>	Mina B17	
CA-I	<i>Carcharhinus</i> sp.	Mina B17	
CA-II	<i>Carcharhinus</i> sp.	Mina B17	
CA-III	<i>Carcharhinus</i> sp.	Mina B17	
CA-IV	<i>Carcharhinus</i> sp.	Mina B17	
SM-I	<i>Sphyrna magna</i>	Mina B17	Indivíduos filogeneticamente relacionados ao gênero <i>Sphyrna</i> , incluindo diversos tipos de tubarões-martelo
SM-II	<i>Sphyrna magna</i>	Mina B17	
SM-III	<i>Sphyrna magna</i>	Mina B17	
SM-IV	<i>Sphyrna magna</i>	Mina B17	
SM-V	<i>Sphyrna magna</i>	Mina B17	
SM-VI	<i>Sphyrna magna</i>	Mina B17	
CL-I	<i>C. leucas I</i>	Plataforma do Pará	Nome comum "Tubarão-cabeça-chata ou cabeça-touro"
CL-II	<i>C. leucas I</i>	Plataforma do Pará	
CL-III	<i>C. leucas I</i>	Plataforma do Pará	
CL-IV	<i>C. leucas I</i>	Plataforma do Pará	
CL-V	<i>C. leucas I</i>	Plataforma do Pará	
CL-VI	<i>C. leucas I</i>	Plataforma do Pará	
CL-VII	<i>C. leucas II</i>	Plataforma do Pará	
CL-VIII	<i>C. leucas III</i>	Calçoene	
CL-IX	<i>C. leucas IV</i>	Plataforma do Pará	
CT-I	<i>Carcharias taurus</i>	Plataforma do Pará	Nome comum "Tubarão ou cação-mangona"
HC-I	<i>Hemipristis serra</i>	Cantaure	Exemplares do gênero <i>Hemipristis</i> da região Caribenha
HC-II	<i>Hemipristis serra</i>	Cantaure	
HC-III	<i>Hemipristis serra</i>	Cantaure	
HC-IV	<i>Hemipristis serra</i>	Castilletes	
HC-V	<i>Hemipristis serra</i>	Chargres	
HC-VI	<i>Hemipristis serra</i>	Jimol	
HC-VII	<i>Hemipristis serra</i>	Jimol	
HC-VIII	<i>Hemipristis serra</i>	Jimol	
HC-IX	<i>Hemipristis serra</i>	Jimol	
HC-X	<i>Hemipristis serra</i>	Caujarao	

Fonte: Elaborado pelo próprio autor

Quanto aos espécimes atuais amostrados, o tubarão cabeça-chata é de especial interesse tratando-se da configuração hidrológica da Região Amazônica. Este grupo é amplamente distribuído em regiões tropicais e subtropicais conhecido por adentrar longas distâncias (até 100 km) em sistemas de água-doce/salobra (COMPAGNO, 1984; COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005). O cação-mangona (*Carcharias taurus*) é igualmente uma espécie costeira rotineiramente habitando próximo ao fundo entre 15-25m (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005). Estas duas espécies recentes estão respectivamente classificadas como "Próximo de Ameaçado" e "Vulnerável" segundo a Lista Vermelha da IUCN, e já expostas em situação de risco nos planos de gestão elaborados no Brasil (SBEEL, 2005; D. NETO, 2011; IUCN, 2015).

Vale ressaltar que todos os *taxa* usados neste estudo também apresentam características similares, mas não tão acentuadas (no caso, distantes) quanto o tubarão cabeça-chata. Porém, em geral todos utilizam áreas costeiras como áreas de distribuição, incluindo estuários e rios como área de forrageamento, para terem filhotes ou zonas de berçário³⁴. Neste caso, assume-se aqui o princípio da analogia para considerações biológicas sobre os gêneros fósseis amostrados, assumindo-se assim a hipótese que as preferências ambientais para as espécies fósseis seriam correlatas aos representantes atuais (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; HEUPEL et al., 2010).

4.2 Métodos

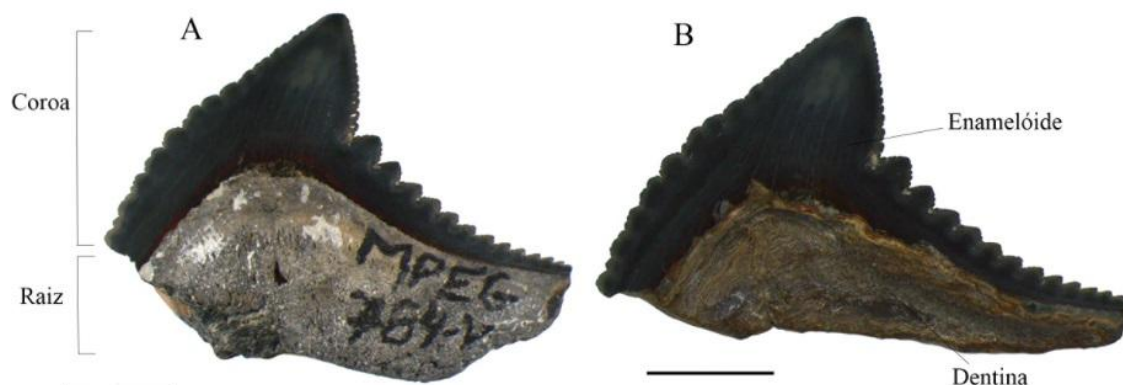
4.2.1 Procedimentos experimentais

Os procedimentos experimentais prévios foram realizados nos laboratórios de Paleontologia/Sedimentologia da Coordenação de Ciências da Terra e Ecologia (CCTE) do MPEG. Todos os exemplares fossilizados tiveram suas bases, parte da dentina e cristais visíveis de calcita³⁵ desgastados utilizando uma caneta de alta rotação e broca 4138 (Figura 14).

³⁴Zonas onde os tubarões migram para terem filhotes, com potencial de recrutamento de outros indivíduos da mesma espécie

³⁵Mineral comumente recristalizado em amostras fósseis de origem carbonática

Figura 14. Dentes de tubarões do gênero *Galeocerdo* em vista lingual, (A) antes do processo de desgaste da raiz/dentina e (B) depois, ilustrando a estrutura interna da dentina e o enamelóide (parte externa). Escala: 5 mm.



Fonte: Elaborado pelo autor.

Regiões como a dentina são mais porosas, e possivelmente mais suscetíveis a processos diagenéticos que modificam as composições químicas originais do indivíduo em questão (KOCSIS et al., 2014). Diversos autores evidenciam que o enamelóide possui uma maior resistência a estas modificações (VENNEMANN et al., 2001; PUCEÁT et al., 2003, 2007; AMIOT et al., 2008, 2010; FISCHER et al., 2012, 2013a, 2013b; KOCSIS et al., 2014). Assim sendo, optou-se por realizar este processo para preferencialmente amostrar a estrutura do enamelóide antes da preparação do material para a análise isotópica.

Mesmo com essa preparação, vestígios de dentina ainda devem ser encontrados nestes exemplares. Desta maneira, somente os espécimes recentes terão a composição do $\delta^{13}\text{C}$ avaliados para observar qual a possível fonte de C na estrutura do enamelóide, pois nesses dentes a dentina foi removida durante o tratamento químico. Além disso, foram amostrados dentes de uma fileira em sequência na arcada dentária do exemplar *Carcharhinus leucas* I (CL-I até CL-VI). Objetiva-se avaliar se os valores isotópicos obtidos possuem alguma correlação ou padrão de acordo com o estágio de vida do animal que possa ser identificado.

Todos os exemplares destinados à investigação geoquímica foram lavados intensivamente com água Milli-Q, para posterior maceração em grau de ágata, até que fiquem em pó. As amostras foram condicionadas em cápsulas de plástico e os procedimentos químicos subsequentes seguem a metodologia apresentada por Kocsis (2011).

4.2.2 Análises de $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$ no Carbonato (CO_3)

A partir desta etapa, os procedimentos experimentais foram realizados no Laboratório de Isótopos Estáveis do Instituto de Dinâmicas da Superfície Terrestre (IDYST) da Universidade de Lausanne (UNIL). Os detalhes dos procedimentos químicos executados estão minuciosamente especificados no Anexo A e B.

A preparação das amostras para a análise do CO_3 seguiram os seguintes passos: cerca de 1.5-2.5 mg foram reagidos com hipoclorito de sódio (NaOCl) a 2.5% por 24h para remover qualquer matéria orgânica remanescente (esse procedimento ocorreu somente nas amostras recentes); e lavados em ácido acético (CH_3COOH) a 1M tamponado com acetato de cálcio ($\text{CaC}_2\text{H}_3\text{O}_2$)₂ a 4.5 pH por duas horas, para remoção de carbonatos secundários; entre e após estes passos, as amostras passaram por lavagens em água destilada e Milli-Q; por fim, estas foram analisadas por um Gasbench II acoplado ao Espectrômetro de Massa (modelo Finnigan MAT Delta Plus XL) e suas composições isotópicas são expressas como valores δ em ‰ de acordo com a equação a seguir:

$$\delta X = [(R_{\text{amostra}}/R_{\text{padrão}}) - 1] \times 10^3$$

Onde X é C^{13} ou O^{18} , e R é a razão correspondente entre o $\text{C}^{13/12}$ e $\text{O}^{18/16}$. O padrão internacionalmente utilizado para o carbono é o *belemnite* fóssil da Formação Pee Dee (Vienna PDB ou VPDB) e para o oxigênio é o *Vienna Standard Mean Ocean Water* (VSMOW).

4.2.3 Análise de $\delta^{18}\text{O}$ no Fosfato (PO_4)

Para este tipo de análise a separação química ocorre através da precipitação de fosfato de prata (Ag_3PO_4), e passos adicionais além dos descritos na preparação do carbonato são necessários: cerca de 2-5 mg foram colocados em um recipiente vedado, e dissolvidos com ácido fluorídrico (HF) a 2M por 12h; a solução foi centrifugada, separada em um novo recipiente para neutralização utilizando hidróxido de amônia (NH_4OH) a 25%; então, é adicionado uma solução de nitrato de prata (AgNO_3) a 2M e uma imediata precipitação de pequenos cristais amarelos de Ag_3PO_4 ocorre; após trinta minutos, quando os cristais depositarem-se no fundo a amostra foi centrifugada, lavada três vezes com água destilada e centrifugada novamente; em seguida, o pó de Ag_3PO_4 foi seco a 50-70 °C por 12h; por fim, foram pesados e depositados em cápsulas de prata;

estas últimas posteriormente convertidas em monóxido de carbono (CO) a 1450 °C via redução com grafite para serem analisadas suas composições isotópicas utilizando um conversor elemental de alta temperatura (TC/EA) acoplado ao Espectrômetro de Massa (modelo Finnigan MAT Delta Plus XL).

As razões isotópicas serão expressas da mesma forma apresentada no tópico anterior. Após a obtenção dos dados, o Programa Excel serviu para verificar a correlação das variáveis em questão através da análise de componentes principais. Além deste, utilizou-se o programa Past3 para realizar múltiplos testes estatísticos (One-way ANOVA, Tukey's pairwise, Kruskal-Wallis, Mann-Whitney pairwise) com o intuito de checar se as amostras possuem diferenças significativas entre localidades em seus valores isotópicos e como devem ser consideradas.

4.2.4 Diagênese

Diversas pesquisas sugerem a existência de uma relação linear entre a composição isotópica do oxigênio presente na estrutura do carbonato e do fosfato derivados de um mesmo exemplar analisado (IACUMIN; COMINOTTO; LONGINELLI, 1996; ZAZZO et al., 2004; LÉCUYER et al., 2010). No geral, os valores do oxigênio no carbonato ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$) são mais enriquecidos que no fosfato ($\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$) por um fracionamento isotópico de aproximadamente 7‰ a 8‰ na apatita biogênica de vertebrados a 37 °C, variando de acordo com a temperatura onde foram precipitadas. Entretanto, estes estudos majoritariamente utilizaram mamíferos marinhos em suas abordagens ou avaliaram somente a hidroxiapatita, a contrário dos seláquios onde a composição predominante é de fluorapatita. Todavia, a verificação da diferença entre estas mensurações é válida para verificar se houveram alterações diagenéticas expressivas nas amostras.

Assim sendo foram comparados os resultados das análises de isótopos de oxigênio entre as diferentes estruturas ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3} - \delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$). Para padronização do fracionamento isotópico, será levado em consideração o valor médio de 9,1‰ relativo aos peixes ectotérmicos, conforme constatado por Vennemann et al. (2001) em seu estudo isotópico na estrutura do carbonato e fosfato em dentes de tubarões recentes ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3} - \delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4} \pm 9,1\%$). Valores menores que 9,1‰ estarão dentro do limite esperado de reprecipitação, e maiores podem sugerir a existência de alterações mais acentuadas das composições isotópicas originais.

5 RESULTADOS

Os resultados das análises na estrutura do carbonato estão detalhadas na Tabela 2. O conteúdo (%) de carbonato (CaCO_3) nas amostras indica se ainda existiram vestígios de dentina durante as análises (<4%) ou se o enamelóide está preferencialmente "isolado" (>4%, todas as amostras recentes).

5.1 Diagênese

As composições isotópicas do oxigênio no carbonato foram comparadas com o do fosfato da seguinte maneira: ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3} - \delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$). Todas as amostras resultaram abaixo do valor esperado de 9,1‰, sendo o resultado dos espécimes recentes mais positivos (média: 7,6‰) que dos fósseis (média: 6,5‰). Isto indica modificações mínimas das composições isotópicas originais do $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$, a serem comentadas no item 5.3

5.2 Composições isotópicas do carbonato na bioapatita de espécimes recentes (enamelóide)

Os valores isotópicos de carbono ($\delta^{13}\text{C}$) e oxigênio ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$) no carbonato de espécimes recentes (enamelóide) e seus respectivos desvio padrão são apresentados na Tabela 3.

Todos os valores do $\delta^{13}\text{C}$ observados foram positivos, variando entre 1‰ até 7‰. Enquanto isso, os resultados do $\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$ variaram de 27,4‰ a 29,6‰. Com a intenção de avaliar se as concentrações do carbono ($\delta^{13}\text{C}$) e oxigênio ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$) estão relacionadas, ou melhor, se quando uma variável diminui ou aumenta a outra responde diretamente, testes estatísticos foram executados para verificar o grau de correlação.

Um grau de correlação foi notado quando aplicaram-se os testes na fileira de dentes amostradas de *Carcharhinus leucas* (CL-I ao CL-VI). Nesses dentes os valores de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$ apresentaram uma forte correlação linear ($R^2 = 0,9225$), ou seja, quando as concentrações do carbono reduziram as do oxigênio também seguiram essa tendência de forma linear e não-inversa (positiva). Entretanto o sinal isotópico destas foi fraco de acordo com a frequência espectrômetro, pois o conteúdo de carbonato nas amostras era de pequena quantidade. Para solucionar esse problema, uma reanálise foi executada nesta sequência utilizando o dobro de quantidade de amostra (de $\pm 2\text{mg}$ para $\pm 3,2\text{mg}$) com o intuito de incrementar a captura do sinal e minimizar os erros de leitura do espectrômetro.

Tabela 2. Composição isotópica do carbono e oxigênio no carbonato dos exemplares avaliados, e suas respectivas % de carbonato em relação ao peso total da amostra. Em azul, fósseis da Formação Pirabas; em verde, recentes da zona costeira da Amazônia Oriental; em branco, fósseis de unidades fossilíferas proto-Caribenhas.

Sigla	Espécie	Localidade	Observações
GL-I	<i>Galeocerdo</i> sp.	Mina B17	Mesmo gênero, apresenta relações filogenéticas com representantes do grupo atual de "tubarão-tigre" (<i>Galeocerdo cuvier</i>)
GL-II	<i>Galeocerdo</i> sp.	Mina B17	
GL-III	<i>Galeocerdo</i> sp.	Mina B17	
GL-IV	<i>Galeocerdo</i> sp.	Mina B17	
GL-V	<i>Galeocerdo</i> sp.	Mina B17	
GL-VI	<i>Galeocerdo</i> sp.	Mina B17	
HS-I	<i>Hemipristis serra</i>	Mina B17	Atualmente com uma espécie vivente somente, o "snaggletooth shark" (<i>Hemipristis serra</i>)
HS-II	<i>Hemipristis serra</i>	Mina B17	
HS-III	<i>Hemipristis serra</i>	Mina B17	
HS-IV	<i>Hemipristis serra</i>	Praia do Atalaia	
HS-V	<i>Hemipristis serra</i>	Praia do Atalaia	
HS-VI	<i>Hemipristis serra</i>	Praia do Atalaia	
CP-I	<i>Carcharhinus priscus</i>	Mina B17	Indivíduos relacionados ao gênero <i>Carcharhinus</i> , tais como o cabeça-chata e cação-azeiteiro (<i>Carcharhinus porosus</i>)
CP-II	<i>Carcharhinus priscus</i>	Mina B17	
CP-III	<i>Carcharhinus priscus</i>	Mina B17	
CP-IV	<i>Carcharhinus priscus</i>	Mina B17	
CA-I	<i>Carcharhinus</i> sp.	Mina B17	
CA-II	<i>Carcharhinus</i> sp.	Mina B17	
CA-III	<i>Carcharhinus</i> sp.	Mina B17	Indivíduos filogeneticamente relacionados ao gênero <i>Sphyrna</i> , incluindo diversos tipos de tubarões-martelo
SM-I	<i>Sphyrna magna</i>	Mina B17	
SM-II	<i>Sphyrna magna</i>	Mina B17	
SM-III	<i>Sphyrna magna</i>	Mina B17	
SM-IV	<i>Sphyrna magna</i>	Mina B17	
SM-V	<i>Sphyrna magna</i>	Mina B17	
SM-VI	<i>Sphyrna magna</i>	Mina B17	Nome comum "Tubarão-cabeça-chata ou cabeça-touro"
CL-I	<i>C. leucas I</i>	Plataforma do	
CL-II	<i>C. leucas I</i>	Plataforma do	
CL-III	<i>C. leucas I</i>	Plataforma do	
CL-IV	<i>C. leucas I</i>	Plataforma do	
CL-V	<i>C. leucas I</i>	Plataforma do	
CL-VI	<i>C. leucas I</i>	Plataforma do	
CL-VII	<i>C. leucas II</i>	Plataforma do	
CL-VIII	<i>C. leucas III</i>	Calçoene	
CL-IX	<i>C. leucas IV</i>	Plataforma do	
CT-I	<i>Carcharias taurus</i>	Plataforma do Pará	Nome comum "Tubarão ou cação-mangona"
HC-I	<i>Hemipristis serra</i>	Cantaure	Exemplares do gênero <i>Hemipristis</i> da região Caribenha
HC-II	<i>Hemipristis serra</i>	Cantaure	
HC-III	<i>Hemipristis serra</i>	Cantaure	
HC-IV	<i>Hemipristis serra</i>	Castilletes	
HC-V	<i>Hemipristis serra</i>	Chargres	
HC-VI	<i>Hemipristis serra</i>	Jimol	
HC-VII	<i>Hemipristis serra</i>	Jimol	
HC-VIII	<i>Hemipristis serra</i>	Jimol	
HC-IX	<i>Hemipristis serra</i>	Jimol	
HC-X	<i>Hemipristis serra</i>	Caujarao	

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

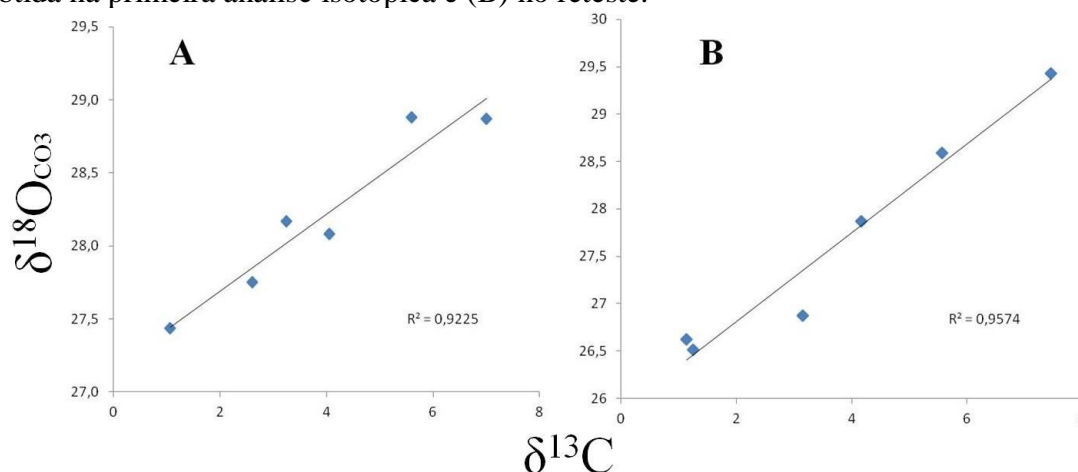
Tabela 3. Composição isotópica de carbono e oxigênio no carbonato em espécimes recentes, com destaque para a fileira sequencial de dentes amostrada de *Carcharhinus leucas*. A amostra CL-I representa o exemplar mais externo (antigo) e o CL-VI o mais interno (novo).

Amostra	$\delta^{13}\text{C}$ (VPDB)	$\delta^{13}\text{C}$ Desv. padr.	$\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$ (VSMOW)	$\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$ Desv. padr.
CL-I	1,0	0,1	27,4	0,3
CL-II	2,6	0,2	27,8	0,3
CL-III	3,3	0,2	28,2	0,3
CL-IV	4,0	0,1	28,1	0,2
CL-V	5,6	0,1	28,9	0,1
CL-VI	7,0	0,2	28,9	0,1
CL-VII	1,0	0,1	29,6	0,2
CL-VIII	1,0	0,2	27,9	0,1
CL-IX	2,2	0,2	26,5	0,2
CT-I	4,2	0,2	28,4	0,2

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Os resultados indicaram novamente uma forte correlação das variáveis ($R^2 = 0,9574$), indicando um possível efeito de fracionamento isotópico na estrutura do enamelóide (Figura 15). Explicações para o observado grau de correlação entre estas estudadas variáveis serão realizadas no subitem 6.2.

Figura 15. Gráficos de dispersão com linha de tendência apresentando a correlação (A) obtida na primeira análise isotópica e (B) no reteste.



Fonte: Elaborado pelo autor.

5.3 Composições isotópicas do fosfato na bioapatita

Os valores de $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ de todos os dentes estudados das diferentes localidades e idades variaram entre 18,9‰ até 21,4‰ (Tabela 4).

Os tubarões da Formação Pirabas tiveram resultados de 18,9‰ até 20,3‰, apresentando variações maiores no gênero *Sphyrna* (1,2‰) e *Galeocerdo* (0,9‰), e menores para *Carcharhinus* e *Hemipristis* (0,6‰). Os tubarões proto-Caribenhos exibiram composições isotópicas levemente mais enriquecidas variando entre 19,8‰ a 20,8‰, e seus valores isotópicos sobrepoem o limite superior de $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ encontrados nos tubarões do Pirabas. Os tubarões recentes tiveram a maior variação (1,8‰) resultando de 19,6‰ até 21,4‰, também sobrepondo o limite mais enriquecido das amostras do Pirabas.

Múltiplos testes estatísticos (One-way ANOVA, Tukey's pairwise, Kruskal-Wallis, Mann-Whitney pairwise) foram efetuados nos dados destes seláquios. Através da comparação de acordo com a procedência (p. ex. fósseis proto-caribenhos x fósseis da Formação Pirabas) e idade das amostras, foi possível agrupar distintamente cada conjunto de dados como será proposto a seguir. Em seguida, investigações estatísticas subsequentes nos dados destes três grupos de seláquios (fósseis proto-caribenhos, fósseis da Formação Pirabas e grupos atuais) indicou diferenças significativas entre suas composições isotópicas, mesmo quando analisados no mesmo gênero entre os fósseis do Pirabas e do proto-Caribe (o caso de *Hemipristis*) (Figura 16).

Tabela 4. Composição isotópica do oxigênio no fosfato dos exemplares avaliados.

Amostra	$\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ (VSMOW)	$\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ Desv. padr.
GL-I	19,7	0,1
GL-II	18,9	0,1
GL-III	19,8	0,1
GL-IV	19,7	0,1
GL-V	19,8	0,1
GL-VI	19,8	0,1
HS-I	19,3	0,1
HS-II	19,5	0,1
HS-III	19,6	0,2
HS-IV	19,9	0,1
HS-V	19,7	0,1
HS-VI	19,8	0,2
CP-I	19,3	0,1
CP-II	19,7	0,3
CP-III	18,9	0,0
CP-IV	19,2	0,4
CA-I	19,1	0,0
CA-II	19,1	0,2
CA-III	19,4	0,3
CA-IV	19,6	0,2
SM-I	20,3	0,1
SM-II	19,7	0,2
SM-III	19,6	0,1
SM-IV	20,0	0,0
SM-V	19,2	0,3
SM-VI	19,1	0,1
CL-I	20,2	0,1
CL-II	20,3	0,1
CL-III	20,7	0,2
CL-IV	20,9	0,1
CL-V	20,9	0,1
CL-VI	20,8	0,1
CL-VII	20,9	0,1
CL-VIII	21,4	0,2
CL-IX	19,6	0,1
CT-I	19,9	0,1
HC-I	20,8	0,1
HC-II	20,0	0,0
HC-III	19,8	0,2
HC-IV	19,8	0,2
HC-V	20,6	0,2
HC-VI	20,1	0,1
HC-VII	20,0	0,0
HC-VIII	19,8	0,1
HC-IX	19,9	0,1
HC-X	20,6	0,1

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Figura 16. Múltiplos testes estatísticos aplicados nos três grupos considerados de acordo com a procedência das amostras (fósseis proto-caribenhos, fósseis da Formação Pirabas e grupos atuais). De cima para baixo: Tukey's pairwise; Mann-Whitney pairwise; Kruskal-Wallis; One-way ANOVA.

Tukey's pairwise	Pirabas	Recente	Não-Pirabas
Pirabas		0,0001273	0,001434
Recente	9,031		0,0338
Não-Pirabas	5,359	3,672	

Tukey's Q below the diagonal, p(same) above the diagonal.
Significant comparisons are pink.

Mann-Whitney pairwise	Pirabas	Recente	Não-Pirabas
Pirabas		0,0000721	0,0001243
Recente	0,0000721		0,05282
Não-Pirabas	0,0001243	0,05282	

Raw p values, uncorrected significance

Kruskal-Wallis: test for equal medians

H (chi2): 24,85

Hc (tie corrected): 25,02

p (same): 3,694E-06

There is a significant difference between sample medians

One-way ANOVA: Test for equal means

	Sum of sqrs	df	Mean square	F	p (same)
Between groups:	8,54019	2	4,2701	25,94	0,00000004082
Within groups:	7,07915	43	0,164631		
Total:	15,6193	45			

omega2: 0,5202

Levene's test for homogeneity of variance, from means p (same): 0,1387

Levene's test, from medians p (same): 0,3657

Welch F test in the case of unequal variances: F=20,57, df=16,63, p=0,00003182

Uma das hipóteses deste padrão pode estar relacionado a divergências nas condições ambientais específicas nas distintas localidades ou associada a mudanças nos parâmetros regionais e globais ao longo do tempo geológico. Estes temas serão discutidas mais adiante. Daqui em diante os seguintes termos serão adotados para a discussão dos resultados: grupo Pirabas (tubarões da Formação Pirabas), grupo Recente (tubarões atuais da Amazônia), e grupo não-Pirabas (tubarões do proto-Caribe).

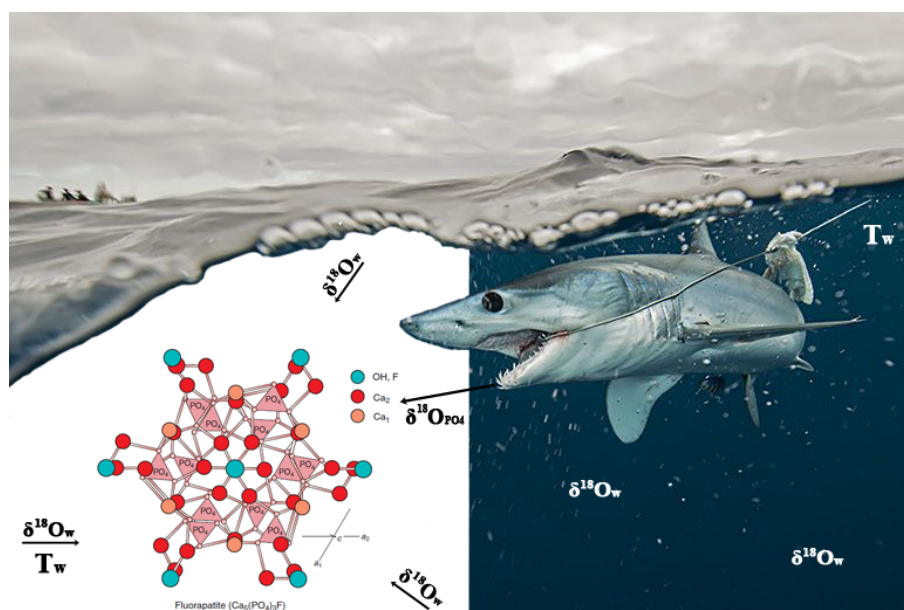
5.4 Artigo elaborado para uma revista com enfoque paleontológico/geológico

Como esta pesquisa demandou uma abordagem multidisciplinar para sua construção, existe a intenção de produzir pelo menos duas publicações em revistas científicas dos dados e considerações aqui realizados. O primeiro destes terá um enfoque paleontológico e geológico, um segundo irá abordar questões de conservação biológica. O texto do primeiro manuscrito foi escrito originalmente em inglês e está anexado nesta dissertação no Anexo C.

5.4.1 Evidências de um 'paleoberçário' na Amazônia: Análises de isótopos estáveis de oxigênio no fosfato em dentes fósseis e recentes de tubarões, do norte do Brasil (Formação Pirabas) e localidades Caribenhas (Formações Cantaure, Caujarao, Jimol, Castilletes e Chagres)

RESUMO GRÁFICO

Figura 17. Resumo Gráfico



Fonte: Modificado de Skinner & Jahren (2007) e ilustração de © Rodrigo Friscione³⁶.

³⁶Disponível em: <https://pbs.twimg.com/media/CWdwd6fWsAArLrV.jpg>. Acesso em: jan. 2016.

RESUMO

A composição isotópica do fosfato presente na bioapatita de tubarões foi analisada em diferentes formações fossilíferas localizadas na América do Sul e Central, mas principalmente observadas para a costa leste da Amazônia. Estas unidades geológicas de idades partindo do Mioceno inferior ao superior foram também comparadas com espécimes dos dias atuais, com o intuito de verificar os graus de correlação nos diferentes intervalos temporais e entre as localidades. O material estudado foram dentes, e estes tiveram o enamelóide preferencialmente amostrado, além de terem sido verificadas boas condições quanto a preservação dos sinais químicos originais nos exemplares a partir de comparações com mensurações isotópicas da estrutura do carbonato. Os valores de $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ encontrados variaram entre 18,9‰ até 21,4‰, apresentando uma variação relativamente baixa (1,2‰) nos grupos fósseis mesmo quando comparada a pesquisas utilizando espécimes atuais. De acordo com estes resultados, as paleotemperaturas onde estes animais habitaram foram entre 21,6°C a 31,5°C. Testes estatísticos confirmaram os três grupos aqui caracterizados a partir dos valores observados: grupo Pirabas (tubarões fósseis da Formação Pirabas), grupo Recente (tubarões extantes da região costeira Amazônica) e grupo não-Pirabas (tubarões fósseis proto-Caribenhos). Considerações ambientais globais, regionais e biológicas destes indivíduos foram levantadas para compreender estas distintas assinaturas químicas. Admitindo o comportamento de filopatria baseado na baixa alternância isotópica constatada do grupo Pirabas, é possível estimar a hipótese de que essa região potencialmente serviu como paleoberçário no passado geológico, reforçada por outras características já identificadas em estudos paleontológicos (opções alimentares diversas) e geológicos (subambientes descritos de lagunas, manguezais e estuários). Além disso, estabilidade ecológica verificada comparando as paleotemperaturas do grupo Pirabas com o grupo Recente sugere a resiliência do grupo em manter nichos de atuação similares durante o tempo geológico na região Amazônica. Por outro lado, influências oceanográficas e mudanças nos padrões planetários parecem justificar a peculiaridade das medidas encontradas no grupo não-Pirabas. Embora algumas das hipóteses aqui necessitem ser reforçadas com análises subsequentes, as considerações levantadas são imprescindíveis para uma melhor compreensão do contexto paleontológico existente nas regiões avaliadas.

Palavras-chave: Amazônia. proto-Caribe. Dentes de tubarões. Formação Pirabas. Isótopos de oxigênio

5.4.2 Introdução

Rochas carbonáticas provenientes da Formação Pirabas (Mioceno inferior, MAURY, 1925), representam um importante registro da configuração costeira Amazônica no passado geológico. Localizada no nordeste do estado do Pará, esta unidade fossilífera retrata a paisagem alguns milhões de anos antes do estabelecimento da Foz do Amazonas nesta região (FIGUEREDO et al., 2009; AGUILERA et al., 2014). Atualmente na borda leste da Amazônia Oriental encontram-se águas regionalmente influenciadas pela descarga do Rio Amazonas, correspondente a 18% da descarga total de água-doce nos oceanos do mundo (MARENGO, 2007). Entretanto, anteriormente a

este evento o cenário era predominantemente marinho, similar aos ecossistemas hoje encontrados na zona caribenha, tendo sido descritos através da sedimentologia subambientes de lagunas, estuários, manguezais, canais de maré e delta de maré (GÓES et al., 1990; ROSSETTI & GÓES, 2004a, b; COSTA et al., 2009; ROSSETTI; BEZERRA; DOMINGUEZ, 2013; AGUILERA et al., 2013; 2014). Embora estudada por mais de um século (WHITE, 1887), essa localidade ainda provê informações significativas para o entendimento do paleoambiente então existente há 23 milhões de anos atrás. Contribuições paleontológicas recentes foram realizadas por Aguilera et al. (2013; 2014) através da descrição taxonômica de numerosos peixes teleosteos a partir de otólitos e um crânio de bagre (*Cathorops*), permitindo uma melhor visualização da biodiversidade marinha e costeira desta formação. Estas pesquisas, bem como análises estatísticas (AGUILERA; PAES, 2012) destacam características únicas paleobiogeográficas as quais distinguem esta província do norte da costa brasileira com as faunas do Neógeno proto-Caribenha como antes sugerido em pesquisas anteriores (MAURY, 1925; TOLEDO; DOMNING, 1989; ROSSETTI & GÓES, 2004a). Neste caso, a questão apresentada é se cada uma destas regiões seria caracterizada por condições ambientais específicas ou apresentam semelhanças entre elas, uma vez que o intervalo de tempo geológico e influências oceanográficas eram levemente distintas entre os depósitos fossilíferos? Com o objetivo de contribuir na elucidação desta questão, foram selecionadas apatitas biogênicas de tubarões como ferramenta para análises de isótopos estáveis de carbono e oxigênio no fosfato. Estes organismos biológicos atualmente são reconhecidos pela ótima aplicabilidade em estudos paleoclimáticos (VENNEMANN et al., 2001), pois os dentes destes indivíduos são compostos em sua estrutura primariamente por fluorapatita (MOLLER et al., 1975; DACLUSI; KEREDEL, 1980); a forma biomineralizada menos solúvel e portanto mais resistente a alterações posteriores (POSNER; BLUMENTHAL; BETTS, 1984). Essa perspectiva têm sido empregada em diferentes partes do mundo no estudo de seláquios fósseis e atuais (LECUYER et al., 1996; VENNEMANN et al., 2001; PUCEAT et al., 2003, 2007; FISCHER et al., 2012, 2013a, b; KOCSIS et al., 2009, 2014, 2015; LEUZINGER et al., 2015), mas na América do Sul o seu uso ainda é incipiente, apenas sendo registrado para o Mioceno médio-Plioceno inferior do Peru (Formação Pisco) e no Plio-Pleistoceno do Equador (Formação Canoa) (PELLEGRINI; LONGINELLI, 2007; AMIOT et al., 2008). A composição do isótopo de oxigênio de peixes ectotérmicos é constituída em função da temperatura e do isótopo do oxigênio da água,

onde estes animais estiveram habitando durante a constituição de seus dentes e ossos (LONGINELLI; NUTI, 1973a, b; KOLODNY; LUZ; NAVON, 1983). Com base nestas relações entre o animal e o ambiente, é possível estabelecer inferências sobre a paleosalinidade e paleotemperaturas nas quais esses peixes habitaram. Os tubarões continuamente repõem seus dentes ao longo da vida e estes potencialmente registram condições distintas devido ao seu crescimento em divergentes ambientes, podendo assim demonstrar peculiaridades como a migração de seláquios primitivos adentro de águas dulcícolas constatada no Mesozóico da Europa (KOCSIS; VENNEMANN; FONTIGNIE, 2007; FISCHER et al. 2012, 2013a). Com o objetivo de verificar os padrões paleoecológicos dos tubarões pirabenhos e indivíduos recentes da mesma região, e suas associações a espécimes correspondentes da zona proto-Caribenha, análises isotópicas foram executadas em dentes de várias localidades e idades. Neste caso, foram avaliados três momentos no tempo geológico: A) Mioceno inferior do Norte do Brasil (Formação Pirabas), Antes do estabelecimento da Foz do Amazonas; B) Mioceno inferior ao superior da Venezuela, Colombia e Panama (Formações Cantaure, Caujaurao, Jimol, Castilletes e Chagres); C) Recente do Norte do Brasil, após o estabelecimento da Foz do Amazonas.

5.4.3 Contexto geológico

Conforme mencionado acima diversas unidades geológicas de diferentes idades foram estudadas comparativamente, cuja distribuição geográfica vai do Norte do Brasil (Pirabas), passando pelo noroeste da América do Sul (Cantaure, Jimol e Castilletes) até a América Central (Chagres) (Figuras 18, 19).

Figura 18. Depósitos fossilíferos da América do Sul e Central (em vermelho), e área costeira (em laranja) de onde foram utilizados os espécimes para a pesquisa. (A) Localidades da Formação Pirabas e áreas da plataforma interna aqui amostradas; (B) sítios da Formação Cantaure e Caujarao no norte da Península de Fálcon, norte da Venezuela; (C) localização da Formação Chagres na costa de Abajo Colon, norte do Panamá; e (D) localidades da Formação Jimol e Castilletes da Península Alta Guajira, norte da Colômbia.



Fonte: Modificado de Aguilera e Paes. (2012).

Figura 19. Representação cronoestratigráfica das unidades geológicas estudadas e suas correlações de acordo com intervalos do Mioceno.

Chronostratigraphy			Biozone		Caribbean Coast			Atlantic
Ma	Epoch	Stage	Planktonic Foraminifera	Nanno-plankton	Panama Canal Basin	Falcon North East Basin	Cocinetas Basin	Barreirinhas Basin
6	Neogene	Messinian	N18	NN 11b	Chagres Fm.	Caujarao Fm.		
7			N17					
8		Tortonian	N16	NN 11				
9			N15	NN 9				
10			N14	NN 8				
11	Miocene	Serravallian	N13	NN 7				
12			N12	NN 6				
13		Langhian	N11	NN 5				
14			N10					
15			N9					
16	Eocene	Burdigalian	N8	NN 4	Cantaure Fm.	Castilletes Fm.		
17			N 7-6					
18		Aquitanian	N 5	NN 3		Jimol Fm.		
19	NN 2							
20								
21			N 4				Pirabas Fm.	
22								
23	Oligocene		P 22	NP 25				

Fonte: Luz et al. (2016) in prep.

O termo proto-Caribe é adotado para todos estes sítios por fazer alusão momento geológico que precede o estabelecimento do Mar Caribenho moderno há aproximadamente 3,5 Ma. Este limite é determinado pelo soerguimento total do istmo do Panamá, e consequente isolamento do Atlântico Central Oeste e Pacífico Central Leste (AGUILERA et al., 2011; JACKSON; O'DEA, 2013; LEIGH; O'DEA; VERMEJI, 2013). Antes do fechamento completo da passagem do istmo, esta região funcionava como um corredor de comunicação entre os Oceanos Pacífico e Atlântico, permitindo fortes influências em águas profundas da Corrente Equatorial do Pacífico penetrando o proto-Caribe, enquanto superficialmente a corrente circumtropical fluía na direção oeste, para o Oceano Pacífico (SCHWEITZER et al., 2006; NEWKIRK; MARTIN, 2009; AGUILERA et al., 2011).

5.4.3.1 Formação Pirabas

A Formação Pirabas (MAURY, 1925) aflora descontinuamente no Norte do Brasil, especificamente nos estados do Pará, Maranhão e Piauí (ROSSETTI & GÓES, 2004b; TÁVORA; SANTOS; ARAÚJO, 2010; ROSSETTI; BEZERRA; DOMINGUEZ, 2013). Essa localidade conforme em rochas carbonáticas intercaladas com argilitos e arenitos siliciclásticos, representativos em geral de plataforma interna, plataforma restrita/laguna, *shoreface/foreshore* e manguezais (GÓES et al., 1990; ROSSETTI & GÓES, 2004b; ROSSETTI; BEZERRA; DOMINGUEZ, 2013). A idade desta unidade ainda é debatida, inicialmente o estudo de foraminíferos descreveu associações com as biozonas globais (BLOW, 1969) N2 a N5 (Oligoceno superior-Mioceno inferior), mas posteriormente pesquisas encontraram apenas correlações entre as biozonas N4 a N5 (Mioceno inferior) (PETRI, 1957; FERNANDES, 1988; FERNANDES; TÁVORA, 1990; TÁVORA; FERNANDES, 1999; ROSSETTI; BEZERRA; DOMINGUEZ, 2013; AGUILERA et al., 2014). Para esta pesquisa as últimas mencionadas foram consideradas, como também adotadas por Aguilera et al. (2014) em sua pesquisa de peixes ósseos, enquanto contribuições futuras em metodologias complementares (p. ex. análises isotópicas cronoestratigráficas) não são executadas para melhor determinar a idade. Um rico conteúdo fossilífero de invertebrados e vertebrados é encontrado nessa formação: moluscos, crustáceos, briozoários, corais, peixes ósseos e cartilagosos, sirênios e crocodilianos (WHITE, 1887; MAURY, 1925; BEURLIN, 1958a, b; COSTA; TOLEDO; MORAES-SANTOS, 2004; RAMOS et al., 2004; TÁVORA et al., 2004; MORAES-SANTOS;

VILLANUEVA; TOLEDO, 2011; AGUILERA et al., 2013; 2014). Interpretações ambientais são principalmente embasadas pela paleontologia, indicando a dominância de águas quentes, rasas e de baixa turbidez influenciadas ocasionalmente por eventos tempestivos, tornando-se gradativamente ao longo de intervalos temporais lagunar e estuarina (ROSSETTI; BEZERRA; DOMINGUEZ, 2013). Essa localidade representa o último estágio da plataforma de carbonato do Atlântico centro-oeste no norte da América do Sul, até ser sobreposta por sedimentos deltaicos siliciclásticos provenientes de eventos que desencadearam uma drástica mudança na configuração hidrogeográfica da Amazônia (AGUILERA et al., 2014).

5.4.3.2 Formação Cantaure

A Formação Cantaure (HUNTER; BARTOK, 1974) encontra-se no estado de Fálcon ao noroeste da Venezuela, aproximadamente a 10 km sentido oeste da cidade de Pueblo Nuevo, situada na Península de Paraguaná. Suas rochas consistem em folhelhos siltosos interpolados por estreitos níveis de calcários associados a algas e conchas, arenitos siltosos e arenosos interpostos por lamitos maciços (HUNTER; BARTOK, 1974; AGUILERA et al., 2013). Atribuições de idade identificam essa unidade no final do Mioceno Inferior (Burdigaliano) baseada na análise de foraminíferos planctônicos e na bioestratigrafia de nanofósseis calcários (DÍAZ de GAMERO, 1974; REY, 1996). A composição faunística é diversificada, particularmente rica em moluscos decápodes e peixes, indicativos de um ecossistema marinho tropical, de águas rasas e claras, mas sujeita a eventos de ressurgência recorrentes (JUNG, 1965; THOMAS; MACDONALD, 1970; NOLF; AGUILERA, 1998; AGUILERA; RODRIGUES de AGUILERA, 2001; AGUILERA; LUNDBERG, 2010; AGUILERA, 2010; AGUILERA et al., 2010).

5.4.3.3 Formação Caujarao

A Formação Caujarao (WIEDENMAYER, 1937) aflora no norte do estado de Fálcon, noroeste da Venezuela (SMITH et al., 2010). Esta unidade é subdividida em três membros (Taratara, Mataruca e El Muaco) compostos em geral por argilitos cinza escuro e marrons erodidos, argilitos siltosos com moluscos dispersos, margas e calcários fossilíferos (VALLENILLA, 1961; SMITH et al., 2010). A idade do Mioceno superior (Tortoniano superior-Messiniano) foi atribuída para esta formação através de associações utilizando foraminíferos planctônicos (WOZNIAK; WOZNIAK, 1987). A composição fóssil conhecida envolve em sua maioria invertebrados, moluscos, foraminíferos e nanoplânctons calcários (VALLENILLA, 1961; WOZNIAK;

WOZNIAK, 1987; ESTEVES; VILLATA, 1989; SMITH et al., 2010). O paleoambiente de deposição é caracterizado como costeiro marinho raso, apresentando intervalos lagunares com um aporte clástico limitado (WOZNIAK; WOZNIAK, 1987; ESTEVES; VILLATA, 1989).

5.4.3.4 Formação Jimol

A Formação Jimol (RENZ, 1960) situa-se ao longo da parte central da Bacia Cocinetas no norte da Colômbia, formando uma faixa que se estende do Vale Patsua no sul ao Rio Topio no norte (HENDY et al., 2015; MORENO et al., 2015). Suas rochas consistem em arenitos líticos, sendo alguns níveis interpostos por calcários acinzentados, *wackestone a packstone* fossilíferos cinza-amarelados, lamitos e *siltstones* marrom-acinzentados. A porção superior dessa formação está em contato com rochas da Formação Castilletes, e considerações estratigráficas detalhadas demonstram uma modificação ambiental gradual entre estas unidades (MORENO et al., 2015). A Formação Jimol possui sua idade posicionada pelo final do Mioceno Inferior (Burdigaliano) com base em pesquisas bioestratigráficas de macroinvertebrados e cronoestratigrafia isotópica de estrôncio. A composição fóssil é mais diversa em moluscos, mas crocodilianos, peixes ósseos e cartilagosos também são registrados. O ambiente de deposição é marinho e raso, com profundidades de plataforma interna (<50m) (HENDY et al., 2015; MORENO et al., 2015).

5.4.3.5 Formação Castilletes

A Formação Castilletes (RENZ, 1960; ROLLINS, 1965) emerge na Península Alta Guajira, no norte da Colômbia (MORENO et al., 2015). Consiste em margas calcárias, argilitos, arenitos calcários e não-calcários e conglomerados (AGUILERA et al., 2013). Esta unidade encontra-se sobre a Formação Jimol e seu contato superior não é exposto (AGUILERA et al., 2013; HENDY et al., 2015; MORENO et al., 2015). A idade da formação era controversa no passado, tendo sido Mioceno inferior (RENZ, 1960), Mioceno médio (BURGL, 1960) e Mioceno ao Plioceno inferior (ROLLINS, 1965). Entretanto, baseado em contribuições bioestratigráficas de macroinvertebrados e cronoestratigráficas através isótopos de estrôncio, considera-se neste trabalho o intervalo entre o Mioceno inferior ao início do Mioceno médio (Burdigaliano superior-Langhiano) (HENDY et al., 2015; MORENO et al., 2015). Essa formação apresenta uma rica diversidade fóssil em organismos aquáticos (marinhos) e terrestres, incluindo mamíferos, crocodilianos, tartarugas, peixes, crustáceos, bivalves e gastrópodes. O

paleoambiente de deposição é descrito como marinho e raso em alguns períodos (estuarino, lagunar e zona de submaré) e fluvio-deltaico possuindo forte influência de ecossistemas dulcícolas (AGUILERA et al., 2013; MORENO et al., 2015).

5.4.3.6 Formação Chagres

A Formação Chagres (MACDONALD, 1915) é localizada na região norte do Panamá (COLLINS et al., 1996; CARRILO-BRICEÑO et al., 2015). Ela é subdividida em três membros (Toro, Rio Indio, Chagres Sandstone) caracterizados litologicamente por rochas coquináceas (equinóides, moluscos e cracas), arenitos siltosos e apresentam grãos acinzentados de quartzo vulcânico (COLLINS et al. 1996; SCHWARZHANS; AGUILERA, 2013; CARRILO-BRICEÑO et al., 2015). É classificada geocronologicamente no Mioceno superior (Tortoniano superior-Messiniano) devido a associações utilizando foraminíferos planctônicos (COLLINS et al., 1996; CARRILO-BRICEÑO et al., 2015). A assembléia fossilífera desta unidade consiste em restos de moluscos, equinodermos, peixes e cetáceos, indicando predominantemente um ambiente deposicional de águas rasas, ocasionalmente influenciados por eventos de ressurgência (COATES, 1999; SCHWARZHANS; AGUILERA, 2013; CARRILO-BRICEÑO et al., 2015; PYENSON et al., 2015).

5.5 Material e Métodos

No total, quarenta e seis dentes foram utilizados: vinte e seis da Formação Pirabas, coletados em níveis de calcário e margas originários da uma mina carbonática do Município de Capanema e de rochas localizadas na Praia do Atalaia no Município de Salinópolis; quatro da Formação Jimol; três da Formação Cantaure; um da Formação Castilletes oriundo de um nível de margas calcária próxima da base (La Tienda, metro stratigráfico '72'); um da Formação Caujarao proveniente de argilito fossilífero oriundo do membro 'Taratará'; um da Formação Chagres derivado do membro Chagres Sandstone; dez de espécimes recentes procedentes de águas da região costeira Amazônica. O material fóssil do Brasil foi recuperado durante atividades de prospecção e coleta entre 2011 e 2013 na Praia do Atalaia (Município de Salinópolis); e na Mina B17 uma das zonas de lavra de calcário da empresa Cimentos do Brasil S/A - CIBRASA (Município de Capanema). O material fóssil do Brasil foi recuperado durante atividades de prospecção e coleta entre 2011 e 2013 na Praia do Atalaia (Município de Salinópolis); e na Mina B17 uma das zonas de lavra de calcário da empresa Cimentos do Brasil S/A - CIBRASA (Município de Capanema). O material

recente é proveniente de exemplares coletados nas águas da plataforma interna do Pará, entre a região costeira leste do Amapá e a Ilha do Marajó; e um exemplar da área costeira nordeste do Amapá (Município de Calçoene). Tratam-se de cinco arcadas dentárias depositadas nos acervos de Paleontologia e Ictiologia do Museu Paraense Emílio Goeldi (MPEG).

Todos os tubarões aqui utilizados na pesquisa estão presentemente distribuídos nos trópicos e usualmente vivem em águas tropicais e rasas acima de 21°C (COMPAGNO, 1984; DINGERKUS, 1987; COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005). Com exceção do gênero *Hemipristis*, todos os *taxa* atualmente ocorrem na zona tropical da Amazônia Oriental (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; FROESE; PAULY, 2015). Embora existam determinadas espécies que realizam migrações verticais pela coluna d'água de até 300 metros de profundidade (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005), esses animais vivem a maior parte do tempo movendo-se nos 30 metros superiores (DINGERKUS, 1987). Os gêneros fósseis (*Hemipristis*, *Carcharhinus*, *Sphyrna* and *Galeocerdo*) são todos membros da ordem dos Carcharhiniformes (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005), os quais foram também utilizados por Barrick et al. (1993) em sua pesquisa nos depósitos miocênicos de Maryland (EUA), tendo sido reconhecidos como indicadores de paleotemperaturas próximas à superfície. Como menos dentes foram disponibilizados das localidades proto-Caribenhas, somente o gênero *Hemipristis* foi amostrado para estas formações geológicas. Esta é uma espécie "chave" para o entendimento como mudanças naturais em nível global ou regional podem afetar os parâmetros ecológicos dos seres vivos, pois no passado (Mioceno) a distribuição deste gênero era cosmopolita. Entretanto, a única atual espécie *Hemipristis elongata* ("snaggletooth shark") é típica de zona tropical, cujos indivíduos migram distâncias relativamente mais curtas que outros *táxones*. Os representantes desta espécie possuem pequeno a médio porte (± 200 cm) e estão restritos biogeograficamente às proximidades do Oceano Índico (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; CAPPETTA et al., 2012; FROESE; PAULY, 2015). Quanto aos espécimes atuais amostrados, o tubarão cabeça-chata é de especial interesse tratando-se da configuração hidrológica da Região Amazônica. Este grupo é amplamente distribuído em regiões tropicais e subtropicais conhecido por adentrar longas distâncias (até 100 km) em sistemas de água-doce/salobra (COMPAGNO, 1984; COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005). O cação-mangona (*Carcharias taurus*) é igualmente uma espécie costeira rotineiramente habitando próximo ao fundo entre 15-25m

(COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005). Estas duas espécies recentes estão respectivamente classificadas como "Próximo de Ameaçado" e "Vulnerável" segundo a Lista Vermelha da IUCN, e já expostas em situação de risco nos planos de gestão elaborados no Brasil (SBEEL, 2005; D. NETO, 2011; IUCN, 2015). Vale ressaltar que todos os *taxa* usados neste estudo também apresentam características similares, mas não tão acentuadas (no caso, distantes) quanto o tubarão cabeça-chata. Porém, em geral todos utilizam áreas costeiras como áreas de distribuição, incluindo estuários e rios como área de forrageamento, para terem filhotes ou zonas de berçário³⁷. Neste caso, assume-se aqui o princípio da analogia para considerações biológicas sobre os gêneros fósseis amostrados, assumindo-se assim a hipótese que as preferências ambientais para as espécies fósseis seriam correlatas aos representantes atuais (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; HEUPEL et al., 2010).

Com o objetivo de verificar se as amostras foram sujeitas a modificações durante a diagênese, realizaram-se análises isotópicas de oxigênio ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$) na estrutura do carbonato visando a comparação com os resultados do oxigênio na estrutura do fosfato ($\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$). Diversos autores sugerem a existência de uma relação entre a composição isotópica do oxigênio nestas supracitadas estruturas, contrastando os diferentes valores ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3} - \delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4} \pm 9,1\%$, VENNEMANN et al., 2001) é possível verificar se houveram alterações significativas durante a re-precipitação dos minerais secundários nessas amostras (IACUMIN; COMINOTTO; LONGINELLI, 1996; ZAZZO et al., 2004; LÉCUYER et al., 2010).

Todos os exemplares destinados à investigação geoquímica foram lavados intensivamente com água Milli-Q visando reduzir contaminações sedimentares. O enamelóide foi o tecido preferencialmente amostrado, mas vestígios de dentina estão presentes na maior parte dos dentes fossilizados. Entretanto, mensurações isotópicas realizadas isoladamente na dentina e enamelóide expuseram diferenças mínimas entre os resultados dessas duas estruturas, mesmo quando examinada em espécimes recentes e fósseis (VENNEMANN et al., 2001; KOCSIS et al., 2015). Logo, os dentes foram macerados e homogeneizados em grau de ágata e pré-tratadas segundo os procedimentos de Koch et al. (1997). Primeiramente, as amostras recentes foram reagidas com NaOCl a 2.5% por 24h para a remoção de qualquer matéria orgânica residual. Posteriormente, foram lavadas em ácido acético a 1M tamponado com acetato

³⁷Zonas onde os tubarões migram para terem filhotes, com potencial de recrutamento de outros indivíduos da mesma espécie

de cálcio (pH = 4.5, 2h) para remoção de carbonatos secundários. entre e após estes passos, as amostras passaram por lavagens em água destilada e Milli-Q. O fosforito que serve material de referência (NBS-120c) foi preparado paralelamente durante estes processos. Deste passo, as análises isotópicas de carbono e oxigênio na estrutura do carbonato ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$, $\delta^{13}\text{C}$) foram analisadas por um Gasbench II acoplado ao Espectrômetro de Massa modelo Finnigan MAT Delta Plus XL. Os valores das composições foram normalizadas através de uma amostra padrão de calcita (Carrara marble) calibrados contra o NBS-19. A precisão analítica para este método é melhor que $\pm 0.1\text{‰}$ para os isótopos de O e C (SPOTL; VENNEMANN, 2003). Os valores de isótopos serão expressos em δ referentes ao VPDB (*belemnite* fóssil da Formação Pee Dee). Para obter a composição isotópica do fosfato ($\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$), uma separação química do grupo do PO_4 de outros radicais ligados aos íons de oxigênio na estrutura da apatita (CO_3 , OH) é necessária. O método de preparação do fosfato de prata foi modificado de O'Neil et al. (1994) e Dettman et al. (2001), descrito em detalhes por Kocsis (2011). O $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ foi mensurado por um conversor elemental de alta temperatura (TC/EA) acoplado ao Espectrômetro de Massa modelo Finnigan MAT Delta Plus XL, onde o fosfato de prata transformou-se em CO a 1450 °C via redução com grafite. Os resultados foram normalizados utilizando amostras padrão de Ag_3PO_4 (LK-2 L: 12.1‰ and LK-3 L: 17.9‰), as quais resultaram em desvios padrões melhores que $\pm 0.3\text{‰}$ (1σ) durante as mensurações. Quanto ao fosforito de referência (NBS-120c) um valor aproximado de 21.4‰ $\pm 0.1\text{‰}$ (n = 6) foi obtido. As composições isotópicas serão expressas em δ referentes ao *Vienna Standard Mean Ocean Water* (VSMOW). Todas as análises de isótopos estáveis foram realizadas no laboratório de isótopos estáveis do Instituto de Ciências da Terra da Universidade de Lausanne (UNIL).

5.6 Resultados

Os valores de $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ de todos os dentes estudados das diferentes localidades e idades variaram entre 18,9‰ até 21,4‰ (Tabela 5). As composições isotópicas da estrutura do carbonato ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$) foram comparadas com os valores do fosfato e todas as amostras estão no alcance esperado de reprecipitação, sugerindo mínimas alterações diagenéticas nas amostras.

Tabela 5. Composição isotópica do oxigênio no fosfato dos exemplares avaliados e seu valor de enriquecimento na estrutura do carbonato durante a reprecipitação.

Amostra	Espécie	$\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$	$\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$	$\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3} - \delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$
		(VSMOW)	Desv. padr.	
GL-I	<i>Galeocerdo</i> sp.	19,7	0,1	6,7
GL-II	<i>Galeocerdo</i> sp.	18,9	0,1	7,3
GL-III	<i>Galeocerdo</i> sp.	19,8	0,1	6,7
GL-IV	<i>Galeocerdo</i> sp.	19,7	0,1	6,2
GL-V	<i>Galeocerdo</i> sp.	19,8	0,1	6,7
GL-VI	<i>Galeocerdo</i> sp.	19,8	0,1	6,2
HS-I	<i>Hemipristis serra</i>	19,3	0,1	7
HS-II	<i>Hemipristis serra</i>	19,5	0,1	6,8
HS-III	<i>Hemipristis serra</i>	19,6	0,2	6,6
HS-IV	<i>Hemipristis serra</i>	19,9	0,1	5,2
HS-V	<i>Hemipristis serra</i>	19,7	0,1	5,2
HS-VI	<i>Hemipristis serra</i>	19,8	0,2	5
CP-I	<i>Carcharhinus priscus</i>	19,3	0,1	6,9
CP-II	<i>Carcharhinus priscus</i>	19,7	0,3	6,7
CP-III	<i>Carcharhinus priscus</i>	18,9	0	6,7
CP-IV	<i>Carcharhinus priscus</i>	19,2	0,4	6,8
CA-I	<i>Carcharhinus</i> sp.	19,1	0	7
CA-II	<i>Carcharhinus</i> sp.	19,1	0,2	7,2
CA-III	<i>Carcharhinus</i> sp.	19,4	0,3	6,5
CA-IV	<i>Carcharhinus</i> sp.	19,6	0,2	6,4
SM-I	<i>Sphyrna magna</i>	20,3	0,1	5,8
SM-II	<i>Sphyrna magna</i>	19,7	0,2	6,5
SM-III	<i>Sphyrna magna</i>	19,6	0,1	6,4
SM-IV	<i>Sphyrna magna</i>	20	0	6,2
SM-V	<i>Sphyrna magna</i>	19,2	0,3	6,8
SM-VI	<i>Sphyrna magna</i>	19,1	0,1	7
CL-I	<i>C. leucas I</i>	20,2	0,1	7,4
CL-II	<i>C. leucas I</i>	20,3	0,1	7,5
CL-III	<i>C. leucas I</i>	20,7	0,2	7,5
CL-IV	<i>C. leucas I</i>	20,9	0,1	7,2
CL-V	<i>C. leucas I</i>	20,9	0,1	8
CL-VI	<i>C. leucas I</i>	20,8	0,1	8
CL-VII	<i>C. leucas II</i>	20,9	0,1	8,7
CL-VIII	<i>C. leucas III</i>	21,4	0,2	6,6
CL-IX	<i>C. leucas IV</i>	19,6	0,1	7
CT-I	<i>Carcharias taurus</i>	19,9	0,1	8,4
HC-I	<i>Hemipristis serra</i>	20,8	0,1	6,2
HC-II	<i>Hemipristis serra</i>	20	0	7,4
HC-III	<i>Hemipristis serra</i>	19,8	0,2	6,9
HC-IV	<i>Hemipristis serra</i>	19,8	0,2	7,1
HC-V	<i>Hemipristis serra</i>	20,6	0,2	6,7
HC-VI	<i>Hemipristis serra</i>	20,1	0,1	6,3
HC-VII	<i>Hemipristis serra</i>	20	0	6,3
HC-VIII	<i>Hemipristis serra</i>	19,8	0,1	6,9

Fonte: Elaborado pelo próprio autor.

Os tubarões da Formação Pirabas tiveram resultados de 18,9‰ até 20,3‰, apresentando variações maiores no gênero *Sphyrna* (1,2‰) e *Galeocerdo* (0,9‰), e menores para *Carcharhinus* e *Hemipristis* (0,6‰). Os tubarões proto-Caribenhos exibiram composições isotópicas levemente mais enriquecidas variando entre 19,8‰ a 20,8‰, e seus valores isotópicos sobrepõem o limite superior de $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ encontrados nos tubarões do Pirabas. Os tubarões recentes tiveram a maior variação (1,8‰) resultando de 19,6‰ até 21,4‰, também sobrepondo o limite mais enriquecido das amostras do Pirabas.

Múltiplos testes estatísticos (One-way ANOVA, Tukey's pairwise, Kruskal-Wallis, Mann-Whitney pairwise) foram efetuados nos dados destes três grupos de seláquios (fósseis proto-caribenhos, fósseis da Formação Pirabas e grupos atuais) indicando diferenças significativas entre suas composições isotópicas, mesmo quando analisados no mesmo gênero entre os fósseis do Pirabas e do proto-Caribe (o caso de *Hemipristis*). Duas hipóteses para este padrão podem ser sugeridas, a primeira relacionada com divergências nas condições ambientais específicas das distintas localidades (forçantes regionais), ou uma segunda que está associada às mudanças nos parâmetros oceanográficos e globais ao longo do tempo geológico. Estes temas serão discutidas mais adiante no subitem 5.7.1 e 5.7.2.

Daqui em diante os seguintes termos serão adotados para a discussão dos resultados: grupo Pirabas (tubarões da Formação Pirabas), grupo Recente (tubarões atuais da Amazônia), e grupo não-Pirabas (tubarões do proto-Caribe).

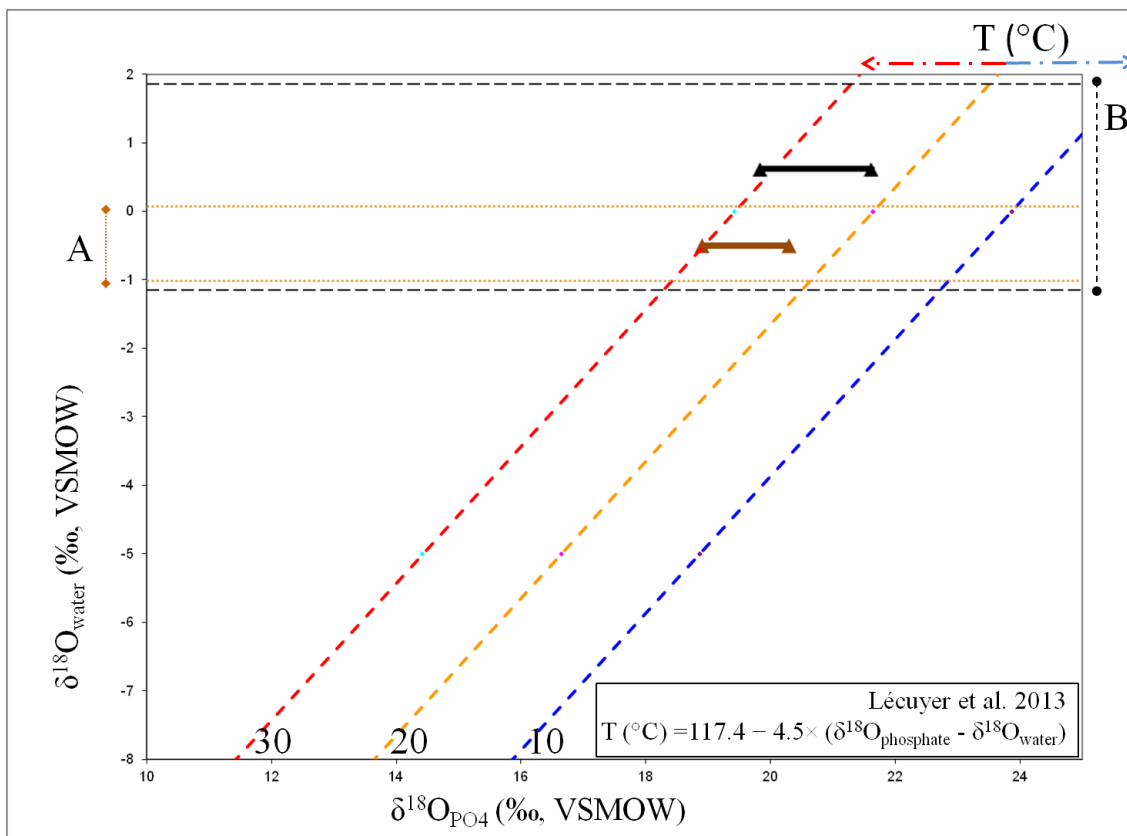
5.7 Discussão

5.7.1 Um sinal regional?

O valor de $\delta^{18}\text{O}$ de um dente individual significa um registro instantâneo na escala do tempo geológica das águas quando a bioapatita foi elaborada, respondendo sensitivamente durante sua formação ao ambiente aquático (KOLODNY; LUZ; NAVON, 1983). Comumente tubarões migram longas distâncias por sua vida, mas eles demonstram uma tendência em retornar ou permanecer próximos às seus habitats naturais, ou localidades adotadas com tal intuito. Este comportamento de "filopatria" (MAYR, 1963) foi recentemente constatado em espécimes da ordem Carcharhiniformes, e possivelmente era reproduzido pelo grupo Pirabas, visto que cada vez mais características complementam essa suposição, como os recursos alimentares de peixes teleósteos recém descritos nessa área (HUETER et al., 2005; AGUILERA et

al., 2014; CHAPMAN et al., 2015)..Caso estes seláquios estivessem migrando de outras áreas, maiores variações ou resultados mais positivos isotopicamente seriam esperados, similares aos obtidos por Barrick et al. (1993). A variabilidade interespecífica de $\delta^{18}\text{O}$ observada em espécimes extantes por Vennemann et al. (2001) chegou até a 2,5‰, o dobro da aqui encontrada considerando os fósseis. Divergências internas entre os tubarões do grupo Pirabas, provavelmente foram influenciadas por fatores ambientais (regionais/globais) ou biológicos. Portanto, considera-se aqui assumir a identidade dos valores dos exemplares de tubarões da Formação Pirabas como um sinal regional, integrado por 3-4 milhões de anos registrados no $\delta^{18}\text{O}$ das amostras da Formação Pirabas. A determinação das paleotemperaturas a partir do $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ em peixes ectotérmicos foi inicialmente proposta por Longinelli e Nuti (1973a, b) e Kolodny, Luz e Navon (1983), desenvolvida após análises isotópicas executadas em diferentes espécies de água-doce e marinhas. Estes estudos permitiram gerar uma equação que representa o fracionamento isotópico entre o fosfato biogênico e a água. Para este estudo, seguimos os estudos revisados por Lécuyer et al. (2013), com a seguinte equação= $[T (\text{°C}) = 117.4 - 4.5 \times (\delta^{18}\text{O}_{\text{phosphate}} - \delta^{18}\text{O}_{\text{water}})]$. Neste sentido, considerou-se a composição isotópica média da água do mar, a qual pode ser enriquecida pela evaporação em sistemas fechados ou deplecionada pela precipitação ou pelo aporte de água doce. Entretanto, como nas águas costeiras da Amazônia Oriental a evaporação compensa a precipitação, para esta região a descarga dos rios deve ser um fator mais expressivo (KARR; SHOWERS, 2002). Para empregar o cálculo, os valores de $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ estimados foram respectivamente: -0,5‰ para o Mioceno inferior e Mioceno médio, 0‰ para o Mioceno superior e 0,5‰ para o Recente (BILLUPS; SCHRAG, 2002; KARR; SHOWERS, 2002). As paleotemperaturas dos tubarões do grupo Pirabas (Figura 20) alternou de 23,8°C to 30,1°C, sendo sobrepostas nos limites superiores e inferiores pelo grupo Recente (23,4°C to 31,5°C), seguidas por medidas levemente mais frias do grupo não-Pirabas (21,7°C to 26,2°C).

Figura 20. Composições isotópicas de oxigênio e sua relações em função do isótopo de oxigênio da água e temperatura. As linhas tracejadas (vermelha, amarela e azul) são os isoterms calculados a partir da equação de Lécuyer et al. (2013). (A) As linhas pontilhadas em marrom cercam as composições isotópicas analisadas do grupo-Pirabas, e representam a variação estimada da água do oceano ($\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$) para o Mioceno inferior. As linhas tracejadas de (B) cercam os resultados do grupo Recente, representando variação atual observada por Karr e Showers (2002) em águas da zona costeira Amazônica.



Fonte: Elaborado pelo autor.

A primeira vista, parece que o grupo Pirabas ainda mantém suas preferências ecológicas refletidas nos resultados do grupo Recente. Estas estimativas coincidem em ambos com as temperaturas de 22°C a 32°C observadas em tubarões eurialinos atuais e fósseis analisados em pesquisas anteriores (BARRICK; FISCHER; BOHASKA, 1993; VENNEMANN et al., 2001; DERA et al., 2009; CARLSON et al., 2010; FISCHER et al., 2012; KOCSIS et al., 2015). A maior variação existente no grupo Recente pode ser atribuída às mudanças incididas no sistema hidrológico regional após o estabelecimento da Foz do Amazonas. Karr e Showers (2002) verificaram a composição isotópica de oxigênio em águas da plataforma na zona costeira Amazônica em diferentes profundidades, atestando uma larga variação de até 3‰ (-1‰ a 2‰) afetada regionalmente por mudanças na descarga do Rio Amazonas. No Mioceno inferior da Formação Pirabas já deviam haver paleoambientes instalados com o potencial de mistura de águas marginais e marinhas capazes de deplecionar o $\delta^{18}\text{O}$, como por exemplo, os subambientes estuarinos descritos para a unidade (GÓES et al., 1990; ROSSETTI & GÓES, 2004b; ROSSETTI; BEZERRA; DOMINGUEZ, 2013; AGUILERA et al., 2014). Todavia, apenas a partir Mioceno superior as águas da

plataforma interna começaram a ser fortemente influenciadas pelo forte aporte fluvial do Rio, impondo assim uma maior oscilação no $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ controlada pelo ciclo sazonal do escoamento na foz (KARR; SHOWERS, 2002; FIGUEIREDO et al., 2009). Para se testar a hipótese de possíveis interferências de águas salobras ou dulcícolas nos valores de $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ do passado geológico deverá ser realizado um estudo adicional para a análise do fosfato de ossos e dentes de animais homeotermos (como por exemplo mamíferos marinhos, como os sirênios). Neste caso, a temperatura do corpo destes animais é relativamente constante (KOLODNY; LUZ; NAVON, 1983; BARRICK et al., 1992, BARRICK; FISCHER; BOHASKA, 1993; LÉCUYER et al., 1996; CLEMENTZ; HOPPE; KOCH, 2003; CLEMENTZ; HOLROYD; KOCH, 2008), o que iria preservar o sinal isotópico sem distorções pelas características fisiológicas de animais de ectotérmicos. Contudo, até o momento os isotermos aqui elaborados (Figura 20) é possível visualizar que a maior parte das bioapatitas são características de formação em ecossistemas marinhos. É interessante observar o padrão de estabilidade destes indivíduos quanto aos sinais isotópicos, principalmente na dimensão temporal de 23 milhões de anos que separam os grupos fósseis dos atuais. Estas informações corroboram a hipótese de uma similaridade de ocupação de habitats de zonas costeiras e de similaridade de nichos ecológicos. Ainda mais, os tubarões passaram por variações climáticas e do nível do mar em um paleoambiente onde gradativamente estratos carbonáticos-siliciclásticos tornaram-se siliciclásticos durante a evolução Miocênica (ROSSETTI, 2006; ROSSETTI; BEZERRA; DOMINGUEZ, 2013). Estes padrões paleobiogeográficos podem de certa forma demonstrar a ocupação da região tropical costeira em diferentes períodos e com diversas reconfigurações dos paleoambientes e de geografia de costa. Entre os *taxa* estudados, somente o gênero *Hemipristis* não é mais encontrado na costa da Região Amazônica. A identificação dos fatores causais da extinção regional, sejam fatores locais (p. ex. sucessivas regressões e transgressões marinhas) ou globais (i. ex. mudanças do nível do mar/climáticas/oceanográficas), é ainda incerta. Contudo, sabe-se que este *táxon* continuou sendo registrado em unidades geológicas da província proto-Caribenha até ± 5 milhões de anos (Plioceno) na Venezuela (Formações Cubagua, Paraganá, Punta Gavilán e San Gregorio), Trinidad (Formação Springvale) e Costa Rica (Formações Uscari, Curré e Rio Banano) (AGUILERA et al., 2010). O seu desaparecimento em registros fossilíferos desta província ocorre próximo do fechamento do Istmo do Panamá (JACKSON; O'DEA, 2013; LEIGH; O'DEA; VERMEIJ, 2013). Todos os *taxa* aqui examinados interagem

em condições ambientais similares, mas *Hemipristis* foi a única delas ser extinta. Podemos considerar que esse *táxon* foi mais suscetível às perturbações externas no ecossistema, tanto pela perda direta do volume de espécies, quanto por distúrbios causados nos componentes abióticos responsáveis pelos processos biofísicos (HULL; DARROCH, 2013). Atualmente a única espécie remanescente é *Hemipristis elongata* é classificado na Lista Vermelha da IUCN como Vulnerável devido a sobreexploração, e somados aos efeitos indiretos das mudanças climáticas, esta classificação pode vir a piorar nos anos seguintes. (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; IUCN, 2015). Em relação aos resultados do grupo Pirabas, o gênero *Carcharhinus* teve a menor variação junto a *Hemipristis*, entretanto estes tubarões hoje em dia apresentam numerosas espécies de distintos raios migratórios (curtos e amplos) e portes corporais (adultos de 70 cm - 350 cm) (COMPAGNO, 1984; COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005). É impreciso somente pela dentição determinar qual tipo de designação os *Carcharhinus* aqui considerados pertencem. Espécimes modernos do gênero *Sphyrna* também possuem dinâmicas populacionais similares às do gênero *Carcharhinus*: existem espécies de grandes e pequenos portes/distâncias migratórias. Todavia, suas composições isotópicas foram as de maior variação, com as duas paleotemperaturas mais amenas (SM-I e SM-IV) do grupo Pirabas. Enquanto isso, os exemplares de *Galeocerdo* estudados situaram-se no meio termo desta variação. Um dos pontos adicionais de questionamento é determinar a razão da variabilidade entre os diferentes grupos de tubarões se estes estavam submetidos às mesmas condições ambientais. Uma possível explanação para este contraste seria que os sinais isotópicos estavam de certa forma influenciados por distintos traços biológicos e ecológicos destes animais. Por exemplo, tubarões-martelo do gênero *Sphyrna* (Família: Sphyrnidae) apesar de serem piscívoros e costeiros como outros Carcarinídeos, geralmente são mais oceânicos tendo predileção por forragear próximo ao fundo, corroborando desta forma com as paleotemperaturas mais frias aqui obtidas (COMPAGNO, 1984; KLIMLEY, 1993; LESSA; ALMEIDA, 1998; LESSA; MENNI; LUCENA, 1998; OLIVEIRA; TOLEDO; COSTA, 2008; BESSUDO et al., 2011a). Por outro lado os tubarões-tigre (*Galeocerdo*) são largos indivíduos que realizam longas migrações (acima de 8000km) e consomem uma vasta diversidade de presas, incluindo teleósteos, elasmobrânquios, moluscos, crustáceos, répteis, aves e mamíferos (COMPAGNO; DANDO; FOWLER, 2005; MEYER et al., 2009; HOLMES et al., 2014). Todavia, pesquisas neste *táxon* constataram que eles gastam uma considerável parte do seu tempo nos primeiros 5

metros da coluna d'água, conseqüentemente nadando em estreitos raios de temperatura (VAUDO et al., 2014). Por apresentarem uma natureza migratória e características batimétricas amplas (ocorrem até 300m de profundidade) contrastadas por sua presença constante na superfície, este grupo apresentou sua variação isotópica entre os tubarões mais oceânicos e de profundidade (*Sphyrna*) e aqueles com pequeno/médio porte corporal e de locomoções mais restritas geograficamente (*Hemipristis*). Outro fator favorecendo a presença de tubarões-tigre em superfície na Formação Pirabas pode ser devido a predileções alimentares. Nessa unidade geológica, sirenídeos fósseis são usualmente encontrados nos mesmos níveis estratigráficos onde recuperam-se dentes de tubarões, muito provavelmente servindo de alimento para algumas espécies (PAULACOUTO, 1967; TOLEDO; DOMNING, 1989). Estes animais são um adicional recurso alimentar frequentemente associados à ambientes de águas rasas (zona fótica), onde seu alimento (ervas marinhas) se desenvolve (DOMNING, 2001; VÉLEZ-JUARBE, 2014). Estudos em espécimes recentes na Austrália relacionam este grupo à prados marinhos para caçarem dugongos (Sirenia), corroborando com as dinâmicas ecológicas aqui sugeridas (HEITHAUS et al., 2002). Por fim, os oito exemplares do gênero *Carcharhinus* analisados apresentaram composições isotópicas de baixa variação. Embora não seja possível determinar quais as características biológicas específicas dos espécimes aqui amostrados, os dentes utilizados seriam compatíveis com exemplares menores que 3m (PURDY et al., 2001). Desta maneira, por exibirem valores similares aos tubarões *Hemipristis*, eles devem possuir dinâmicas ambientais parecidas à estes, sendo mais restritos geograficamente e de migrações mais curtas. Embora estas inferências necessitem de investigações adicionais aplicando testes estatísticos em conjuntos de dados maiores, justificar a natureza das variações de isótopos a partir de considerações ecológicas e migratórias é comumente realizado (FISCHER et al., 2012, 2013a, b; LÉUZINGER et al., 2015; KOCSIS et al., 2014; 2015). As ponderações aqui apresentadas em relações às questões geoquímicas, reforçadas pelas contribuições paleontológicas sobre os traços ecológicos dos tubarões do grupo Pirabas, sugere que algumas espécies utilizaram a zona costeira da Amazônia Oriental como área de paleoberçário (SANTOS; TRAVASSOS, 1960; SANTOS; SALGADO, 1971; OLIVEIRA; TOLEDO; COSTA, 2008; COSTA; TOLEDO; MORAES-SANTOS, 2004, COSTA et al., 2009). Muitos fatores são essenciais para uma região ser adotada por um grupo de animais como berçário. Geralmente são habitats de águas rasas próximos da costa (p. ex. estuários e lagunas), mas somente a ocorrência de tubarões

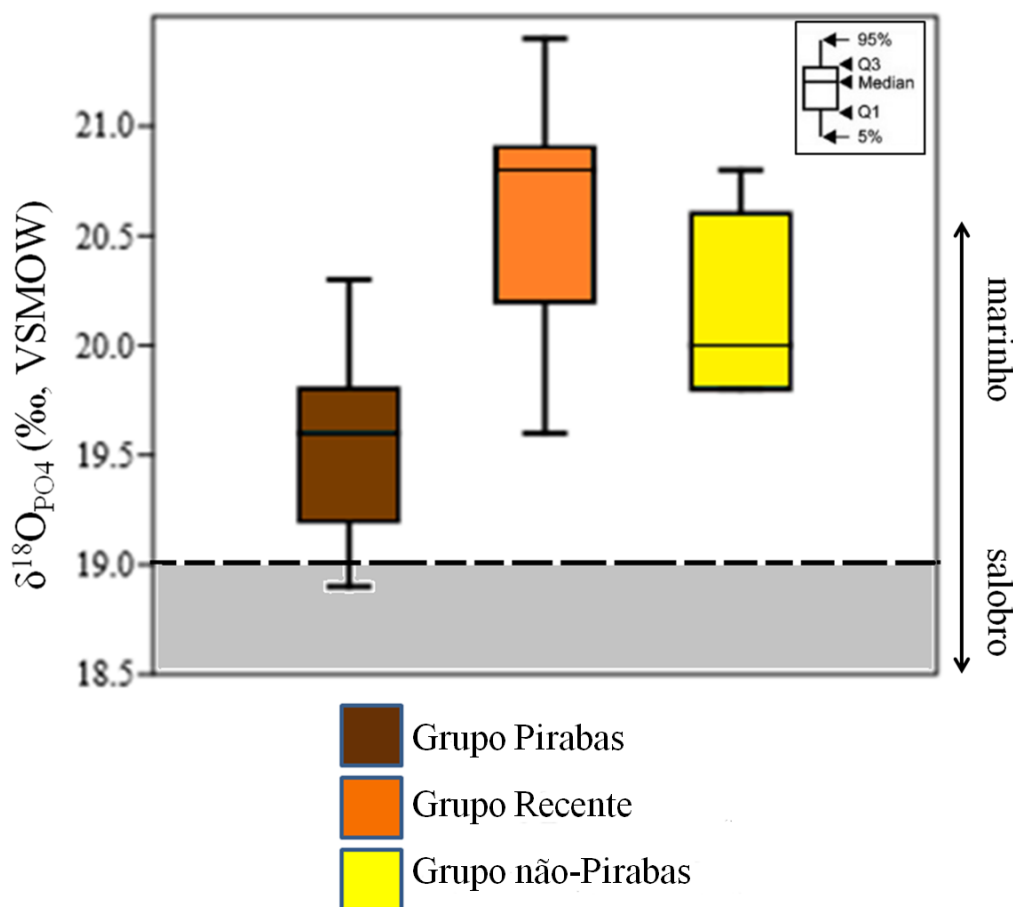
neonatos e juvenis em ambientes deste tipo não são suficientes para designar uma área como berçário. Conjuntamente, a área deve oferecer um menor risco de predação (baixas taxas de mortalidade), e prover vastos recursos para o crescimento e sobrevivência dos espécimes jovens (HEUPEL; CARLSON; SIMPFENDORFER, 2007; HEITHAUS, 2007). O fator que mais influencia na caracterização destas áreas de zonas de parto é o recrutamento de adultos, o qual renova a produtividade das áreas de berçário. Adicionalmente, vale mencionar novamente aqui o conceito de filopatria que também poderia influenciar para que os seláquios selecionem suas áreas. Em geral este sinal evolutivo contribui para a associação das áreas de nascimento e retorno periódico em eventos migratórios (HEUPEL; CARLSON; SIMPFENDORFER, 2007; HEITHAUS, 2007; HEITHAUS, 2007; CHAPMAN et al., 2015). O sinal geoquímico regional aqui obtido por si só é insuficiente para atribuir o conceito filopátrico aos tubarões do Grupo Pirabas, todavia ele indica que as possíveis áreas de distribuição dos *taxa* aqui avaliados eram próximas à zona costeira amazônica. Como antemencionado, espécies recentes análogas aos gêneros estudados em sua maioria apresentam tendência a residir próximos à seus habitats de origem, mesmo aquelas de migrações longas (p. ex. tubarão-tigre) (WERRY et al., 2014). Grandes espécimes como o tubarão-cabeça-chata mesmo nadando distâncias acima de 2000 km em alguns casos, no geral mantém seus padrões de movimento em suas áreas de ocorrência próximas de 1.200 km, dependendo da região em que estão inseridos. Espécies menores são ainda mais restritas geograficamente, e estas distâncias estariam nas proximidades aceitáveis da zona costeira adjacente à Formação Pirabas (PAPASTAMASTIOU et al., 2010; BESSUDO et al 2011b; DALY et al., 2014; LEGARE et al 2015; ESPINOZA et al., 2016). Outros fatores ainda são imprescindíveis para a atribuição de um berçário, e apesar de não ser possível observar todas estas relações e características em paleocomunidades, algumas delas são reconhecidas na Formação Pirabas, como: os subambientes descritos capazes de fornecer proteção (lagunas, estuários e manguezais) e a diversidade de grupos faunísticos disponíveis para a alimentação (mamíferos marinhos, crocodilianos, arraias, peixes ósseos, crustáceos) (TOLEDO; DOMNING et al., 1989; COSTA; TOLEDO; MORAES-SANTOS, 2004; ROSSETTI; BEZERRA; DOMINGUEZ, 2013; AGUILERA et al., 2013; 2014). Nos dias atuais, existem espécies dos gêneros *Carcharhinus* e *Sphyrna* já identificados utilizando a zona costeira da região Amazônica como áreas de berçário (SBEEL, 2005). Estudos adicionais em espécimes recentes

podem corroborar estas interpretações, através da compreensão ecológica e interações de outros tubarões extantes ao longo da costa da Amazônia Oriental.

5.7.2 Forçantes globais e oceanográficas sobre as condições ambientais

Um dos pontos de análise são as distintas assinaturas químicas entre o grupo Pirabas e não-Pirabas. Como anteriormente citado, os valores isotópicos do $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ presente na bioapatita está em função da temperatura e da $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$. Os padrões globais de ambos parâmetros flutuou no decorrer do tempo geológico. O limite entre o Oligoceno e o Mioceno é marcado pela Glaciação Mi1, mas logo após este evento, sucedeu-se um período de aquecimento global durante o Mioceno inferior. Contudo, do Mioceno ao Recente, houve uma tendência geral para o resfriamento das temperaturas planetárias, acompanhadas pelo enriquecimento isotópico da água. Paralelamente, foram formadas as calotas polares permanentes do Antártico e Ártico, enquanto que o nível do mar diminui gradualmente (HAQ; HARDENBOL; VAIL, 1987; MILLER et al., 1996; LEAR; ELDERFIELD; WILSON, 2000; ZACHOS et al., 2001; BILLUPS; SCHRAG, 2002). Os resultados do Mioceno médio (HC-IV) e do Mioceno superior (HC-V e HC-X) apresentaram boa correlação com as estimativas de paleotemperaturas e do $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ providos por foraminíferos bentônicos (LEAR; ELDERFIELD; WILSON, 2000; ZACHOS et al., 2001; BILLUPS; SCHRAG, 2002). O grupo Pirabas abrange o início do Mioceno (Aquitânico-Burdigaliano inferior) e forneceram temperaturas mais quentes e os valores isotópicos mais negativos (Figura 21) que os resultados de tubarões não-pirabenhos das Formações Jimol e Cantaure, com idade pelo final do Mioceno inferior (Burdigaliano).

Figura 21. Representação em boxplot dos valores de $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ por grupo. A linha tracejada subdivide o raio de condições predominantemente marinhas (branco) para salobras (cinza).

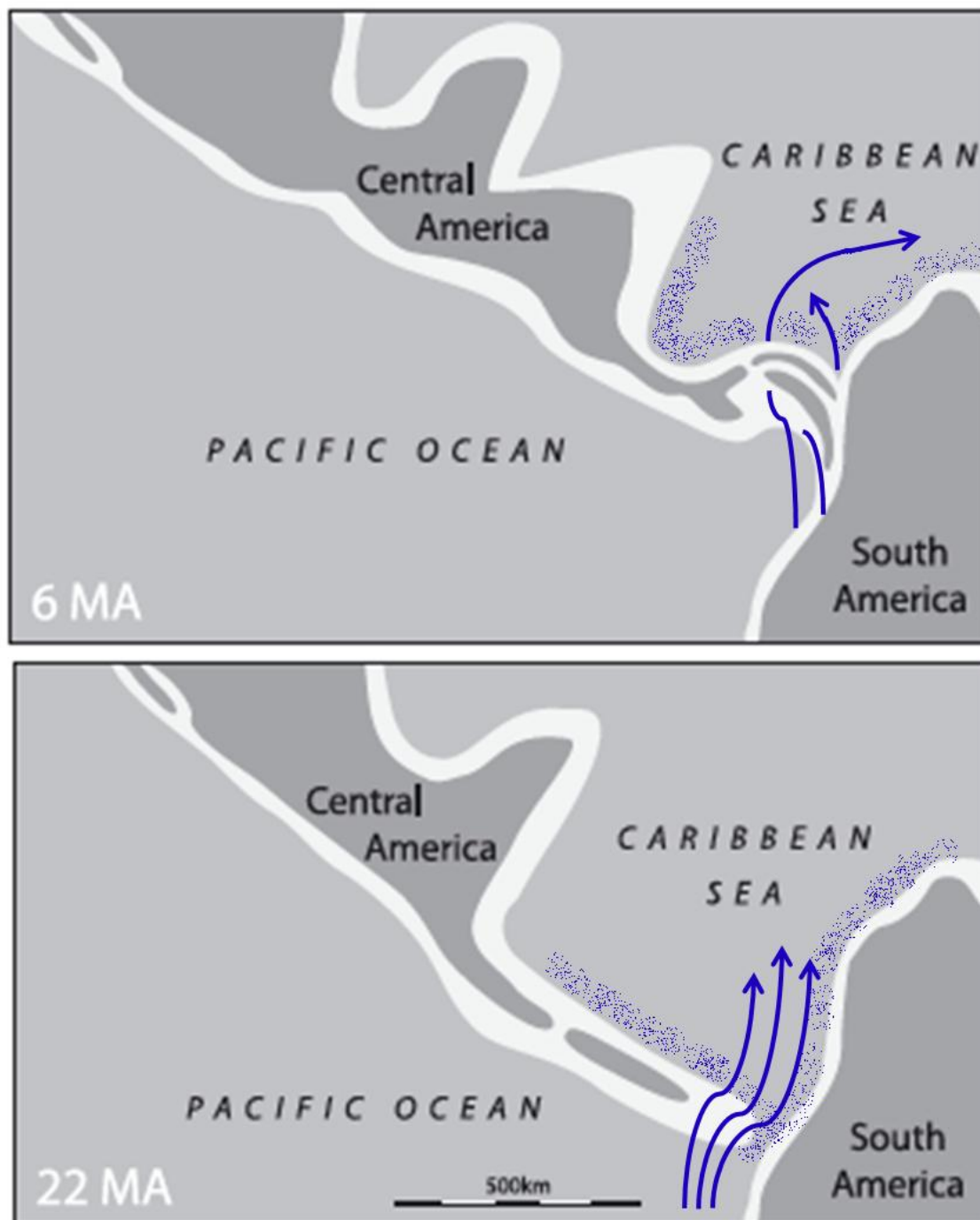


Fonte: Elaborado pelo autor.

Estes dados entram em contradição com o esperado, uma vez que as oscilações de temperatura e $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ dentre os estágios do Mioceno não foram tão pronunciadas ($\geq 2^\circ\text{C}$) (LEAR; ELDERFIELD; WILSON, 2000; ZACHOS et al., 2001; BILLUPS; SCHRAG, 2002). Além disso, os resultados Formação Cantaure representaram a variação total observada do grupo não-Pirabas (19,8‰ to 20,8‰), diferentemente dos espécimes da Formação Jimol (19,8‰ to 20,1‰). Para unidades geológicas correlacionadas em idade, analisadas em um *táxon* de curtos espaços migratórios (*Hemipristis*), devem existir condições ambientais específicas influenciando regionalmente suas composições isotópicas. Em direção temporal ao Mioceno médio, o único exemplar da Formação Castilletes (HC-IV) registrou seu valor no limite mais quente do grupo não-Pirabas (26,2°C), fenômeno equivalente ao '*Climatic Optimum*' ocorrido nesse período o qual aqueceu as temperaturas até ± 14 milhões de anos (LEAR;

ELDERFIELD; WILSON, 2000; ZACHOS et al, 2001). Por final, as amostras do Mioceno superior (HC-V, HC-X: 20,6‰) estão datadas por volta do Tortoniano-Messiniano (Formações Chagres e Caujarao), e neste período globalmente havia uma tendência de arrefecimento do clima nesse intervalo de tempo, devido ao reestabelecimento de grandes calotas polares na Antártica (ZACHOS et al., 2001). Conseqüentemente as médias do $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ aumentaram e o nível do mar caiu, refletindo o enriquecimento dos resultados isotópicos para os dados desta série temporal (HAQ; HARDENBOL; VAIL, 1987; BILLUPS; SCHRAG, 2002). Para este trabalho seguimos uma linha de raciocínio similar a de Barrick, Fischer e Bohaska (1993), comparando composições isotópicas de oxigênio com parâmetros globais e suas oscilações, partindo do Mioceno inferior ao superior. Neste caso, em vez de variações do nível do mar, os resultados foram comparados com os padrões de temperatura e $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$, e novamente concordâncias e discordâncias são observadas, entretanto, o enriquecimento isotópico contínuo do $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ parece aqui uma variável mais pronunciada. Com o passar do tempo geológico, as composições de $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO4}}$ nos tubarões analisados nessa pesquisa aparentemente foram mais positivas (com exceção do Mioceno médio), isso sendo expresso também nos resultados de isótopos do grupo Recente. Como ultimo ponto de análise, deve-se considerar se os tubarões do Grupo Pirabas e não-Pirabas ocupavam áreas com as mesmas condições ambientais. Uma peculiaridade do grupo não-Pirabas é que as massas d'água onde estes viviam nos ambientes de plataforma caribenha eram sujeitas à eventos de ressurgência comparáveis aos ocorrentes na costa do Pacífico na América do Sul (JACKSON; O'DEA, 2013). Traços geomorfológicos (AGUILERA, comunicação pessoal) e a existência de assembleias faunísticas diagnósticas de águas frias em certas localidades também sustentam esse cenário (AGUILERA; RODRIGUES de AGUILERA, 2001; CARRILLO-BRICEÑO et al., 2015). O corredor oceânico do Istmo do Panamá foi uma passagem livre até ± 4.5 milhões de anos pelo Plioceno. Desta forma, todas as unidades aqui estudadas provavelmente registraram episódios onde essas células frias e profundas de águas marinhas passavam para o mar proto-Caribenho (Figura 22).

Figura 22. Inferências paleogeográficas da América Central em dois intervalos: 6 e 22 milhões de anos. Até o fechamento do istmo, células marinhas profundas e frias adentraram o mar do Caribe.



Fonte: Modificado de Leigh, O'Dea e Vermeij (2013).

Enquanto isso, a Formação Pirabas é típica de paleoambientes rasos, com pouca influência de massas de águas frias (AGUILERA et al., 2014). Interpretações sobre eventos de ressurgência no registro geológico através de mensurações isotópicas em tubarões já foram constatadas no Peru (AMIOT et al., 2008). A maioria das

paleotemperaturas inferidas para os seláquios não-Pirabas estão cerca do limite inferior (23°C) ou em condições mais frias que o grupo Pirabas. Contudo, ainda é prematuro assumir o efeito de ressurgência como fator que influenciou para diminuir o sinal em todas estas amostras. Como não é possível medir a influencia relativa de cada uma destas variáveis sobre as composições isotópicas, eles podem na verdade ter agido em consonância com diferentes escalas em distintas épocas.

5.8 Conclusões

Foram empregadas análises de isótopos de oxigênio em diversos tubarões do Mioceno e Recentes da América do Sul e Central. As ligações fosfáticas destas apatitas biogênicas demonstraram resultados confiáveis, apoiados pelos valores de reprecipitação verificados em todas as amostras a partir de mensurações isotópicas do carbonato estrutural. Três grupos distintos destes seláquios puderam ser estabelecidos de acordo com sua origem e diferenças nos sinais isotópicos: grupo-Pirabas, grupo não-Pirabas e grupo Recente. A região Norte do Brasil representa o maior número de exemplares, e comparações entre os organismos fósseis e atuais resultaram em considerações de forte interesse paleoecológico. Antes do estabelecimento da Foz do Amazonas nas águas da plataforma interna da Amazônia Oriental, os animais registraram variações menores que os valores dos representantes modernos. Essa divergência das composições ocorre devido à reconfiguração costeira sucedida com a chegada da descarga do Rio Amazonas no Oceano Atlântico, impondo um maior aporte de oxigênio deplecionado na sua foz. A preferência destes seláquios em habitarem habitats de padrões ambientais semelhantes pode atestar para o alto grau de resiliência e estratégia adaptativa ao longo do tempo geológico. Além disso, ao assumir os efeitos de correlação filogenética pelo uso do conceito de filopatria para esta região, este fenômeno pode potencialmente explicar a utilização da área como paleoberçário durante o Mioceno. Evidências como o sinal químico regional e suas relações com as possíveis áreas de distribuição dos tubarões, os ambientes capazes de reduzir o risco de predação (manguezais, estuários, lagoas) e diversos recursos alimentares (crustáceos, peixes ósseos e cartilagenosos, mamíferos marinhos) são descritos para esta formação. Paleoambientes similares são detectados em outras localidades proto-Caribenhas, entretanto, o grupo não-Pirabas refletiu composições isotópicas levemente enriquecidas, características de paleotemperaturas mais frias. Mudanças nos padrões globais

responsáveis por alterar os isótopos em peixes ectotérmicos foram levadas em conta, e existiram conformidades com os valores obtidos.

As influências oceanográficas devem ser consideradas como uma terceira forçante envolvida no padrão das composições isotópicas encontradas. O mar do proto-Caribe esteve sob o efeito até ± 4.5 milhões de anos atrás de sucessivos eventos de ressurgência, padrão diferente ao paleoambiente típico da Formação Pirabas que era de águas rasas e quentes. As ferramentas geoquímicas aqui empregadas mesmo não determinando especificamente a magnitude de cada forçante, permitiu a distinção de atributos únicos entre esses tubarões. Pesquisas adicionais utilizando conjuntos de dados maiores de espécimes recentes e fósseis podem melhor refinar as hipóteses levantadas. De qualquer maneira, a informação aqui interpretada enfatiza a importância de contribuições multidisciplinares na compreensão de dinâmicas do passado.

6 DISCUSSÃO

6.1 Diagênese

De acordo com os dados apresentados anteriormente, todas as diferenças isotópicas calculadas entre o $\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$ - $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ foram inferiores a 9,1‰, valor esperado a partir de estudos em dentes de tubarões atuais (VENNEMANN et al., 2001). Uma vez que todas as amostras estarem nos limites de variação esperados, as potenciais modificações causadas pelo fenômeno de diagênese devem ser mínimas. As diferenças entre os recentes e fósseis provavelmente derivam de distintas condições ambientais durante a reprecipitação destes exemplares, visto que as amostras do passado foram sujeitas à condições de reequilíbrio inorgânico com fluidos adjacentes por mais tempo.

6.2 Composições isotópicas do carbonato na bioapatita de espécimes recentes

Uma vez que os valores dos isótopos do $\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$ serem menos apropriados para reconstruções climáticas, os comentários destes resultados irão focar apenas o papel da dinâmica destes isótopos ($\delta^{13}\text{C}$; $\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$) e sua relação com o metabolismo de seláquios. Trabalhos ainda buscam elucidar qual a exata fonte do carbono presente no enamelóide de tubarões (VENNEMANN et al., 2001; KOCSIS et al., 2014). Valores na dentina são geralmente negativos, porém nem sempre negativos o suficiente para evidenciar parâmetros alimentares como comumente ocorre para biominerais. Por outro lado, o enamelóide possui composições tipicamente positivas acima de 0‰, e em alguns casos assemelha-se a valores de $\delta^{13}\text{C}$ característicos do Carbono Inorgânico Dissolvido presente em águas da superfície. Devido a isso, permanece incerto afirmar qual a origem desse elemento nessas estruturas, podendo ser uma combinação de fatores envolvendo mesmo um processo de fracionamento isotópico metabólico.

Os espécimes recentes aqui avaliados apresentaram medidas de $\delta^{13}\text{C}$ unicamente positivas (Tabela 2), corroborando com os dados existentes do enamelóide de tubarões atuais e fósseis (VENNEMANN et al., 2001; KOCSIS et al., 2014). Isso reforça a hipótese já proposta sobre a diferente fonte de carbono dessa estrutura, pois para o isótopo do $\delta^{13}\text{C}$ ser relacionado a dieta, valores negativos ($\pm 3\%$) são esperados (VENNEMANN et al., 2001).

Uma possível proviência seria do Carbono Inorgânico Dissolvido (CID), o qual alterna positivamente em ambientes marinhos (0‰ a 2‰) sendo maior na superfície devido às atividades metabólicas de produtores primários, e conseqüentemente removendo o carbono mais leve da água (MOOK, 1970). Levando

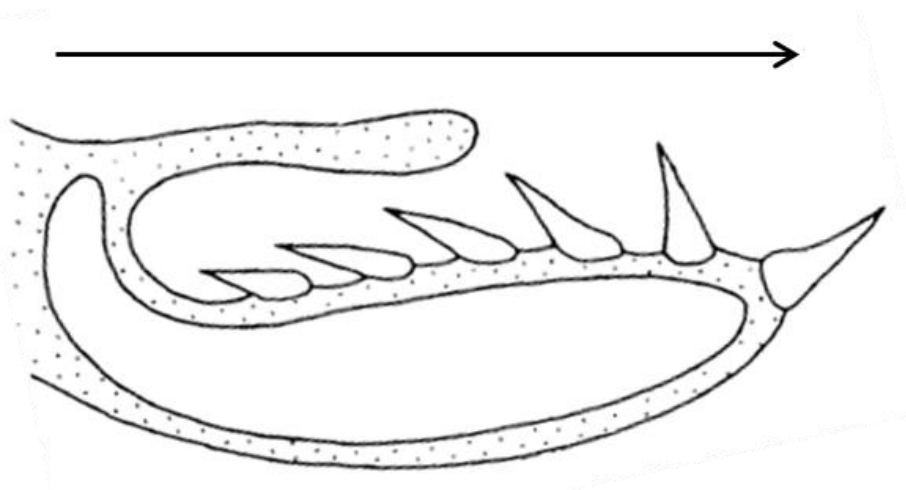
em consideração o fracionamento isotópico entre o carbonato e o CID na forma do íon de bicarbonato (HCO_3), Vennemann et al. (2001) propuseram que resultados até $\pm 5\%$ refletem um equilíbrio isotópico entre o carbono de enamelóide com o CID. Todavia, algumas amostras (CL-V, CL-VI) apresentam resultados mais positivos que o esperado para essa associação, corroborando a existência de outra fonte ou dinâmica envolvida na aquisição dos íons pela estrutura do carbonato significando não apenas a obtenção do CID. Além disso, análises em uma fileira dentária deste supracitado estudo foram realizadas em dentes de cação-mangona (*Carcharias taurus*), indicando um enriquecimento isotópico temporal ao longo do desenvolvimento dentário, sugerindo mais trocas iônicas com o CID.

Entretanto, os resultados observados no experimento aqui executado em dentes de tubarões cabeça-chata (*Carcharhinus leucas*) apontaram exatamente o inverso: a amostra mais enriquecida é justamente o dente formado a menos tempo (CL-VI: 7%), enquanto a mais deplecionada é o dente formado a mais tempo (CL-I: 1%). Adicionalmente, neste estudo os valores do $\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$ variaram linearmente com os de $\delta^{13}\text{C}$, de $28,9\%$ no exemplar mais interno para $27,4\%$ para o mais externo.

Embora sejam de ordens distintas (cação-mangona: Lamniformes; cabeça-chata: Carcharhiniformes), o crescimento histológico da estrutura dentária dos neoseláquios é o mesmo para ambos, onde a parte externa é formada antes da dentina por proteínas específicas (amelogenina e/ou enamelina) (KEMP, 1985; CAPPETTA, 2012; ENAULT et al., 2015). Isso pode sugerir diferenças entre estas espécies quanto ao fracionamento isotópico ocorrente na estrutura do carbonato, em virtude de diferentes dinâmicas metabólicas destes indivíduos. O dente aqui amostrado de cação-mangona encontra-se na parte mais externa da mandíbula e apresentou o valor mais enriquecido que o de outros *Carcharhinus* (CT-I: $4,1\%$), corroborando essa provável divergência.

Dessa forma, parece sensato assumir a existência de um fracionamento isotópico na estrutura do carbonato do enamelóide em tubarões cabeça-chata. Esse fracionamento consiste no deplecionamento isotópico observado nos valores de $\delta^{13}\text{C}$ e $\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$ de acordo com a evolução da posição do dente na arcada do animal (Figura 22).

Figura 23. Mandíbula de tubarão em seção transversal, ilustrando a reposição e direção do desenvolvimento dentário para a parte externa.



Fonte: Modificado de Tortonese (1956).

Em tubarões os dentes movem-se através das mandíbulas/maxilas como uma esteira, sem uma base de fixação consistente ligado apenas por algumas fibras de colágeno (CAPPETTA, 2012). Durante esse movimento, possivelmente atividades enzimáticas/metabólicas fracionam os isótopos de carbono e oxigênio presentes na estrutura do carbonato, diminuindo levemente suas concentrações enquanto o dente move-se para a parte mais externa.

Para reforçar essa hipótese, mensurações isotópicas adicionais em dentes amostrados em fileiras dentárias de tubarões cabeça-chata e outras espécies são necessárias. Todavia, os testes aqui realizados já fornecem uma linha de investigação a ser tomada, uma vez que foi possível identificar neste trabalho um fracionamento isotópico em seláquios modernos até agora não identificado.

6.3 Considerações biológicas para medidas de conservação e manejo

Antes de expor as argumentações científicas aqui realizadas a respeito da biologia de tubarões e como estes dados podem fornecer subsídios para políticas conservacionistas, faz-se necessário ressaltar que diversas inferências paleoambientais sobre os resultados isotópicos de oxigênio no fosfato e suas significâncias foram apresentadas durante a discussão do artigo supracitado (Anexo 3).

Estas interpretações tratando-se dos exemplares amostrados na região Amazônica podem elucidar informações quanto a: a preferência dos seláquios atuais avaliados em conservarem preferências ecológicas muito próximas de seus correspondentes fósseis, possivelmente evidenciando sua resiliência evolutiva; a possibilidade dessa região ao longo do tempo geológico (ou ao menos em alguns intervalos) ter servido como um paleoberçário para algumas espécies, baseada em

características ambientais observadas na Formação Pirabas e na existência de indivíduos recentes que ainda utilizam essa região com tal função.

Esta etapa do trabalho buscou compreender por quais motivos os tubarões escolheram manter suas atividades biológicas em raios de temperatura similares, mesmo separados cronologicamente por 23 milhões de anos entre os dois momentos. Embora o padrão de ocorrência de habitats similares nos ecossistemas costeiros podem ser considerados como similares, pequenas mudanças aconteceram nos recursos alimentares destes predadores: peixes-boi marinhos antes abundantes no registro fóssil nessa localidade extinguiram-se, deixando apenas seus equivalentes contemporâneos de água-doce; arraias mesopredadoras do gênero *Myliobatis*, as quais potencialmente também representavam um componente dietário não são mais encontradas na região (COSTA; TOLEDO; MORAES-SANTOS, 2004).

Uma possível explicação para esta feição pode estar relacionada às estratégias de caça e forrageamento. Os animais em geral precisam tomar decisões sobre como e quão intensivamente irão gastar suas energias. Predadores raramente fazem esforços para buscar abrigos e segurança, ou seja, nestes grupos o principal fator controlando suas prioridades é obter o máximo de sucesso durante o forrageio tirando vantagem de sua performance fisiológica (PAPASTAMASTIOU et al., 2015).

Em predadores ectotérmicos, as modificações cotidianas de temperatura têm um forte papel para a seleção da rotina diária de um animal (SIMS et al., 2006; DELL; PAWAR; SAVAGE, 2013). Duas principais formas comportamentais são observadas em predadores marinhos: 'Caçar quente, descansar frio' e 'Caçar frio, descansar quente'. A primeira faz menção na procura de recursos alimentares quando temperatura do corpo está alta, aproveitando a eficiência metabólica para a caça, enquanto a segunda referencia indivíduos que aproveitam temperaturas altas do corpo para a digestão (SIMS et al., 2006; DI SANTO; BENNETT, 2011; PAPASTAMASTIOU et al., 2015).

Em tubarões esses dois tipos de condutas são detectadas, variando de acordo com a suas necessidades e a composição faunística de onde estão inseridos (PAPASTAMASTIOU et al., 2015). Não se sabe exatamente quais são as relações ecológicas específicas com outros grupos de peixes das espécies aqui examinadas, pois faltam pesquisas nesse enfoque na região Amazônica.

Contudo, para melhor entender estas feições de predador-presa, estudos comportamentais são necessários, uma vez que não se sabe exatamente quais são as relações ecológicas específicas com outros grupos de peixes das espécies aqui

examinadas. De qualquer maneira, assume-se pelo princípio da parcimônia, que possivelmente as mesmas características ecológicas foram mantidas por representantes atuais devido ao interesse desses animais em habitarem condições onde podem otimizar seu aproveitamento fisiológico. Estas temperaturas potencialmente expressam a variação aproximada das circunstâncias exigidas por estes seláquios para exercerem suas atividades biológicas.

Nessa perspectiva, esses organismos preferencialmente ocupam regiões com tolerância climática, entre 23°C e 31°C. Caso este seja um dos parâmetros de nicho ecológico, uma hipótese é que a degradação do habitat, desequilíbrio dos estoques alimentares pela pesca extensiva e modificações ambientais desencadeadas por mudanças climáticas devem influenciar estes organismos em alguma magnitude. Contudo, deve ser observado que pouco se conhece a respeito dos feitos das mudanças climáticas nos traços ecológicos dos grupos de tubarões habitando a região Amazônica, alguns autores atentam para modificações futuras na migração de diferentes grupos de vertebrados resultantes de alterações climáticas (FROYD; WILLIS, 2008). Eventos extremos e um aumento intenso na precipitação já são detectados afetando o sistema hidrológico da Amazônia. Adicionalmente, a magnitude e frequência de fenômenos como o El Niño agravam os impactos nos diferentes nichos ecológicos existentes das espécies residentes sobre essa localidade (MARENGO, 2007; MARENGO, 2008; OLIVEIRA; MAFRA; SOARES, 2012).

Nesse sentido, é de suma importância o conhecimento e compreensão dos padrões ecológicos de tubarões e sua variação com a temperatura, por serem peixes cartilaginosos topos de cadeia influenciando a composição de outras espécies (McCAULEY et al., 2012; PASTAMASTIOU et al., 2015). Além do mais, caso ações conservacionistas para as consequências das mudanças climáticas não sejam tomadas a tempo, um efeito de 'feedback' positivo pode intensificar os impactos ambientais devido a perda da vegetação costeira pela proliferação de mesopredadores.

Sendo assim, fatores naturais como flutuações climáticas, mudanças no nível do mar e nos padrões de salinidade, além de reconfigurações geomorfológicas da paisagem parecem ter um impacto de menor proporção na estrutura populacional de largos vertebrados como seláquios, ao contrário do que ocorre em invertebrados (FUCHS; SCHWAB; KRIWET, 2015).

Na região amazônica há 23 milhões de anos, boa parte da fauna e flora moderna já haviam se estabelecido (ROSSETTI & GÓES, 2004a) e esse tipo de dinâmica é

reforçada para a composição faunística de elasmobrânquios após as análises realizadas. Pequenas mudanças nessa comunidade de peixes cartilaginosos ocorreram, possivelmente atribuídas as reconfigurações da paisagem nas águas onde estes seres habitam. Entretanto, a escolha em sustentar suas preferências ecológicas devido aos recursos ambientais por ela oferecidos enaltece a relevância dos ecossistemas da Amazônia Oriental para os tubarões.

7 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A apatita biogênica de tubarões (Superordem: Selachimorpha) recentes e fósseis foi estudada através de análises de isótopos estáveis de carbono e oxigênio na estrutura do fosfato e carbonato, intuindo realizar interpretações sobre suas características ecológicas para servir de embasamento teórico a planos de manejo e conservação. As composições isotópicas dos dentes avaliados variaram conforme sua origem (tubarões do Pirabas, atuais, e proto-Caribenhos).

Ainda que preferencialmente o enamelóide tenha sido amostrado, os valores encontrados do $\delta^{13}\text{C}$ em indivíduos recentes não pôde efetivamente ser atribuído a uma fonte específica: alguns resultados encontram-se em consonância com o Carbono Inorgânico Dissolvido, mas outros são positivos demais para refletirem apenas essa procedência. Todavia, um possível processo de fracionamento isotópico parece ocorrer durante o desenvolvimento dentário na estrutura do carbonato de bioapatitas, deplecionando os isótopos de carbono e oxigênio presentes neste em até 6‰ e 1,5‰ respectivamente.

Segundo os resultados do isótopo de oxigênio na estrutura do fosfato, as condições paleoambientais onde estes tubarões habitaram no passado são similares às vivenciadas por espécimes atuais. Ao se observar uma estabilidade nas preferências ecológicas nesses animais ao longo do tempo geológico pode ser sugestivo de fatores múltiplos, como a resiliência de características evolutivas nos traços ecológicos, e também da necessidade em operarem suas atividades biológicas em gradientes de temperatura distintos.

De acordo com os dados apresentados é possível estimar que os padrões ecológicos dos tubarões habitando a zona costeira da Amazônia Oriental variavam entre 23°C e 30°C. Essa informação climática complementa o conhecimento sobre os traços comportamentais dos seláquios da região Norte para o desenvolvimento de planos de manejo e conservação. Além disso, mudanças globais nos parâmetros climáticos e de salinidade parecem ter pouco impacto nas comunidades destes seres, sendo os impactos da atividade antrópica mais graves para a sua permanência no Sistema Terrestre.

REFERÊNCIAS

- AFONSO, A. S.; HAZIN, F. H. V. Vertical Movement Patterns and Ontogenetic Niche Expansion in the Tiger Shark, *Galeocerdo cuvier*. **PLoS ONE** v. 10, n. 1, 2015. DOI:10.1371/journal.pone.0116720
- AGUILERA, O. Peces fósiles del Caribe de Venezuela. In: GEOBIO CONSULTORES (Ed.). [fósiles]. Washington, DC: Gorham Printing, 2010. 255 p.
- AGUILERA, O.; LUNDBERG, J. Venezuelan Caribbean and Orinocoan Neogene fish. In: SÁNCHEZ-VILLAGRA, M.; AGUILERA, O.; CARLINI, F. (Ed.). **Urumaco and Venezuelan paleontology**. Indiana: Indiana Press University, 2010. p. 129–152.
- AGUILERA, O., MORAES-SANTOS, H., COSTA, S., FUMIO, O., JARAMILLO, C., NOGUEIRA, A. Arid sea catfishes from the coeval Pirabas (Northeastern Brazil), Cantaure, Castillo (Northwestern Venezuela) and Castilletes (North Colombia) formations (Early Miocene), with description of three new species. **Swiss J. Paleontol.**, n. 1, p. 45-68, 2013. DOI 10.1007/s13358-013-0052-4
- AGUILERA, O., PAES, E. The Pirabas Formation (Early Miocene from Brazil) and the Tropical Western Central Atlantic Subprovince. **Bol. do Mus. Para. Emílio Goeldi, Serie Cienc. Nat.** n. 7, p. 29-45, 2012.
- AGUILERA, O., RAMOS, M.I., PAES, E., COSTA, S., SANCHEZ-VILLAGRA, M. The Neogene Tropical America fish assemblage and the palaeobiogeography of the Caribbean region. **Swiss J. Palaeontol.**, n. 130, p. 217-240, 2011. DOI: 10.1007/s13358-011-0020-9
- AGUILERA, O.; RODRIGUES DE AGUILERA, D. An exceptional coastal upwelling fish assemblage in the Caribbean Neogene. **Journal of Paleontology**, v. 75, n. 3, p. 732–742. 2001. DOI: 0022-3360/01/0075-732\$03.00
- AGUILERA, O., RODRIGUES DE AGUILERA, D., VEGA, F. J., SÁNCHEZ-VILLAGRA, M. Mesozoic and Cenozoic decapod crustaceans from Venezuela and related ichnofossils. In: SÁNCHEZ-VILLAGRA, M.; AGUILERA, O.; CARLINI, F. (Ed.). **Urumaco and Venezuelan paleontology**. Indiana: Indiana Press University, 2010. p. 103–128.
- AGUILERA, O., SCHWARZHANS, W., MORAES-SANTOS, H., NEPOMUCENO, A. Before the flood: Miocene otoliths from eastern Amazon Pirabas Formation reveal a Caribbean- type fish fauna. **Journal of South American Earth Sciences**, n. 56, p. 422-446, 2014. DOI: 10.1016/j.jsames.2014.09.021
- AMIOT, R.; GOHLICH, U. B.; LÉCUYER, C.; MUIZON, C.; CAPPETTA, H.; FOUREL, F.; HÉRAN, M.; MARTINEAU, F. Oxygen isotope compositions of phosphate from Middle Miocene–Early Pliocene marine vertebrates of Peru. **Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology**, n. 264, p. 85–92, 2008. DOI:10.1016/j.palaeo.2008.04.001

AMIOT, R.; WANG, X.; LÉCUYER, C.; BUFFETAUT, E.; BOUDAD, L.; CAVIN, L.; DING, Z.; FLUTEAU, F.; KELLNER, A. W. A.; TONG, H.; ZHANG, F. Oxygen and carbon isotope compositions of middle Cretaceous vertebrates from North Africa and Brazil: Ecological and environmental significance. **Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology**, n. 297, p. 439-451, 2010. DOI:10.1016/j.palaeo.2010.08.027

ATWOOD, T. B., CONNOLLY, R. M., RITCHIE, E. G., LOVELOCK, C. E., HEITHAUS, M. R., HAYS, G. C., FOURQUREAN, J. W., MACREADIE, P. I. Predators help protect carbon stocks in blue carbon ecosystems. **Nature Climate Change**, n. 5, p. 1038-1045, 2015. DOI:10.1038/nclimate2763

BARRICK, R. E., FISCHER, A. G., BOHASKA, D. J. Paleotemperatures versus Sea Level: Oxygen isotope signal from fish bone phosphate of the Miocene Calvert Cliffs, Maryland. **Paleoceanography**, v. 8, n. 6, p. 845-858, 1993. DOI: 10.1029/93PA01412

BARRICK, R. E., FISCHER, A. G., KOLODNY, Y., LUZ, B., BOHASKA, D. Cetacean Bone Oxygen Isotopes as Proxies for Miocene Ocean Composition and Glaciation. **Palaios**, v. 7, n. 5, p. 521-531, 1992. DOI: 10.2307/3514849

BESSUDO, S., SOLER, G. A., KLIMLEY, P. A., KETCHUM, J., ARAUZ, R., HEARN, A., GUZMÁN, A., CALMETTES, B. Vertical and horizontal movements of the Scalloped Hammerhead Shark (*Sphyrna lewini*) around Malpelo and Cocos Island (Tropical Eastern Pacific) using Satellite Telemetry. **Boletín de Investigaciones Marinas y Costeras**, n. 40, p. 91-106, 2011a.

BESSUDO, S., SOLER, G. A., KLIMLEY, A. P., KETCHUM, J. T., HEARN, A., ARAUZ, R. Residency of the scalloped hammerhead shark (*Sphyrna lewini*) at Malpelo Island and evidence of migration to other islands in the Eastern Tropical Pacific. **Environmental Biology of Fishes**, v. 91, n. 2, p. 165-176, 2011b. DOI: 10.1007/s10641-011-9769-3

BEURLLEN, K. Contribuição a paleontologia do estado do Para. Crustáceos decápodes da Formação Pirabas. **Bol. do Mus. Para. Emilio Goeldi, série Geol.**, n. 5, p. 1-48, 1958a.

_____. Contribuição a paleontologia do estado do Pará. Um balanomorfo da Formação Pirabas. **Bol. do Mus. Para. Emilio Goeldi, Nova série Geológica**, n. 6, p. 1-6, 1958b.

BILLUPS, K., SCHRAG, D. P. Paleotemperatures and ice volume of the past 27 Myr revisited with paired Mg/Ca and $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ measurements on benthic foraminifera. **Paleoceanography**, v. 17, n. 1, p. 3-1-3-11, 2002. DOI: 10.1029/2000PA000567

BLOW, H. W. Late Middle Eocene to recent planktonic foraminiferal bio- stratigraphy. In: INTERNATIONAL CONFERENCE ON PLANKTONIC MICROFOSSILS, 1., 1969, Leiden, Netherlands. **Proceedings...** Leiden, Netherlands: Brill, 1969. p. 199-421.

BOESSENKOOL, S.; MCGLYNN, G.; EPP, L. S.; TAYLOR, D.; PIMENTEL, M.; GIZAW, A.; NEMOMISSA, S.; BROCHMANN, C.; POPP, M. Use of Ancient Sedimentary DNA as a Novel Conservation Tool for High-Altitude Tropical Biodiversity. **Conservation Biology**, v. 0, n. 0. p. 1-10. 2013. DOI: 10.1111/cobi.12195

BRASIL. Ministério da Pesca e Aquicultura. **Boletim Estatístico da Pesca e Aquicultura, Brasil 2010**, Brasília, DF, 129 p. 2012.

BRASIL. Ministério do Meio Ambiente. Instrução Normativa n. 5, de 21 de maio de 2004. Reconhece como espécies ameaçadas de extinção e espécie sobreexplotadas ou ameaçadas de sobreexplotação, os invertebrados aquáticos e peixes, constantes dos Anexos a esta Instrução Normativa. MMA, Brasil. Disponível em: <<http://www.prpe.mpf.mp.br/internet/content/download/2830/22487/file/in052004mma.pdf>>. Acesso em: 09 jan. 2016.

BRIERLEY, A. S. Fisheries Ecology: Hunger for Shark Fin Soup Drives Clam Chowder off the Menu. **Dispatch**, v. 17, n. 14, p. 555-557, 2007. DOI:10.1016/j.cub.2007.05.007

BROWN, B. R. Temperature response in electrosensors and thermal voltages in electrolytes. **J. Biol. Phys.**, n. 36, p. 121-134, 2010. DOI:10.1007/s10867-009-9174-8

BURGL, H. Geología de la Península de La Guajira: Servicio Geológico Nacional de Colombia. **Boletín de Geología**, v. 6, n. 1-3, p. 129-168, 1960.

CAPPETTA, H. Chondrichthyes II: Mesozoic and cenozoic Elasmobranchii: teeth. In: SCHULTZE, H. P. (Ed.). **Handbook of Paleoichthyology**. München: Verlag Dr. Friedrich Pfeil, 2012. v. 3E. p. 512.

CARLSON, J. K., RIBERA, M. M., CONRATH, C. L., HEUPEL, M. R., BURGESS, G. H. Habitat use and movement patterns of bull sharks *Carcharhinus leucas* determined using pop-up satellite archival tags. **Journal of Fish Biology**, v. 77, n. 3, p. 661-675, 2010. DOI:10.1111/j.1095-8649.2010.02707.x

CARRILO-BRICEÑO, J. D., GRACIA, C., PIMIENTO, C., AGUILERA, O. A., KINDLIMANN, R., SANTAMARINA, P., JARAMILLO, C. A new Late Miocene chondrichthyan assemblage from the Chagres Formation, Panama. **Journ. of South Amer. Ear. Scie.** n. 60, p. 56-70, 2015. DOI: 10.1016/j.jsames.2015.02.001

CHAPMAN, D. D., FELDHEIM, K. A., PAPASTAMATIOU, Y. P., HUETER, R. E. There and Back Again: A Review of Residency and Return Migrations in Sharks, with Implications for Population Structure and Management. **Annu. Rev. Mar. Sci.** n. 7, p. 547-570, 2015. DOI: 10.1146/annurev-marine-010814-015730

CHAPMAN, D. D., SHIVJI, M. S., LOUIS, E., SOMMER, J., FLETCHER, H., PRODOHL, P. A. Virgin birth in a hammerhead shark **Biol. Lett.** n. 3, p. 425-427, 2007. DOI:10.1098/rsbl.2007.0189

CLEMENTZ, M. T., HOLROYD, P. A., KOCH, P. L. Identifying aquatic habits of herbivorous mammals through stable isotope analysis. **Palaios**, v. 23, p. 574-585, 2008. DOI: 10.2110/palo.2007.p07-054r

CLEMENTZ, M. T., HOPPE, K. A., KOCH, P. L. A paleoecological paradox: the habitat and dietary preferences of the extinct tethythere *Desmostylus*, inferred from stable isotope analysis. **Paleobiology**, v. 29, n. 4, p. 506-519, 2003. DOI: 10.1666/0094-8373(2003)029<0506:APPTHA>2.0.CO;2

COATES, A. G. Lithostratigraphy of the Neogene strata of the Caribbean coast from Limon, Costa Rica, to Colon, Panama. In: COLLINS, L. S., COATES, A. G. (Ed.). **A Paleobiotic Survey of Caribbean Faunas from the Neogene of the Isthmus of Panama**. New York: Ithaca, 1999. p. 17-40. (Bulletins of American Paleontology, 357).

COHEN, M. C. L., ROSSETTI, D. F., PESSENDA, L. C. R., FRIAES, Y. S., OLIVEIRA, P. E. Late Pleistocene glacial forest of Humaitá - Western Amazonia. **Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology**. n. 415, p. 37-47, 2014. DOI:10.1016/j.palaeo.2013.12.025

COLLINS, L. S., COATES, A. G., BERGGREN, W. A., AUBRY, M. P., ZHANG, J. J. The Late Miocene Panama isthmian strait. **Geology**, n. 24, p. 687-690, 1996. DOI: 10.1130/0091-7613(1996)024<0687:TLMPIS>2.3.CO;2

COMPAGNO, L. J. V. Sharks of the world, an annotated and illustrated catalogue of shark species known to date: carcharhiniformes. **(FAO) Fisheries Synopsis**, v. 4, n. 125, part. 2, p. 251-655, 1984. FAO Species Catalogue.

COMPAGNO, L.; DANDO, M.; FOWLER, S. **Sharks of the World**. Princeton: Princeton University Press, 2005. 368 p.

COSTA, S.; RITCHER, M.; TOLEDO, P. M.; MORAES-SANTOS, H. Shark teeth from Pirabas formation (Lower Miocene), northeastern Amazonia, Brasil. **Boletim do Museu Paraense Emílio Goeldi, Serie Geociências**, v. 4, p. 221-230, 2009.

COSTA, S. A. F., TOLEDO, P. M., MORAES-SANTOS, H. M. Paleovertebrados. In: ROSSETTI, D. F., GÓES, A. M. (Ed.). **O Neógeno da Amazônia Oriental**. Belém: Museu Paraense Emílio Goeldi, 2004. p. 135-166. (Friedrich Katzer Collection).

D. NETO, J. **Proposta de Plano Nacional de Gestão para o uso sustentável de elasmobrânquios sobre-explotados ou ameaçados de sobre-exploração no Brasil**. Brasília, DF.: IBAMA, 2011. 154 p.

DACLUSI, G., KEREBEL, L. M. Ultrastructural study and comparative analysis of fluoride content of enameloid in sea-water and fresh-water sharks. **Arch. Oral Biol.**, n. 25, p. 145-151, 1980. DOI: 10.1016/0003-9969(80)90013-8.

DALY, R.; FRONEMAN, P. W.; SMALE, M. J. Comparative Feeding Ecology of Bull Sharks (*Carcharhinus leucas*) in the Coastal Waters of the Southwest Indian Ocean Inferred from Stable Isotope Analysis. **PLoS ONE**, v. 8, n. 10, p. 11, 2013. DOI:10.1371/journal.pone.0078229

DALY, R., SMALE, M. J., COWLEY, P. D., FRONEMAN, P. W. Residency Patterns and Migration Dynamics of Adult Bull Sharks (*Carcharhinus leucas*) on the East Coast of Southern Africa. **PLoS ONE** v. 9, n. 10, p. 11, 2014. DOI:10.1371/journal.pone.0109357

DELL, A. I.; PAWAR, S.; SAVAGE, V. M. Temperature dependence of trophic interactions are driven by asymmetry of species responses and foraging strategy. **J Anim Ecol**, n. 83, p. 70–84, 2013. DOI: 10.1111/1365-2656.12081.

DERA, G., PUCÉAT, E., PELLENARD, P., NEIGE, P., DELSATE, D., JOACHIMSKI, M. M., REISBERG, L., MARTINEZ, M. Water mass exchange and variations in seawater temperature in the NW Tethys during the Early Jurassic: evidence from neodymium and oxygen isotopes of fish teeth and belemnites. **Earth and Planetary Science Letters**, n. 286, p. 198–207, 2009. DOI: 10.1016/j.epsl.2009.06.027

DETTMAN, D. L., KOHN, M. J., QUADE, J., RYERSON, F. J., OJHA, T. P., HAMIDULLAH, S. Seasonal stable isotope evidence for a strong Asian monsoon throughout the past 10.7 m.y. **Geology**, n. 29, p. 31–34, 2001. DOI: 10.1130/0091-7613(2001)029<0031:SSIEFA>2.0.CO;2

DI SANTO, V.; BENNETT, W. A. Is post-feeding thermotaxis advantageous in elasmobranch fishes? **J Fish Biol**, n. 78, p. 195–207, 2011. DOI: 10.1111/j.1095-8649.2010.02853.x

DÍAZ de GAMERO, M. L. Microfauna y edad de la Formación Cantaure, Península de Paraguaná, Venezuela. **Boletín Informativo de la Asociación Venezolana de Geología, Minería y Petróleo**, n. 17, p. 41–47, 1974.

DINGERKUS, G. Shark distribution. In: STEVENS, J. G. (Ed.). **Sharks. Facts on File**. New York: [s.n.]: 1987. p. 36-50.

DOMNING, D. P. Sirenians, seagrasses, and Cenozoic ecological change in the Caribbean. **Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology**, n. 166, p. 27-50, 2001. DOI: 10.1016/S0031-0182(00)00200-5.

DULVY, N. K., FOWLER, S. F., MUSICK, J. A., CAVANAGH, R. D., KYNE, P. M., HARRISON, L. R., CARLSON, J. K., DAVIDSON, L. N. K., FORDHAM, S. V., FRANCIS, M. P., POLLOCK, C. M., SIMPFENDORFER, C. A., BURGESS, G. H., CARPENTER, K. E., COMPAGNO, L. J. V., EBERT, D. A., GIBSON, C., HEUPEL, M. R., LIVINGSTONE, S. R., SANCIANGCO, J. C., STEVENS, J. D., VALENTI, S., WHITE, W. T. Extinction risk and conservation of the world's sharks and rays. **Elife Sciences**, 2014. DOI:10.7554/eLife.00590.

ENAULT, S.; GUINOT, G.; KOOT, M. B.; CUNY, G. Chondrichthyan tooth enameloid: past, present, and future. **Zoological Journal of the Linnean Society**, v. 174, n. 3, p. 549-570, 2015. DOI: 10.1111/zoj.12244.

ESPINOZA, M., HEUPEL, M. R., TOBIN, A. J., SIMPFENDORFER, C. Evidence of Partial Migration in a Large Coastal Predator: Opportunistic Foraging and Reproduction as Key Drivers? **PloS ONE**, v. 11, n. 2, 2016. DOI: 10.1371/journal.pone.0147608.

ESTEVEZ, J.; VILLALTA, E. **Estratigrafía de una zona ubicada entre Sabaneta y Coro, distrito Miranda, estado Falcón**. Trabajo Especial de Grado, Universidad Central de Venezuela, 1989. 23 p.

ESTRADA, J. A.; RICE, A. N.; LUTCAVAGE, M. E.; SKOMAL, G. B. Predicting trophic position in sharks of the north-west Atlantic Ocean using stable isotope analysis. **Journal of the Marine Biological Association of the United Kingdom**, n. 83, p. 1347-1350, 2003. DOI: 10.1017/S0025315403008798.

ESTRADA, J. A.; RICE, A. N.; NATANSON, L. J.; SKOMAL, G. B. Use of Isotopic Analysis of Vertebrae in Reconstructing Ontogenetic Feeding Ecology in White Sharks. **Ecology**, v. 87, n. 4, p. 829–834, 2006. DOI: 10.1890/0012-9658(2006)87[829:UOIAOV]2.0.CO;2.

FERNANDES, J. M. G. Biostratigraphy of Pirabas Formation, Pará state. **Anais da Academia Brasileira de Ciências**, v. 1, p. 2376-2382, 1988. 35° Brazilian Congress of Geology.

FERNANDES, M. J. G., TÁVORA, V. A. Estudo dos Foraminíferos da Formação Pirabas procedentes do furo CB- UFPa-PI(85), município de Capanema, Estado do Pará. CONGR. BRAS. GEOL., 36., 1990, Natal. **Anais...** Natal: SBG, 1990. v. 1, p. 470-475.

FERREIRA, C. S. Notas estratigráficas sobre o Cenozóico marinho do Estado do Pará. In: SIMPÓSIO DE GEOLOGIA AMAZÔNIA, 1., 1982, Belém. **Proceeding...** Belém: SBG, 1982. p. 84–88.

FERREIRA, D. J. X. **Análise de isótopos estáveis de carbono e oxigênio em amostras de rocha da Formação Pirabas**. Belém, 2015. 119 f. Tese (Doutorado) - Instituto de Geociências, Programa de Pós-Graduação em Ciências Ambientais, Universidade Federal do Pará, Belém, 2015.

FIELDS, R. D., FIELDS, K. D., FIELDS, M. C. Semiconductor gel in shark sense organs? **Neuroscience Letters**, n. 426, p. 166-170, 2007. DOI:10.1016/j.neulet.2007.08.064

FIGUEREDO, J., HOORN, C., van der VEN, P., SOARES, E. Late Miocene onset of the Amazon River and the Amazon deep-sea fan: Evidence from the Foz do Amazonas Basin. **Geology**, v. 37, n. 7, p. 619-622, 2009. DOI: 10.1130/G25567A.1.

FISCHER, J., SCHNEIDER, J. W., HODNETT, J. M., ELLIOTT, D. K., JOHNSON, G. D., Voigt, S., JOACHIMSKI, M. M., TICHOMIROWA, M., GOTZE, J. Stable and radiogenic isotope analysis on shark teeth from the Early to the Middle Permian (Sakmarian - Roadian) of the southwestern USA. **Historical Biology**. v. 26, n. 6, p. 710-727. 2013b. DOI: 10.1080/08912963.2013.838953.

FISCHER, J., SCHNEIDER, J. W., VOIGT, S., JOACHIMSKI, M. M., TICHOMIROWA, M., TUTKEN, T., GOTZE, J., BERNER, U. Oxygen and strontium isotopes from fossil shark teeth: Environmental and ecological implications for Late Palaeozoic European basins. **Chemical Geology**, n. 342, p. 44–62, 2013a. DOI: 10.1016/j.chemgeo.2013.01.022.

FISCHER, J., VOIGY, S., FRANZ, M., SCHNEIDER, J. W., JOACHIMSKI, M. M., TICHOMIROWA, M., GOTZE, J., FURRER, H. Palaeoenvironments of the late Triassic Rhaetian Sea: Implications from oxygen and strontium isotopes of hybodont shark teeth. **Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology**, v. 353–355, p. 60–72, 2012. DOI:10.1016/j.palaeo.2012.07.002.

FLESSA; JACKSON. **The Geological Record of Ecological Dynamics: Understanding the Biotic Effects of Future Environmental Change**. Washington, D.C.: National Academies Press: Committee on the Geologic Record of Biosphere Dynamics: National Research Council, 2005. 216 p.

FONG, Q. S. W.; ANDERSON, J. L. International shark fin markets and shark management: an integrated market preference–cohort analysis of the blacktip shark (*Carcharhinus limbatus*). **Ecological Economics**, n. 40, p. 117-130, 2002. DOI:10.1016/S0921-8009(01)00273-7.

FOWLER, S. L.; REED, T. M.; DIPPER, F. A. (Ed.). Elasmobranch Biodiversity, Conservation and Management. In: INTERNATIONAL SEMINAR AND WORKSHOP, 1997, Sabah, Malaysia. **Proceedings...** Cambridge: IUCN, 2002. 258 p.

FROESE, R.; D. PAULY. (Ed.). **FishBase**. 2015. World Wide Web electronic publication. Disponível em: <www.fishbase.org>. Acesso em: 10 out. 2015.

FROYD, C. A.; WILLIS, K. J. Emerging issues in biodiversity & conservation management: The need for a palaeoecological perspective. **Quaternary Science Reviews**, n. 27, p. 1723–1732, 2008. DOI: 10.1016/j.quascirev.2008.06.006.

FUCHS, I.; SCHWAB, J.; KRIWET, J. Palaeoecology and diversity of Miocene sharks and rays (Chondrichthyes, Elasmobranchii) of the Paratethys. In: **Nobis9**, Eggenburg, 2015. Austria. DOI: 10.13140/RG.2.1.1095.5601.

FURTADO, L. G. Dinâmicas sociais e conflitos de pesca na Amazônia. In: ACSELRAD, H. (Ed.). **Conflitos ambientais no Brasil**. Relume-Dumará, 2004. p. 57-73.

GÓES, A. M., ROSSETTI, D., NOGUEIRA, A., TOLEDO, P. M. Modelo deposicional preliminar da Formação Pirabas no Nordeste do Estado do Pará. **Bol. do Mus. Para. Emilio Goeldi, série Cienc. Terra** n. 2, p. 3-15, 1990.

GROGAN, E. D., LUND, R., GREENFEST-ALLEN, E. The Origin and Relationships of Early Chondrichthyans. In: CARRIER, J. C., MUSICK, J. A., HEITHAUS, M. R. (Ed.). **Biology of Sharks and their Relatives**. 2. ed. Boca Raton: CRC Press, 2012. p. 23-30.

HAQ, B. U., HARDENBOL, J., VAIL, P. R. Chronology of Fluctuating Sea Levels Since the Triassic. **Science**, v. 235, p. 1156-1167, 1987. DOI: 10.1126/science.235.4793.1156.

HEITHAUS, M. R. Nursery areas as essential shark habitats: A theoretical perspective. In: MCCANDLESS, C. T., KOHLER, N. E., PRATT Jr., H. L. (Ed.). **Shark Nursery Grounds of the Gulf of Mexico and the East Coast Waters of the United States**. American Fisheries Society Symposium 50, 3-13. 2007.

HEITHAUS, M. R., DILL, L. M., MARSHALL, G. J., BUHLEIER, B. Habitat use and foraging behavior of tiger sharks (*Galeocerdo cuvier*) in a seagrass ecosystem. **Marine Biology**, n. 140, p. 237-248, 2002. DOI:10.1007/s00227-001-0711-7.

HEITHAUS, M. R., FRID, A., WIRSING, A. J., WORM, B. Predicting ecological consequences of marine top predator declines. **Trends in Ecology and Evolution**, v. 23, n. 4, p. 202-210, 2008. DOI:10.1016/j.tree.2008.01.003.

HENDY, A. J. W., JONES, D. S., MORENO, F., ZAPATA, V., JARAMILLO, C. Neogene molluscs, shallow marine paleoenvironments, and chronostratigraphy of the Guajira Peninsula, Colombia. **Swiss J. Paleontol.**, n. 134, p. 45-75, 2015. DOI: 10.1007/s13358-015-0074-1.

HERNDON, A., GALLUCCI, V. F., DEMASTER, D., BURKE, W. The case for an international commission for the conservation and management of sharks (ICCMS). **Marine Policy**, n. 34, p. 1239-1248, 2010. DOI:10.1016/j.marpol.2010.05.001.

HEUPEL, M. R., CARLSON, J. K., SIMPFENDORFER, C. A. Shark nursery areas: concepts, definition, characterization and assumptions. **Mar. Ecol. Prog. Ser.**, v. 337, p. 287-297, 2007. DOI: 10.3354/meps337287.

HEUPEL, M. R., KNIP, D. M., SIMPFENDORFER, C. A., DULVY, N. K. Sizing up the ecological role of sharks as predators. **Mar. Ecol. Prog. Ser.**, 495, 291-298. 2014. DOI: 10.3354/meps10597

HEUPEL, M. R.; SIMPFENDORFER, C. A. Movement and distribution of young bull sharks *Carcharhinus leucas* in a variable estuarine environment. **Aquat. Biol.**, v. 1, p. 277-289, 2008. DOI: 10.3354/ab00030.

HEUPEL, M. R., YEISER, B. G., COLLINS, A. B., ORTEGA, L., SIMPFENDORFER, C. A. Long-term presence and movement patterns of juvenile bull sharks, *Carcharhinus leucas*, in an estuarine river system. **Mar. Freshw. Res.**, n. 61, p. 1-10, 2010. DOI: 10.1071/MF09019.

HOLMES, B. J., PEPPERELL, J. G., GRIFFITHS, S. P., JAINE, F. R. A., TIBBETTS, I. R., BENNETT, M. B. Tiger shark (*Galeocerdo cuvier*) movement patterns and habitat use determined by satellite tagging in eastern Australian waters. **Mar. Biol.**, v. 161, n. 11, p. 2645-2658, 2014. DOI: 10.1007/s00227-014-2536-1.

HUETER, R. E., HEUPEL, M. R., HEIST, E. J., KEENEY, D. B. Evidence of philopatry in sharks and implications for the management of shark fisheries. **J. Northw. Atl. Fish. Sci.**, n. 35, p. 239-247, 2005. DOI: 10.2960/J.v35.m493.

HULL, P.; DARROCH, S. A. F. Mass extinctions and the Structure and Function of Ecosystems. In: BUSH, A. M., PRUSS, S. B., PAYNE, J. L. (Ed.). *Ecosystem Paleobiology and Geobiology*. **The Paleontological Society Papers**, v. 19, 42 p. 2013.

HUNTER, V. F.; BARTOK, P. The age and correlation of the tertiary sediments of the Paraguaná Peninsula, Venezuela. **Boletín Informativo de la Asociación Venezolana de Geología, Minería y Petróleo**, n. 17, p. 143–154, 1974.

HUSSEY, N. E.; MACNEIL, M. A.; OLIN, J. A.; MCMEANS, B. C.; KINNEY, M. J.; CHAPMAN, D. D.; FISK, A. T. Stable isotopes and elasmobranchs: tissue types, methods, applications and assumptions. **Journal of Fish Biology**, n. 80, p. 1449–1484, 2012. DOI:10.1111/j.1095-8649.2012.03251.x.

IACUMIN, P., COMINOTTO, D., LONGINELLI A. A. stable isotope study of mammal skeletal remains of mid-Pleistocene age, Arago cave, eastern Pyrenees, France. Evidence of taphonomic and diagenetic effects. **Palaeogeogr. Palaeoclimatol. Palaeoecol.** n. 126, p. 151–160, 1996. DOI:10.1016/S0031-0182(96)00077-6.

INSTITUTO BRASILEIRO DO MEIO AMBIENTE E DOS RECURSOS NATURAIS RENOVÁVEIS. **Estatística da Pesca 2007 Brasil**. Brasília, DF: MMA, 2007. 151 p.

_____. **Ibama apreende mais de 7 toneladas de barbatanas de tubarão pescadas ilegalmente, no Pará**. 2012. Disponível em:

<<http://www.ibama.gov.br/publicadas/ibama-apreende-mais-de-7-toneladas-de-barbatanas-de-tubarao-pescadas-ilegalmente-no-para>>. Acesso em: 09 jan. 2016.

IUCN. **The IUCN Red List of Threatened Species**. Version 2015-4. Disponível em : <<http://www.iucnredlist.org>>. Acesso em : 19 nov. 2015.

JABLONSKI, D. Lessons from the past: evolutionary impacts of mass extinctions. **Proceedings of the National Academy of Sciences USA**, 98: p. 5393-5398. 2001.

_____. Survival without recovery after mass extinctions. **Proceedings of the National Academy of Sciences USA**, 99: p. 8139-8144. 2002.

JACKSON, J., O'DEA, A. Timing of the Oceanographic and Biological isolation of the Caribbean Sea from the Tropical Eastern Pacific Ocean. **Bulletin of Marine Science**. v. 89, n. 4, p. 779-800, 2013. DOI: 10.5343/bms.2012.1096.

JUNG, P. Miocene mollusca from the Paraguaná Peninsula, Venezuela. **Bulletins of American Paleontology**, n. 49, p. 389–652, 1965.

KARR, J. D., SHOWERS, W. J. Stable oxygen and hydrogen isotopic tracers in Amazon shelf waters during Amassed. **Oceanologia Acta**, n. 25, p. 71-78, 2002. DOI: 10.1016/S0399-1784(02)01183-0.

- KATZENBERG, M. A. Stable Isotope Analysis: A Tool for Studying Past Diet, Demography, and Life History. In: KATZENBERG, M. A., SAUNDERS, S. R. **Biological Anthropology of the Human Skeleton**. 2. ed. [S.l.]: Ed. John Wiley & Sons, 2008. p. 413-441.
- KEMP N. Ameloblastic secretion and calcification of the enamel layer in shark teeth. **J. Morphol.**, n. 184, p. –230, 1985. DOI: 10.1002/jmor.1051840211.
- KIM, S. L.; TINKER, M. T.; ESTES, J. A.; KOCH, P. L. Ontogenetic and Among-Individual Variation in Foraging Strategies of Northeast Pacific White Sharks Based on Stable Isotope Analysis. **PLoS ONE**, v. 7, n. 9, 11 p., 2012. DOI: 10.1371/journal.pone.0045068.
- KISZKA, J. J.; HEITHAUS, M. R. The state of knowledge on sharks for conservation and management. In: TECHERA, E. J., KLEIN, N. (Ed.). **Sharks: Conservation, Governance and Management**. Publisher: Earthscan, 2014. p. 69-88.
- KLIMLEY, A. P. Highly directional swimming by scalloped hammerhead sharks, *Sphyrna lewini*, and subsurface irradiance, temperature, bathymetry, and geomagnetic field. **Marine Biology**, n. 117, p. 1-22, 1993. DOI: 10.1007/BF00346421.
- KOCH, P. L. Tracing the diets of fossil animals using stable isotopes. In: MICHENER, R; LAJTHA, K. **Stable Isotopes in Ecology and Environmental Science**. 2. ed. Malden: Ed. Blackwell, 2007. p. 99-154.
- KOCH, P. L., TUROSS, N., FOGEL, M. L. The effects of sample treatment and diagenesis on the isotopic integrity of carbonate in biogenic hydroxylapatite. **J. Archaeol. Sci.** n. 24, p. 417–429, 1997. DOI: 10.1006/jasc.1996.0126.
- KOCSIS, L. Geochemical Compositions of Marine Fossils as Proxies for Reconstructing Ancient Environmental Conditions. **Chimia**, v. 65, n. 10. p. 787-791. 2011. DOI: 10.2533/chimia.2011.787.
- KOCSIS, L., GHEERBRANT, E., MOUFLIH, M., CAPPETTA, H., YANS, J., AMAGHZAZ, M. Comprehensive stable isotope investigation of marine biogenic apatite from the late Cretaceous-early Eocene phosphate series of Morocco. **Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology**. n. 394, p. 74-88, 2014. DOI: 10.1016/j.palaeo.2013.11.002.
- KOCSIS, L., VENNEMANN, T. W., FONTIGNIE, D. Migration of sharks into freshwater systems during the Miocene and implications for Alpine paleoelevation. **Geology**. v. 35, n. 5, p. 451-454, 2007. DOI: 10.1130/G23404A.1.
- KOCSIS, L., VENNEMANN, T. W., HEGNER, E., FONTIGNIE, D., TUTKEN, T. Constraints on Miocene oceanography and climate in the Western and Central Paratethys: O-, Sr-, and Nd-isotope compositions of marine fish and mammal remains. **Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology**. n. 271, p. 117-129, 2009. DOI: 10.1016/j.palaeo.2008.10.003.

- KOCSIS, L., VENNEMANN, T. W., ULIANOV, A., BRUNNSCHWEILER, J. M. Characterizing the bull shark *Carcharhinus leucas* habitat in Fiji by the chemical and isotopic compositions of their teeth. **Environmental Biology Fishes**, v. 96, n. 3, 14 p. 2015. DOI 10.1007/s10641-015-0386-4.
- KOLODNY, Y., LUZ, B., NAVON, O. Oxygen isotope variations in phosphate of biogenic apatites, I. Fish bone apatite-rechecking the rules of the game. **Earth Planet. Sci. Lett.**, n. 64, p. 398-404, 1983. DOI:10.1016/0012-821X(83)90100-0.
- LEAR, C. H., ELDERFIELD, H., WILSON, P. A. Cenozoic Deep-Sea Temperatures and Global Ice Volumes from Mg/Ca in Benthic Foraminiferal Calcite. **Science** n. 287, p. 269-272, 2000. DOI: 10.1126/science.287.5451.269.
- LÉCUYER, C., AMIOT, R., TOUZEAU, A., TROTTER, J. Calibration of the phosphate $\delta^{18}\text{O}$ thermometer with carbonate-water oxygen isotope fractionation equations. **Chemical Geology**. n. 347, p. 217-226, 2013. DOI: 10.1016/j.chemgeo.2013.03.008.
- LÉCUYER, C., BALTER, V., MARTINEAU, F., FOUREL, F., BERNARD, A., AMIOT, R., GARDIEN, V., OTERO, O., LEGENDRE, S., PANCZER, G., SIMON, L., MARTINI, R. Oxygen isotope fractionation between apatite-bound carbonate and water determined from controlled experiments with synthetic apatites precipitated at 10–37 °C. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 74, p. 2072-2081, 2010. DOI:10.1016/j.gca.2009.12.024.
- LÉCUYER, C., GRANDJEAN, P., PARIS, F., ROBARDET, M., ROBINEAU, D. Deciphering "temperature" and "salinity" from biogenic phosphates: the $\delta^{18}\text{O}$ of coexisting fishes and mammals of the Middle Miocene sea of western France. **Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology**. v. 126, p. 61-74, 1996. DOI:10.1016/S0031-0182(96)00070-3.
- LEGARE, B., KNEEBONE, J., DEANGELIS, B., SKOMAL, G. The spatiotemporal dynamics of habitat use by blacktip (*Carcharhinus limbatus*) and lemon (*Negaprion brevirostris*) sharks in nurseries of St. John, United States Virgin Islands. **Mar Biol.**, n. 162, p. 699-716, 2015. DOI 10.1007/s00227-015-2616-x.
- LEIGH, E. G., O'DEA, A., VERMEIJ, G. J. Historical biogeography of the Isthmus of Panama. **Biol. Rev.**, n. 89, p. 148-172, 2013. DOI: 10.1111/brv.12048.
- LESSA, R. P.; ALMEIDA, Z. Feeding habits of the Bonnethead Shark, *Sphyrna tiburo*, from Northern Brazil. **Cybium**, v. 22, n. 4, p. 383-394, 1998.
- LESSA, R. P., MENNI, R. C., LUCENA, F. Biological observations on *Sphyrna lewini* and *S. tudes* (Chondrichthyes, Sphyrnidae) from Northern Brazil. **Vie et Milieu**, v. 48, n. 3, p. 203-213, 1998.
- LEUZINGER, L., KOCSIS, L., BILLON-BRUYAT, J. P., SPEZZAFERRI, S., VENNEMANN, T. Stable isotope study of a new chondrichthyan fauna (Kimmeridgian, Porrentruy, Swiss Jura): an unusual freshwater-influenced isotopic composition for the

hybodont shark *Asteracanthus*. **Biogeosciences**, n. 12, p. 6945-6954, 2015.
DOI:10.5194/bg-12-6945-2015.

LI, Y.; GONG, Y.; CHEN, X.; DAI, X.; ZHU, J. Trophic Ecology of Sharks in the Mid-East Pacific Ocean Inferred from Stable Isotopes. **J. Ocean Univ. China (Oceanic and Coastal Sea Research)**, v. 13, p. 278-282, 2014. DOI 10.1007/s11802-014-2071-1.

LONGINELLI, A., NUTI, S. Oxygen isotope measurements of phosphate from fish teeth and bones. **Earth Planet. Sci. Lett.**, n. 20, p. 337-340, 1973b. DOI: 10.1016/0012-821X(73)90007-1.

_____. Revised phosphate-water isotopic temperature scale. **Earth Planet. Sci. Lett.**, n. 19, p. 373-376, 1973a. DOI: 10.1016/0012-821X(73)90088-5.

MACDONALD, D.F. **Some engineering problems of the Panama Canal and their relation to the geology and topography**. U. S. Bureau Mines Bull. 86, 88. 1915.

MARENGO, J. A. **Mudanças Climáticas Globais e seus Efeitos sobre a Biodiversidade, caracterização do clima atual e definição das alterações climáticas para o território brasileiro ao longo do século XXI**. 2. ed. Brasília, DF: Ministério do Meio Ambiente, Secretaria de Biodiversidade e Florestas, 2007. 82 p.

_____. Water and Climate Change. **Estudos Avançados**, v. 22 n. 63, p. 83-96, 2008.

MAURY, C. J. **Fósseis terciários do Brasil com descrição de novas formas Cretáceas**. Rio de Janeiro: Serviço Geológico e Mineralógico do Brasil, 1925. 665 p. (Monografia 4).

MAYR, E. **Animal Species and Evolution**. Cambridge, MA: Belknap, 1963. 797 p.

McCAULEY, D. J.; HOFFMAN, E.; YOUNG, H.; MICHELI F. Night shift: expansion of temporal niche use following reductions in predator density. **PLoS One**, n. 7, 2012. DOI: 10.1371/journal.pone.0038871.

MEYER, C. G., CLARK, T. B., PAPASTAMATIOU, Y. P., WHITNEY, N. M., HOLLAND, K. N. Long-term movement patterns of tiger sharks *Galeocerdo cuvier* in Hawaii. **Mar. Ecol. Prog. Ser.**, v. 381, p. 223-235, 2009. DOI: 10.3354/meps07951.

MEYER, C. G., HOLLAND, K. N., PAPASTAMATIOU, Y. P. Sharks can detect changes in the geomagnetic field. **J. R. Soc. Interface**, v. 2, p. 129-130, 2005. DOI:10.1098/rsif.2004.0021.

MILLER, K. G., MOUNTAIN, G. S., Leg 150 Ship Board Party, SAITO, Y. Drilling and dating New Jersey Oligocene-Miocene sequences: Ice volume, global sea level, and Exxon records. **Science**, v. 271, n. 5252, 1092-1095, 1996. DOI: 10.1126/science.271.5252.1092.

MILLS, L.S. **Conservation of Wildlife Populations: Demography, Genetics and Management**. Oxford: Blackwell Publishing, 2007. 424 p.

- MOLLER, I. J., MELSEN, B., JENSEN, S. J., KIRKEGAARD, E. A histological, chemical and X-ray diffraction study on contemporary (*Carcharias glaucus*) and fossilized (*Macrotia odontaspis*) shark teeth. **Arch. Oral Biol.** n. 20, p. 797-802, 1975. DOI: 10.1016/0003-9969(75)90056-4.
- MOOK, W. G. Stable carbon and oxygen isotopes of natural waters in the Netherlands. In: SYMPOSIUM ON ISOTOPE TECHNIQUES IN GROUND WATER HYDROLOGY, 1970, Vienna. **Proceedings...** Vienna: International Atomic Energy Agency, 1970. p. 163-190.
- MORAES-SANTOS, H. M., VILLANUEVA, J. B., TOLEDO, P. M. New remains of a gavialoid crocodylian from the late Oligocene-early Miocene of the Pirabas Formation, Brazil. **Zoological Journ. of the Linn. Soc.**, n. 163, p. 132-139, 2011. DOI: 10.1111/j.1096-3642.2011.00710.x.
- MORENO, J. F., HENDY, A. J. W., QUIROZ, L., HOYOS, N., JONES, D. S., ZAPATA, V., ZAPATA, S., BALLEEN, G. A., CADENA, E., CÁRDENAS, A. L., CARRILLO-BRICEÑO, J. D., CARRILLO, J. D., DELGADO-SIERRA, D., ESCOBAR, J., MARTÍNEZ, J. I., MARTÍNEZ, C., MONTES, C., MORENO, J., PÉREZ, N., SÁNCHEZ, R., SUÁREZ, C., VALLEJO-PAREJA, M. C., JARAMILLO, C. Revised stratigraphy of neogene strata in the Cocinetas Basin, La Guajira, Colombia. **Swiss J Paleontol.**, n. 134, p. 5-43, 2015. DOI: 10.1007/s13358-015-0071-4.
- MYERS, R. A., BAUM, J. K., SHEPHERD, T. D., POWERS, S. P., PETERSON, C. H. Cascading Effects of the Loss of Apex Predatory Sharks from a Coastal Ocean. **Science**, n. 315, p. 1846-1850, 2007. DOI:10.1126/science.1138657.
- NEWKIRK, D. R.; MARTIN, E. E. Circulation through the Central American Seaway during the Miocene carbonate crash. **Geology**, v. 37, n. 1, p. 87-90, 2009. DOI: 10.1130/G25193A.1.
- NOLF, D., & AGUILERA, O. Fish otoliths from the Cantaure Formation (early Miocene of Venezuela). **Bulletin de l'Institut Royal des Sciences Naturelles de Belgique, Sciences de la Terre**, n. 68, p. 237-262, 1998.
- OLIVEIRA, S. F. C. C., TOLEDO, P. M., COSTA, S. A. R. F. Escamas de tubarões (Pisces: Chondrichthyes) da Formação Pirabas (Eomioceno), Pará, Brasil. **Bol. Mus. Para. Emilio Goeldi. sér. Cien. Nat.** v. 3, n. 3, p. 241-254. 2008.
- OLIVEIRA, V. P.; MAFRA, M. V. P.; SOARES, A. P. A. Eventos climáticos extremos na Amazônia e suas implicações no Município de Manaquari (AM). **Revista Geonorte**, v. 1, n. 5, p. 977 – 987, 2012. Edição Especial, 2.
- O'NEIL, J. R., ROE, L. J., REINHARD, E., BLAKE, R. E. A rapid and precise method of oxygen isotope analysis of biogenic phosphate. **Israel J. Earth Sci.**, v. 43, p. 203-212, 1994.
- PAPASTAMATIOU, Y. P.; FRIENDLANDER, A. M.; CASELLE, J. E.; LOWE, C. G. Long-term movement patterns and trophic ecology of blacktip reef sharks (*Carcharhinus*

- melanopterus) at Palmyra Atoll. **Journal of Experimental Marine Biology and Ecology**, n. 386, p. 94–102, 2010. DOI:10.1016/j.jembe.2010.02.009.
- PAPASTAMATIOU, Y. P.; WATANABE, Y. Y.; BRADLEY, D.; DEE, L. E.; WENG, K.; LOWE, C. G.; CASELLE, J. E. Drivers of Daily Routines in an Ectothermic Marine Predator: Hunt Warm, Rest Warmer? **PLoS ONE**, v. 10, n. 6, 2015. DOI: 10.1371/journal.pone.0127807.
- PAULA-COUTO, C. Um sirênio na Formação Pirabas. In: SIMPÓSIO SOBRE A BIOTA AMAZÔNICA, 1., 1967, Rio de Janeiro. **Atas...** Rio de Janeiro: CNPq, 1967. p. 345-357. (Contribuição a paleontologia do estado do Pará, v. 1).
- PELLEGRINI, M.; LONGINELLI, A. Palaeoenvironmental conditions during the deposition of the Plio-Pleistocene sedimentary sequence of the Canoa Formation, central Ecuador: A stable isotope study. **Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology**, n. 266, p. 119–128, 2008. DOI:10.1016/j.palaeo.2008.03.017.
- PEREIRA, A. L.; BENEDITO, E. Isótopos estáveis em estudos ecológicos: métodos, aplicações e perspectivas. **Rev. Biociên.**, Taubaté, v. 13, n.1-2, p. 16-27, 2007.
- PETERSON B. J.; FRY, B. Stable isotopes in ecosystem studies. **Annual Review of Ecology and Systematics**, Palo Alto, v. 18, p. 293-320, 1987.
- PETRI, S. Foraminíferos miocênicos da Formação Pirabas. **Boletim Facultad de Filosofia Ciência de Letras, Universidade de São Paulo (Geologica)**, n. 216, p. 1-79, 1957.
- POSNER, A. S., BLUMENTHAL, N. C., BETTS, F. Chemistry and structure of precipitated hydroxyapatites. In: NIAGRA, J. O.; MOORE, P. B. (Ed.). **Phosphate Minerals**. Berlin: Springer Verlag, 1984. p. 330-350.
- PUCÉAT, E.; LÉCUYER, C.; DONNADIEU, Y.; NAVEAU, P.; CAPPETTA, H.; RAMSTEIN, G.; HUBER, B. T.; KRIWET, J. Fish tooth $\delta^{18}\text{O}$ revising Late Cretaceous meridional upper ocean water temperature gradients. **Geology**. v. 35, n. 2, p. 107-110, 2007. DOI: 10.1130/G23103A.1.
- PUCÉAT, E.; LÉCUYER, C.; SHEPPARD, S. M.; DROMART, G.; REBOULET, S.; GRANDJEAN, P. Thermal evolution of Cretaceous Tethyan marine waters inferred from oxygen isotope composition of fish tooth enamels. **Paleoceanography**, v. 18, n. 2, 12, 2003. DOI:10.1029/2002PA000823.
- PURDY, R., J. H. MCLELLAN, V. P. SCHNEIDER, S. P. APPLGATE, R.; MEYER R. SLAUGHTER. The Neogene sharks, rays and bony fishes from Lee Creek Mine, aurora, North Carolina. In: RAY, C. E.; BOHASKA, D. J. (Ed.). **Geology and paleontology of the Lee Creek Mine, North Carolina, III**. Washington, D.C.: Smithsonian Institution Press, 2001. p. 71-202. (Smithsonian Contributions to Paleobiology, n. 90).

- PYENSON, N. D., VÉLEZ-JUARBE, J., GUTSTEIN, C. S., LITTLE, H., VIGIL, D., O'DEA, A. *Isthminia panamensis*, a new fossil iniod (Mammalia, Cetacea) from the Chagres Formation of Panama and the evolution of 'river dolphins' in the Americas. **PeerJ**, v. 3, 2015. DOI 10.7717/peerj.1227.
- RAMOS, M. I. F., TÁVORA, V. A., PINHEIRO, M. P., BAIA, N. B. Microfósseis. In: ROSSETTI, D. F., GÓES, A. M. (Ed.). **O Neógeno da Amazônia Oriental**. Belém: Museu Paraense Emílio Goeldi, 2004. p. 93–107. (Friedrich Katzer Collection).
- REIS, M. Chondrichthyan Fauna from the Pirabas formation, Miocene of Northern Brazil, with comments on Paleobiogeography. **Anuário do Instituto de Geociências**, v. 28, n. 2, p. 31–58, 2005.
- RENZ, O. Geología de la parte sureste de la península de La Guajira. III Congreso Geológico Venezolano, **Boletín de Geología**, v. 3, n. 1, p. 317–347, 1960. Publicación Especial.
- REY, O. Estratigrafía de la Península de Paraguaná, Venezuela. **Revista de la Facultad de Ingeniería**, n. 11, p. 35–45, 1996.
- RODRIGUES-FILHO, L. F. S.; ROCHA, T. C.; RÊGO, P. S.; SCHNEIDER, H.; SAMPAIO, I.; VALLINOTO, M. Identification and phylogenetic inferences on stocks of sharks affected by the fishing industry off the Northern coast of Brazil. **Genetics and Molecular Biology**, v. 32, n. 2, p. 405-413, 2009.
- ROLLINS, J. **Stratigraphy and structure of the Guajira Peninsula, northwestern Venezuela and northeastern Colombia**. Nebraska: University of Nebraska Studies, 1965. p. 1–1102. (New Series, 30).
- ROSSETTI, D. F. Evolução Sedimentar Miocênica nos Estados do Pará e Maranhão. **Geol.USP Sér. Cient.**, São Paulo, v. 6, n. 2, p. 7-18. 2006. DOI: 10.5327/S1519-874X2006000300003.
- ROSSETTI, D. F., BEZERRA, F. H. R., DOMINGUEZ, J. M. L. Late Oligocene–iocene transgressions along the equatorial and eastern margins of Brazil. **Earth-Science Reviews**, n. 123, p. 87-112, 2013. DOI: 10.1016/j.earscirev.2013.04.005.
- ROSSETTI, D. F.; GÓES, A. M. **O Neógeno da Amazônia Oriental**. Belém: Museu Paraense Emílio Goeldi, 2004a. 222 p. (Coleção Friederich Katzer).
- _____. Geologia. In: ROSSETTI, D. F.; GÓES, A. M. (Ed.). **O Neógeno da Amazônia Oriental**. Belém: Museu Paraense Emílio Goeldi, 2004b. p. 13-52. (Coleção Friederich Katzer).
- ROSSETTI, D. F.; TOLEDO, P. M. Biodiversity from a historical geology perspective: a case study from Marajó Island, lower Amazon. **Geobiology**, v. 4, p. 215-223, 2006. DOI: 10.1111/j.1472-4669.2006.00080.x.
- SANTOS, R. S.; SALGADO M. S. Contribuição à paleontologia do Estado do Pará. Novos restos de peixes da Formação Pirabas. **Boletim do Museu Paraense Emílio Goeldi, Nova Série Geologia**, v. 16, p. 1-13, 1971.

SANTOS, R. S.; TRAVASSOS, H. **Contribuição à paleontologia do Estado do Pará. Peixes fósseis da Formação Pirabas.** Rio de Janeiro: Departamento Nacional da Produção Mineral. Divisão de Geologia e Mineralogia, 1960. p. 1-35. (Monografia, 16).

SCHWARZHANS, W., AGUILERA, O. Otoliths of the Myctophidae from the Neogene of tropical America. **Palaeo Ichthyol.**, n. 13, p. 83-150, 2013.

SCHWEITZER, C. E., ITURRALDE-VINENT, M., HETLER, J. L., VÉLEZ-JUARBE, J. Oligocene and Miocene decapods (Thalassinidea and Brachyura) from the Caribbean. **Annals of Carnegie Museum.** v. 75, n. 2, p. 111-136, 2006. DOI: 10.2992/0097-4463(2006)75[111:OAMDTA]2.0.CO;2.

SHIFFMAN, D. S.; GALLAGHER, A. J.; BOYLE, M. D.; HAMMERSCHLAG-PEYER, C. M.; HAMMERSCHLAG, N. Stable isotopes analysis as a tool for elasmobranch conservation research: a primer for non-specialists. **Marine and Freshwater Research.** v. 63, n. 7, p. 635-643, 2012. DOI: 10.1071/MF11235.

SIMPFENDORFER, C. A., HEUPEL, M. R., WHITE, W. T., DULVY, N. K. The importance of research and public opinion to conservation management of sharks and rays: a synthesis. **Marine and Freshwater Research**, n. 62, p. 518–527, 2011. DOI: 10.1071/MF11086.

SIMS, D. W.; WEARMOUTH, V. J.; SOUTHALL E. J.; HILL, J. M.; MOORE, P.; RAWLINSON, K. Hunt warm, rest cool: bioenergetic strategy underlying diel vertical migration of a benthic shark. **J Anim Ecol**, n. 75, p. 176–190, 2006. DOI: 10.1111/j.1365-2656.2005.01033.x.

SKINNER, H. C. W.; JAHREN, A. H. Biomineralization. In: HOLLAND, H. D.; TUREKIAN, K. K. (Ed.). **Treatise on Geochemistry.** [S.l.]: Elsevier Science, 2003. 69 p. (Biogeochemistry, v. 8).

SMITH, C. J., COLLINS, L. S., JARAMILLO, C., QUIROZ, L. I. Marine paleoenvironments of Miocene-Pliocene formations of North-Central Fálcon State, Venezuela. **Journ. of Foram. Res.**, v. 40, n. 3, p. 266-282, 2010. DOI: 10.2113/gsjfr.40.3.266.

SOCIEDADE BRASILEIRA PARA O ESTUDO DE ELASMOBRÂNQUIOS - SBEEL. **Plano Nacional de Ação para a Conservação e o Manejo dos Estoques de Peixes Elasmobrânquios no Brasil.** Recife: Comissão de Elaboração do Plano de Ação, SBEEL, 2005. 100 p.

SPEED, C. W.; MEEKAN, M. G.; FIELD, I. C.; MCMAHON, C. R.; ABRANTES, K.; BRADSHAW, C. J. A. Trophic ecology of reef sharks determined using stable isotopes and telemetry. **Coral Reefs**, n. 31, p. 357–367, 2012. DOI 10.1007/s00338-011-0850-3.

SPÖTL, C.; VENNEMANN, T. W. Continuous-flow IRMS analysis of carbonate minerals. **Rapid Commun. Mass Spectrom.**, n. 17, p. 1004–1006, 2003. DOI: 10.1002/rcm.1010.

- SULZMAN, E. W. Stable isotope chemistry and measurement: a primer. In: MICHENER, R.; LAJTHA, K. **Stable Isotopes in Ecology and Environmental Science**. 2. ed. Malden: Ed. Blackwell, 2007. p. 1-21.
- TÁVORA, V.; FERNANDES, J. M. Estúdio de los foraminíferos de la Formación Pirabas (Mioceno Inferior), estado de Pará, Brasil y su correlación con faunas del Caribe. **Rev. Geol. Am. Cent.**, n. 22, p. 63-74, 1999.
- TÁVORA, V. A., IMBELONI, E. F. F., CACELA, A. S. M., BAIA, N. B. Paleoinvertebrados. In: ROSSETTI, D. F., GÓES, A. M. (Ed.). **O Neógeno da Amazônia Oriental**. Belém: Museu Paraense Emílio Goeldi, p. 111–131. 2004. (Friedrich Katzer Collection).
- TÁVORA, V. A.; SANTOS, A. A. R.; ARAÚJO, R. N. Localidades fossilíferas da Formação Pirabas (Mioceno Inferior). **Bol. Mus. Para. Emílio Goeldi. Sér. Cienc. Nat.**, Belém, v. 5, n. 2, p. 207-224, 2010.
- TECHERA, E. K.; KLEIN, N. Fragmented governance: Reconciling legal strategies for shark conservation and management. **Marine Policy**, n. 35, p. 73-78, 2011. DOI: 10.1016/j.marpol.2010.08.003.
- THOMAS, D. J.; MACDONALD, W. D. The Cantaure Formation of the Paraguana Peninsula. **Boletín Informativo de la Asociación Venezolana de Geología. Minería y Petróleo**, n. 13, p. 177–179, 1970.
- TILLET, B. J., MEEKAN, M. G., PARRY, D., MUNKSGAARD, N., FIELD, I. C., THORBURN, D., BRADSHAW, C. J. A. Decoding fingerprints: elemental composition of vertebrae correlates to age-related habitat use in two morphologically similar sharks. **Mar. Ecol. Prog. Ser.**, n. 434, p. 133–142, 2011. DOI: 10.3354/meps09222.
- TILLEY, A., LÓPEZ-ANGARITA, J., TURNER, J. R. Diet Reconstruction and Resource Partitioning of a Caribbean Marine Mesopredator Using Stable Isotope Bayesian Modelling. **PLoS ONE**, v. 8, n. 11, 2013. DOI:10.1371/journal.pone.0079560.
- TOLEDO, P. M. Interdisciplinaridade: aspectos teóricos e questões práticas. In: VIEIRA, I. C., TOLEDO, P. M., ARAÚJO, R. (Ed.). **Ambiente e sociedade na Amazônia: uma abordagem interdisciplinar**. Rio de Janeiro: Garamond, 2014. p. 23-49.
- TOLEDO, P. M.; DOMNING, D. P. Fossil Sirenia (Mammalia: Dugongidae) from the Pirabas Formation (Early Miocene), northern Brazil. **Bol. Mus. Para. Emilio Goeldi, série Ciênc. da Terra**, n. 1, p. 119-146, 1989.
- TORTONESE, E. Leptocardia - Cyclostomata - Selachii. **Fauna d'Italia**, 2. Bologna (Ediz. Calderini), 1956. 327 p.
- TUTKEN, T.; VENNEMANN, T. W. Fossil bones and teeth: Preservation or alteration of biogenic compositions? **Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology**. n. 310, p. 1-8, 2011. DOI: 10.1016/j.palaeo.2011.06.020.

VALLÉNILLA L. P. Estratigrafía de las formaciones Caujarao, La Vela y Coro en sus localidades tipo, Estado Falcón. **Asoc. Venez. Geol., Min. y Petrol., Bol.**, v. 4, n. 12, p. 29-78. 1961.

VAUDO, J. J., WETHERBEE, B. M., HARVEY, G., NEMETH, R. S., AMING, C., BURNIE, N., HOWEY-JORDAN, L. A., SHIVJI, M. S. Intraspecific variation in vertical habitat use by tiger sharks (*Galeocerdo cuvier*) in the western North Atlantic. **Ecology and Evolution**, v. 4, n. 10, p. 1768-1786, 2014. DOI: 10.1002/ece3.1053.

VELÉZ-JUARBE, J. Ghost of seagrasses past: Using sirenians as a proxy for historical distribution of seagrasses. **Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology**, n. 400, p. 41-49, 2014. DOI:10.1016/j.palaeo.2013.05.012.

VENNEMANN, T. W., HEGNER, E., CLIFF, G., BENZ, W. Isotopic composition of recent shark teeth as a proxy for environmental conditions. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 65, n. 10, p. 1583–1599, 2001. DOI: 10.1016/S0016-7037(00)00629-3.

WERRY, J. M., PLANES, S., BERUMEN, M. L., LEE, K. A., BRAUN, C. D., CLUA, E. Reef-Fidelity and Migration of Tiger Sharks, *Galeocerdo cuvier*, across the Coral Sea. **PLoS ONE**, v. 9, n. 1, 2014. DOI:10.1371/journal.pone.0083249.

WHITE, C. A. Contribuições à Paleontologia do Brasil. **Archivos do Museu Nacional**, n. 7, p. 1-273, 1887.

WIEDENMAYER, C. Informe geológico sobre los depósitos carboníferos de Coro, Distrito Miranda, Estado Falcón. **Bol. Geol. y Min. Venezuela**, v. 1, n. 1, p. 65-81, 1937.

WILLIS, K. J.; BIRKS, H. J. B. What Is Natural? The Need for a Long-Term Perspective in Biodiversity Conservation. **Science**. v. 314, n. 5803, p. 1261-1265, 2006. DOI: 10.1126/science.1122667.

WOZNIAK, J.; WOZNIAK, M. H. Bioestratigrafía de la región nor-central de la Serranía de Falcón, Venezuela nor-occidental. **Bol. de Geología, Venezuela**, v. 16, n. 28, p. 101-139, 1987.

ZACHOS, J., PAGANI, M., SLOAN, L., THOMAS, E., BILLUPS, K. Trends, Rhythms, and Aberrations in Global Climate 65 Ma to Present. **Science**, n. 292, p. 686-693, 2001. DOI: 10.1126/science.1059412.

ZAZZO, A., LÉCUYER, C., MARIOTTI, A. Experimentally-controlled carbon and oxygen isotope exchange between bioapatites and water under inorganic and microbially-mediated conditions. **Geochimica et Cosmochimica Acta**, v. 68, n. 1, p. 1-12, 2004. DOI: 10.1016/S0016-7037(03)00278-3.

ZAZZO, A., LÉCUYER, C., SHEPPARD, S. M. F., GRANDJEAN, P., MARIOTTI, A. Diagenesis and the reconstruction of paleoenvironments: A method to restore original $\delta^{18}\text{O}$ values of carbonate and phosphate from fossil tooth enamel. **Geochimica et**

Cosmochimica Acta, v. 68, n. 10, p. 2245-2258, 2004. DOI:
10.1016/j.gca.2003.11.009.

ANEXOS

ANEXO A - Procedimentos químicos: separação química realizada para análises de isótopos estáveis no Carbonato e Fosfato

Limpeza com Hipoclorito de sódio (NaOCl) nas amostras recentes:

Inicialmente as amostras recentes foram reagidas com 1,80 ml (Pipeta Socorex 0,2-2,0 ml) de hipoclorito de sódio (NaOCl) a 2.5% de um dia para o outro. Este processo é utilizado para a remoção da matéria orgânica ainda existente no material. Por isso, este passo foi pulado para as amostras fósseis. Ao adicionar-se o composto, as cápsulas foram agitadas levemente em um mini shaker (MS2 Minishaker IKA) para que a substancia entrasse em contato com todo substrato existente no recipiente. Devido a reação do hipoclorito com a matéria orgânica, ocorre a formação de bolhas de CO₂ na superfície. Quanto mais existem estas, mais matéria orgânica existe. A idéia inicial seria verificar se as bolhas reduziriam ou iriam cessar para fechar os recipientes e colocá-las em uma mesa de mistura (Fisher Scientific 64724), também com o objetivo de otimizar o contato do solvente com o substrato. Entretanto, como estes persistiram as amostras foram deixadas abertas com um papel toalha sobre as mesmas de um dia ao outro (overnight ou 12h-24h). Em seguida, o material teria que ser lavado três vezes, duas em água destilada e uma em água ultra pura (Milli-Q water). Para isso, as amostras foram colocadas em centrífuga com rotação de 12000 rpm por 3 minutos. Após o substrato precipitar-se no fundo, o hipoclorito foi retirado com pipeta de Pasteur de vidro 150 mm (We Enable Science) e adicionou-se a primeira dose de água destilada utilizando novamente a Pipeta 0,2-2 ml. Agitaram-se os recipientes no mini-shaker para lavar bem o soluto e as amostras ficaram por alguns minutos (± 10) em uma mesa de mistura. Por fim, foram centrifugadas novamente para retirar a água da primeira lavagem e repetir o processo. Para a terceira limpeza foi utilizada água Milli-Q e as amostras ficaram por uma hora na mesa de mistura. No final deste processo, centrifugaram-se os recipientes e estes secaram por 4 horas em estufa a 50 °C e depois foram deixados em uma câmara durante a noite.

Reação com 1M Ácido acético e Acetato de cálcio (Buffered acetic acid 4.5 pH)

Para a segunda etapa, separaram-se de 8-12 mg das amostras fósseis. Esse passo poderia ter sido realizado nas recentes, mas como o primeiro passo já havia sido executado, não seria mais possível mesmo após a secagem. Foi requerida esta quantidade pois ± 2 mg deve-se destinar a análise isotópica do Carbonato e ± 4 mg prosseguirão para a separação química do Fosfato. Além disso, estas reagirão com ácido acético equilibrado com acetato de cálcio a 1 mol a 4.5 pH. Este componente tem como objetivo a remoção de carbonatos secundários depositados que influenciem a composição isotópica original. Assim sendo, existe uma perda de peso nessa etapa e foram registrados individualmente o peso de cada Eppendorf (cápsulas de 2 ml) para detectar de quanto seria. Utilizou-se uma balança de alta precisão com câmara da marca Mettler AT250. Em seguida adicionaram-se 2 ml de ácido acético tamponado com acetato de cálcio a 1M e 4.5 pH em todas as amostras. Foram agitadas no mini-shaker por cerca de um minuto cada, e ao final colocadas na mesa de mistura para completarem duas horas com a substância. Este processo tem como objetivo a remoção dos carbonatos secundários, claramente existente nos fósseis, também podendo estarem presentes nos recentes. Por fim, as amostras foram centrifugadas para retirar o ácido acético e adicionar água Milli-Q para a primeira lavagem. Lavaram-se as amostras utilizando o mini-shaker por 30s em cada recipiente. Este processo foi realizado três vezes e ao final, centrifugaram-se os recipientes e estes secaram de um dia ao outro (overnight) em estufa a 50 °C. Após secarem, as amostras foram homogeneizadas utilizando uma pequena espátula. Uma nova cápsula (Eppendorf 2 ml) foi pesada para as etapas subsequentes de tratamento necessárias para as análises isotópicas no Fosfato. Para o Carbonato, foram pesadas cerca de 1,8 ~ 2,1 mg e depositadas em frascos de vidro próprios para serem utilizadas no Espectrômetro de Massa.

Análises isotópicas no Carbonato

Foram também preparadas 24 amostras padrão do Mármore de Carrara (Carrara Marble) com pesos entre 50-200 μ g. Além destas, pesou-se uma amostra do padrão utilizado NBS-120c sem pré-tratamento. Por fim, as amostras foram analisadas no Espectrômetro de Massa da marca ThermoFinnigan Delta plus XL possuindo um Gasbench II acoplado.

Dissolução do Fosfato com Ácido Fluorídrico (HF)

O primeiro passo na preparação das amostras para a separação química do fosfato envolve a dissolução dos grãos utilizando ácido fluorídrico. Utilizando os EPI's (jaleco, luva e óculos), foram adicionados 800 μ l de ácido fluorídrico (HF) a 2M utilizando Pipeta (Socorex 0,2-2 ml). As amostras foram deixadas de um dia ao outro nesta etapa, tendo algumas ficado dois dias e até mesmo três dias. Isso foi necessário em algumas amostras onde os grãos pareciam estar ainda bem dissolvidos, podendo isto estar atribuído a má maceração do material ou a existência de minerais secundários ali precipitados. Após a dissolução do fosfato, as amostras foram centrifugadas e utilizando pipetas de Pasteur (We Enable Science 150 mm) individuais por amostra, foram acondicionadas em novas cápsulas pesadas (Eppendorf 2 ml) para verificar quantos g de fosfato de prata seriam precipitados, enquanto o resíduo formado de CaF_2 no fundo foi descartado (embora estes possam serem utilizados em análises isotópicas de Ca). Em seguida, para neutralizar a reação foi adicionado com Pipeta (Marca Eppendorf, 2-200 μ l) 156 μ l de hidróxido de amônia (NH_4OH) a 25%; e misturadas bem com o mini-shaker (MS2 Minishaker IKA) durante 1 minuto. Por ser uma solução higroscópica, logo após retirar com a pipeta é necessário adicionar imediatamente nas cápsulas contendo o fosfato dissolvido. Esse passo é necessário para neutralizar a solução (± 7 pH), e diferentes quantidades do hidróxido foram testadas para saber qual seria a exata quantidade requerida. Posteriormente utilizando Pipeta (Socorex, 0,2-2 ml) adicionou-se 800 μ l de nitrato de prata (AgNO_3) a 2M e uma imediata precipitação de pequenos cristais amarelos de fosfato de prata (Ag_3PO_4) ocorre. O objetivo desta etapa é a precipitação do fosfato em uma forma que possa ser analisado pelo Conversor Elemental (TC/EA) acoplado ao Espectrômetro de Massa, e através dessa precipitação do fosfato de prata, a amostra tem seu peso multiplicado em aproximadamente 2,5. Ou seja, as capsulas foram pesadas para saber quantos gramas deste formaram-se. Após 30 minutos quando estes cristais precipitam no fundo, as cápsulas foram centrifugadas e utilizando pipetas de Pasteur (We Enable Science 150 mm) o líquido neutralizado foi retirado mantendo somente o pó nos recipientes. Estes foram lavados três vezes utilizando água Milli-Q de maneira similar à explanada nos passos anteriores, e ao fim da terceira lavagem a água foi removida e as amostras secaram de um dia ao outro (overnight) a 50-70 °C em estufa. Paralelamente uma amostra padrão NBS-120c foi

preparada junto as amostras, sendo esta utilizada tanto nas análises no Carbonato quanto do Fosfato.

Preparação das cápsulas de prata e análises isotópicas no Fosfato

Para que as amostras sejam analisadas no Conversor Elemental, é necessária uma forma de que elas alcancem a coluna central onde ocorre a redução com grafite. Isso é realizado através da preparação de pequenas cápsulas de prata, onde em cada uma é depositado 500-600 μg de grãos de fosfato de prata e fechada utilizando instrumentos laboratoriais como pinças e pequenas espátulas. Cada amostra teve três cápsulas de prata preparadas para três réplicas de análise, e assim garantir a fidedignidade dos dados. Estas foram depositadas em caixas próprias com 98 espaços em cada uma, limpas com mangueira de ar e guardadas em um recipiente que reproduz uma espécie de vácuo em seu interior. Cada espaço (A-H: linha, 1-8: coluna) teve sua capsula registrada em papel que foi depositado juntamente a caixa, assim como salvo em tabela Excel no computador para evitar a perda dos dados. Foram preparadas também 96 cápsulas de prata contendo os dois standards requeridos para a correção dos dados. No total são 48 standards LK-3L (mais pesado) e 48 LK-2L (mais leve). Por fim colocaram-se estas na ordem que devem ser depositadas nos espaços do Conversor Elemental (TC/EA) acoplado ao Espectrômetro de massa da marca ThermoFinnigan Delta plus XL e o fosfato de prata é convertido em monóxido de carbono (CO) a 1450 °C via redução com grafite.

**ANEXO B - Dados complementares sobre os passos descritos no Anexo anterior,
da preparação das amostras.**

Amostra	Peso Antes do Ácid. Ace. (CH ₃ COOH)	Peso Depois do Ácid. Ace. (CH ₃ COOH)	Peso análise carbonato	Peso análise fosfato	Dias no Ácido (HF)	Peso ganho em Ag ₃ PO ₄ (x2.5)	% de Peso ganho
GL-I	9,5	8,7	2,04	3,96	1	8,4	85%
GL-II	12	11,2	2,08	4,12	2	8,7	84%
GL-III	9,1	8,4	2,03	4,12	1	8,8	85%
GL-IV	12,2	11,4	1,91	4	3	7,8	78%
GL-V	11,8	10,6	2,03	3,79	2	7,8	82%
GL-VI	11,1	9,9	1,95	3,92	2	8	82%
HS-I	12,7	11,7	2,09	3,92	2	8,2	84%
HS-II	11,6	10,6	1,96	3,7	2	7,7	83%
HS-III	9,3	8,3	1,85	3,62	2	7,1	78%
HS-IV	12,8	12,2	1,91	3,68	3	6,6	72%
HS-V	11,6	11,2	1,92	3,76	3	6,6	70%
HS-VI	12,5	11,7	2,01	3,73	3	6,9	74%
CP-I	8,6	8,0	2,09	4,01	1	8,1	81%
CP-II	12	11,4	2,09	3,83	1	7,4	77%
CP-III	8,4	8,1	1,85	3,74	1	8,2	88%
CP-IV	8,3	7,7	1,89	3,22	1	7,3	91%
CA-I	9,3	8,8	1,9	3,91	2	8,2	84%
CA-II	11,9	11,3	2,01	4,1	3	8,1	79%
CA-III	9,7	9,2	1,94	3,9	1	7,9	81%
CA-IV	11,8	10,6	1,88	3,76	1	7,5	80%
SM-I	8,6	7,9	2,02	3,39	1	6,8	80%
SM-II	8,9	8,3	2,04	3,92	1	7,9	81%
SM-III	10,1	9,2	1,98	3,92	2	8,5	87%
SM-IV	8,8	8,2	1,96	3,93	1	4,4	45%
SM-V	8,4	8,1	1,93	3,8	1	8	84%
SM-VI	8,5	8,1	2,06	3,4	1	7,2	85%
CL-I			1,91	3,94	1	8,9	90%
CL-II			1,97	3,93	1	8,7	89%
CL-III			1,94	4,01	1	8,9	89%
CL-IV			1,97	4,09	2	9,3	91%
CL-V			1,97	3,77	1	8,7	92%
CL-VI			1,9	4	1	9	90%
CL-VII			2,09	3,77	1	8,8	93%
CL-VIII			1,83	3,9	1	8,3	85%
CL-IX			2,06	3,89	1	8,5	87%
CT-I			2,13	3,86	1	8,9	92%
HC-I	12,3	11,9	2,03	3,86	1	7,8	81%

HC-II	8,6	7,7	2,2	3,48	2	6,8	78%
HC-III	12,4	12,1	2,05	3,7	2	7,8	84%
HC-IV	12,7	11,7	1,87	4,06	2	7,8	77%
HC-V	8,5	8,0	1,96	3,43	3	6,2	72%
HC-VI	10,9	10,4	2,02	4,18	3	7,7	74%
HC-VII	8,7	8,5	1,96	2,62	3	5,6	85%
HC-VIII	8,2	7,7	1,98	3,57	2	6,7	75%
HC-IX	12,1	11,8	1,8	3,83	2	7,3	76%
HC-X	11,7	11,5	1,83	3,84	3	7,3	76%

ANEXO C - Texto original para o artigo de enfoque geológico/paleontológico

Evidence of a 'paleonursery' in Amazon: Oxygen in phosphate isotope analysis of recent and fossil shark teeth from northern Brazil (Pirabas Formation) and Caribbean localities (Cantaure, Caujarao, Jimol, Castilletes & Chagres Formations)

Abstract

The isotopic composition of oxygen in phosphate from shark's bioapatites were analyzed in different fossiliferous formations located at South and Central America, but mainly observed to the eastern coast of Amazon. These geological units of Miocene age were also compared with extant specimens, in order to verify the degrees of correlation of the results between different intervals time and locations. The utilized material are teeth, which had preferentially the enameloid sampled and showed good conditions regarding the preservation of the original chemical signals, by comparisons with isotopic measurements present in carbonate structure. The found $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ values ranged from 18,9 ‰ to 21,4 ‰, with a relatively low variation (1,2 ‰) in fossil groups even when compared to studies using recent specimens. According to these results, the paleotemperatures where these animals lived were 21,6°C to 31,5°C. Statistical tests were performed in the observed values characterizing three groups: Pirabean group (fossil sharks of Pirabas Formation) Recent group (extant sharks of the Amazon coastal region) and non-Pirabean group (fossil sharks of proto-Caribbean deposits). Global, regional and biological environmental considerations about these individuals were revised to understand their distinct chemical signatures. Recognizing a 'philopatry' behaviour based on the low isotopic variance for the Pirabean group justify the hypothesis of an existing 'paleonursery' at this region. This is additionally supported by other characteristics already identified in paleontological (ample food resources) and geological (subenvironments of lagoons, mangroves and estuaries) researches. The ecological stability verified comparing the paleotemperatures of the Pirabean group with the Recent group suggests at least a degree of resilience on the part of these sharks, by maintaining similar ecological niches during geological time in the Amazon region. On the other hand, oceanographic influences and changes in planetary patterns seem to justify some peculiarities of the values found in non-Pirabas group. While some assumptions needs further investigation, considerations here made are fundamental for a better comprehension of the paleontological context about evaluated regions.

Keywords: Amazon. proto-Caribbean. Shark's teeth. Pirabas Formation. Oxygen isotopes

1. Introduction

The Pirabas Formation (Maury, 1925) carbonate rocks represents an important record of the Amazonian landscape at their coastal configuration in the geological past. Located at the northeast of Pará predominantly, this highly fossiliferous unit are an end-member snapshot predating the Amazon Delta fan establishment (Figueredo et al., 2009; Aguilera et al., 2014). Where today we found a well-stabilised fluvial system

responsible for almost 1/5 of total river freshwater input into oceans, was before mainly a marine Caribbean-like scenario, with described sub-environments of tidal channels, tidal deltas, lagoons, estuaries and mangroves (Goes et al., 1990; Rossetti & Goes 2004a, b; Marengo, 2007; Aguilera et al., 2013; Rossetti et al., 2013). Even studied for over a century (White, 1887), this locality still yield useful considerations about the understanding of the existing paleoenvironment at 23 ma. Recent paleontological contributions were made by Aguilera et al. (2013, 2014) in the characterization of numerous teleostean fishes from otoliths and a catfish skull (*Cathorops*), providing a helpful scheme about the marine and coastal biodiversity. Former works related this formation to the proto-Caribbean Neogene fauna based on quantitative analysis species-co-occurrence and personal conclusions, but recent researches employing statistical tests and paleontological considerations had distinguish Pirabas for having unique features (Maury, 1925; Toledo & Domning, 1989; Rossetti & Góes, 2004a; Aguilera et al., 2011, 2012, 2014). In this case, presented question would be if the specific environmental conditions equivalent for both regions, since time and oceanographic influences were slightly different between the deposits? In order to help in clarifying this problematic, we selected biogenic apatites from sharks as a tool for oxygen in phosphate isotope analysis. These organisms currently has proven as one of the best geochemical proxies for paleoclimatic studies (Vennemann et al., 2001), because shark's teeth are a biomineralized structure primarily composed by fluor-apatite (Moller et al., 1975; Daclusi & Kerebel, 1980), the least soluble apatite and more resistant to subsequent alteration (Posner et al., 1984). This technique had already been employed in different localities at the world for recent and fossil specimens (Lecuyer et al., 1996; Vennemann et al., 2001; Puceat et al., 2003, 2007; Fischer et al., 2012, 2013a, b; Kocsis et al., 2009, 2014, 2015), but at South America is still incipient, only being done at Middle Miocene-Early Pliocene of Peru (Pisco Formation) and Plio-Pleistocene of Ecuador (Canoa Formation) so far (Pellegrini & Longinelli, 2007; Amiot et al., 2008). The oxygen isotope composition of ectothermic fishes are in function of temperature and oxygen isotope composition of ambient water at the moment of teeth and bones formation (Longinelli & Nuti, 1973a, b; Kolodny et al., 1983). From this relationship, paleotemperatures and salinity in which fishes were inhabiting can be estimated, also accounting for ecological preferences. Sharks continuously replace their teeth through life and each time that one new teeth grows in a different environment, they can record distinct conditions and demonstrate interesting features, like the migration of marine

ancient sharks through freshwater environments observed at Europe (Kocsis et al. 2007; Fischer et al. 2012, 2013a). Looking to verify what are the paleoecological patterns of the Pirabas' sharks and living specimens from the same region, and how they are associated (or not) to relatives from proto-Caribbean provinces, we performed isotopic analysis in shark's teeth for various locations and ages, but analyzing in three moments of the geological past: A) Early Miocene of northern Brazil (Pirabas formation), before the establishment of the Amazon Delta Fan; B) Early Miocene to Late Miocene of Venezuela, Colombia and Panama (Cantaure, Caujauro, Jimol, Castilletes and Chagres formations), selected as proto-Caribbean localities; C) Recent of northern Brazil, after the establishment of the Amazon Delta fan.

2. Geological setting

As previous stated, several lithostratigraphic units with different ages were studied comparatively ranging from northern of Brazil (Pirabas) to northwestern of South America (Cantaure, Caujauro, Jimol and Castilletes) and Central America (Chagres) (Figures 1 and 2). The term "proto-Caribbean" is adopted for all these sites because it represents the moment preceding the modern Caribbean Sea establishment at about 3.5 Ma, with the total uplift of Panamanian Isthmus and consequent isolation of the Western Central Atlantic and the Eastern Central Pacific (Aguilera et al. 2011; Jackson & O'Dea, 2013; Leigh et al., 2013). Until that closure the trans-isthmus passage was an open seaway allowing a strong inflow of the Equatorial Pacific current into the proto-Caribbean, while superficially a circumtropical current went western direction towards the Pacific Ocean (Schweitzer et al., 2006; Newkirk & Martin, 2009; Aguilera et al., 2011).

2.1. Pirabas Formation

The Pirabas Formation (Maury, 1925) outcrops discontinuously at the northern of Brazil, specifically in the states of Pará, Maranhão and Piauí (Rossetti & Góes, 2004b; Távora et al., 2010; Rossetti et al., 2013). It consists of carbonates interbedded with siliciclastic mudstones and sandstones, representative in general of inner shelf, restricted shelf/lagoon, shoreface/foreshore and mangrove/mud flat deposits (Góes et al., 1990; Rossetti & Góes, 2004b; Rossetti et al., 2013).

The age of this unit is still debated, foraminiferal associations of Petri (1957) assign N2 to N5 zones (Late Oligocene-Early Miocene), but latter findings suggests the

N4 to N5 zones (Early Miocene) described by Blow (1969) for this formation (Fernandes, 1988; Fernandes and Távora, 1990; Távora and Fernandes, 1999; Rossetti et al., 2013; Aguilera et al., 2014). We select the second zonation (Aquitania-Early Burdigalian) that was also considered in the recent work of fishes by Aguilera et al (2014) while further isotope chronostratigraphy contributions are not performed to better constrain this. A rich fossil content of invertebrates and vertebrates are found at this formation, such as: mollusks, crustaceans, bryozoans, corals, bony and cartilaginous fishes, sirenians and reptiles (White, 1887; Maury, 1925; Beurlen, 1958a, b; Costa et al., 2004; Ramos, 2004; Távora, 2004; Moraes-Santos et al., 2011; Aguilera et al., 2013; 2014). The paleoenvironmental interpretations are mostly based on its paleontological content, and indicates the dominance of warm, shallow and clear marine-influenced waters with occasional storm events, becoming lagoonal or estuarine over time (Rossetti et al., 2013). This location is the final stage of the central western Atlantic carbonate platform in northeastern of South America, until being overlain by deltaic siliciclastic sediments due to a drastic change of the hydrogeographic Amazonian configuration that started in the middle Miocene (Aguilera et al., 2014).

2.2. Cantaure Formation

The Cantaure Formation (Hunter & Bartok, 1974) is located at northwestern of Venezuela, Fálcon State, approximately 10 km west of Pueblo Nuevo Town on the Paraguaná Peninsula. It consists of silty shales interbedded with thin algal limestones, shell beds, silty to medium sandstone intercalated with massive mudstone (Hunter & Bartok, 1974; Aguilera et al., 2013). The assignment of late early Miocene Burdigalian is based on planktonic foraminifera and calcareous nannofossil biostratigraphy (Díaz de Gamero, 1974; Rey, 1996). A diversified faunal composition is found at these rocks, particularly rich in mollusks, decapods and fishes, indicating a tropical-marine, clear shallow-water coastal environment of normal salinity, but subject to periodic upwelling events (Jung, 1965; Thomas & MacDonald, 1970; Nolf & Aguilera, 1998; Aguilera & Rodrigues de Aguilera, 2001; Aguilera & Lundberg, 2010; Aguilera, 2010; Aguilera et al., 2010).

2.3. Caujarao Formation

The Caujarao Formation (Wiedenmayer, 1937) outcrops at northwestern of Venezuela, north of Fálcon State (Smith et al., 2010). This unit is subdivided in three members (Taratara, Mataruca and El Muaco) composed in general by weathered, dark grey to brown claystones, silty claystones with scattered mollusks, fossiliferous marls and limestones (Vallenilla, 1961; Smith et al., 2010). The late Miocene (late Tortonian-Messinian) age was assigned by planktonic foraminiferal associations (Wozniak & Wozniak, 1987). The known fossil composition is most invertebrates, diverse in mollusks, foraminifera and calcareous nanoplankton (Vallenilla, 1961; Wozniak & Wozniak, 1987; Esteves & Villata, 1989; Smith et al., 2010). The environment of deposition is characterized as a complex coastal shallow marine, conformed by lagoonal with limited clastic input (Wozniak & Wozniak, 1987; Esteves & Villata, 1989).

2.4. Jimol Formation

The Jimol Formation (Renz, 1960) is located at the northern of Colombia, along the central part of Cocinetas Basin, forming a NE-SW trended stripe from the Patsua Valley in the south up to Rio Topio at north (Hendy et al., 2015; Moreno et al., 2015). The unit is composed by gray calcareous lithic sandstone and lithic sandstone, yellowish gray fossiliferous wackestone to packstone, and gray to brown siltstones and mudstone. The upper part of Jimol is in contact with rocks from Castilletes Formation, and detailed stratigraphy shows a gradual environmental change between units (Moreno et al., 2015). A late early Miocene (Burdigalian) age is assigned to this unit on the basis of macroinvertebrate biostratigraphy and strontium isotope chronostratigraphy. The fossil composition is most diverse in mollusks, but crocodilians, bony and cartilaginous fishes are also found. The environment of deposition was shallow marine, inner shelf depth (<50m) (Hendy et al., 2015; Moreno et al., 2015).

2.5. Castilletes Formation

The Castilletes Formation (Renz, 1960; Rollins, 1965) outcrops at the northern Colombia in the Alta Guajira Peninsula (Moreno et al., 2015). Its composed by marly limestones, clays, calcareous and non-calcareous sandstones and conglomerates (Aguilera et al., 2013). The unit rests conformably on the Jimol Formation and the upper contact is not exposed (Aguilera et al., 2013; Hendy et al., 2015; Moreno et al., 2015). The age of this was controversial in the past (Aguilera et al., 2013), ranging from Early Miocene (Renz, 1960), Middle Miocene (Burgl, 1960) and Miocene to early

Pliocene (Rollins, 1965). However, based on macroinvertebrate biostratigraphy and strontium isotope chronostratigraphy contributions, a late Early Miocene to early Middle Miocene (upper Burdigalian-Langhian) age is recognized for this work (Hendy et al., 2015; Moreno et al., 2015). The formation presents a rich fossil composition in marine and terrestrial organisms including plants, mammals, crocodiles, turtles, bivalves, gastropods, crabs and fishes. The paleoenvironment of deposition was shallow marine (estuarine, lagoonal and shallow subtidal) to fluvio-deltaic with strong fluvial influence (Aguilera et al., 2013; Moreno et al., 2015).

2.6. Chagres Formation

The Chagres Formation (Macdonald, 1915) is located at the northern region of Panama (Collins et al., 1996; Carrilo-Briceño et al., 2015). It presents three members (Toro, Rio Indio and Chagres Sandstone) characterized lithologically by well-developed echinoid-mollusk-barnacle coquina rocks, silty-sandstones and gray volcanic quartzose grains (Collins et al. 1996; Schwarzhans & Aguilera, 2013; Carrilo-Briceño et al., 2015). It is late Miocene (late Tortonian-Messinian) in age assigned by planktonic foraminifera associations (Collins et al., 1996; Carrilo-Briceño et al., 2015). The fossil assemblage from this unit consists in remains of mollusks, urchins, fishes and cetaceans, indicating predominantly a shallow-water depositional environment, but possibly influenced by upwelling events (Coates, 1999; Schwarzhans & Aguilera, 2013; Carrilo-Briceño et al., 2015; Pyenson et al., 2015).

3. Material and Methods

In the total, forty-six teeth were used: twenty-six of Pirabas Formation collected at limestones and marls levels found at B17 Mine (Capanema Municipality) and Atalaia's beach rocks (Salinópolis Municipality); four of Jimol Formation; three of Cantaure Formation; one of Castilletes Formation found near the base at (La Tienda, stratigraphic meter 72) a marly limestone bed; one of Caujarao Formation picked at Taratara member in a fossiliferous claystone level; one of Chagres Formation collected at Chagres Sandstone member deposits; ten of recent specimens from inner shelf waters of the Bragantina Zone. The fossil material from Brazil were collected during fieldworks executed between 2011 and 2013 at B17 Mine (Capanema Municipality) and

Atalaia's Beach (Salinópolis Municipality). The recent samples were provided by the Ichthyological and Paleontological collections of Museu Paraense Emilio Goeldi. All sharks studied here are presently distributed at the tropics and generally live in shallow tropical waters and above 21°C (Compagno, 1984; Dingerkus, 1987; Compagno et al., 2005). With the exception of the *Hemipristis* genera, all *taxa* still occur at the tropical region of eastern Amazonia (Compagno et al., 2005; Froese & Pauly, 2015). While it is possible that these individuals perform migrations through the water column until almost 300m depth for some species (Compagno et al., 2005), they more likely inhabit the upper 30m (Dingerkus, 1987). The fossil genera used here (*Hemipristis*, *Carcharhinus*, *Sphyrna* and *Galeocerdo*) are all Carcharhiniforms (Compagno et al., 2005) that were also utilized by Barrick et al. (1993) in their work at Miocene deposits from Maryland (EUA), and they were assigned as excellent indicators of near surface paleotemperatures. As lesser teeth were available from proto-Caribbean localities, only the *Hemipristis* genera was sampled. This is a key-species in understanding how global and/or regional changes could affect the ecological parameters of living organisms, for in the past (Miocene) their distribution was worldwide, but now is restricted to the Indian Ocean. They are generally smaller tropical sharks with smaller geographical ranges (Compagno, 1984; Compagno et al., 2005; Cappetta et al., 2012). Regarding the recent specimens, the bull shark *Carcharhinus leucas* is a good species to deal at Amazonian's hydrological configuration, for they are widespread in tropical and subtropical seas being the only wide-ranging shark species that penetrates far into freshwater systems up to 100 km (Compagno, 1984; Compagno et al., 2005). The sandtiger shark *Carcharias taurus* is likewise a coastal species usually inhabiting at the bottom mostly at 15-25m (Compagno et al., 2005). These two recent species are respectively Near Threatened and Vulnerable following FAO-IUCN Red List indications, and already recognized at Brazilian reports about sustainable use of over-exploited elasmobranches (SBEEL, 2005; Neto, 2011; IUCN, 2014). It is important to remember that all *taxa* here used present similar characteristics as the bull shark, but not so prominent. This called diadromous or euryhaline behavior is also shared by the other living representatives of fossil genera presented here (Compagno et al., 2005; Daclusi and Kerebel, 1980; Tillet et al., 2011). They use coastal areas, including estuaries and river systems in their distribution area, as a birthing site, nursery habitat or foraging grounds. In this case, here it is assumed the principle of analogy to realize biological considerations about the fossil genera sampled, by inferring that such conduct

of extant sharks is also reproduced by their relatives of the past (Compagno et al., 2005; Heupel et al., 2010). To assess if the samples were subject to post-depositional diagenetic overprints, stable isotope measurements of oxygen ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$) of structural carbonate in apatite were performed in order to compare with results of oxygen in phosphate ($\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$). Many authors evaluated the oxygen isotope fractionation in apatite between carbonate and phosphate structures (Iacumin et al., 1996; Zazzo et al., 2004; Lécuyer et al., 2010). While an exact value for ectothermic fishes is not possible, because they vary in agreement with temperatures, an approximate re-precipitation value is valid and here assumed ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3} - \delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4} \pm 9,1\%$, Vennemann et al., 2001). All teeth destined for geochemical investigation were cleaned in Milli-Q water in an ultrasonic bath to reduce sedimentary contamination. The enameloid was preferentially uptake but dentin remains are present in most of the fossil samples. For $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ isotope analysis, results from enameloid or dentin had no significant difference between structures in past studies (Vennemann et al., 2001; Kocsis et al., 2014). Therefore the bulk samples were powdered and homogenized in an agate mortar and pre-treated following the procedure of Koch et al. (1997). First the recent teeth were leached in 2,5% NaOCl for 24h to remove any possible residual organic matter. Subsequently that all samples were washed in 1M acetic acid-Ca acetate (pH = 4.5, 2h) to eliminate any exogenous carbonates. Between and after these steps we rinsed the samples several times in distilled and Milli-Q water. NBS-120c phosphorite reference material was prepared parallel with the batch. From this step the oxygen and carbon isotopic compositions of structural carbonate in phosphate ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$, $\delta^{13}\text{C}$) were directly analyzed on the pre-cleaned sample powders using a Gasbench II coupled to a Finnigan MAT Delta Plus XL mass spectrometer. The measured isotopic ratios were normalized to an in-house Carrara marble calcite standard calibrated against NBS-19. The analytical precision for this method is better than $\pm 0,1\%$ for O and C isotopes (Spotl & Vennemann, 2001). The isotopic values are expressed in δ -notation relative to VPDB (Vienna Pee Dee Belemnite). To obtain the phosphate oxygen isotopic composition ($\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$), a chemical separation of PO_4 group from other oxygen bearing ions in the apatite structure (CO_3 , OH) is needed. A silver phosphate precipitation method was applied modified after O'Neil et al. (1994) and Dettman et al. (2001), described in detail by Kocsis (2011). The $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ was analyzed on a TC/EA (high-temperature conversion elemental analyzer) (Vennemann et al., 2002) coupled to a Finnigan MAT Delta Plus XL mass spectrometer, where the silver phosphate is converted to CO at 1450 °C via reduction

with graphite. The results were corrected to a in-house Ag_3PO_4 phosphate standards (LK-2 L: 12,1‰ and LK-3 L: 17,9‰) that had better than $\pm 0,3\%$ (1σ) standard deviations during measurements. For the NBS-120c phosphorite reference material an average value of 21,4‰ $\pm 0,1\%$ ($n = 6$) was obtained. The isotope ratios will be expressed in the δ -notation relative to Vienna Standard Mean Ocean Water (VSMOW). All stable isotope analysis were performed in the stable isotope laboratory of the Institute of Earth Sciences at the University of Lausanne.

4. Results

The $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ values of all analyzed teeth at various localities and ages range between 18,9‰ to 21,4‰ (Table 1). The isotopic compositions of carbonate within apatite ($\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3}$) were compared with phosphate values and all are in the expected re-precipitation range suggesting no significant diagenetic overprint of the samples. The Pirabas sharks results range from 18,9‰ to 20,3‰, being higher in the *Sphyrna* (1,2‰) and *Galeocerdo* genera (0,9‰), and smaller for *Carcharhinus* and *Hemipristis* (0,6‰). The proto-Caribbean sharks isotopic composition are slightly enriched ranging from 19,8‰ to 20,8‰ and overlap with the upper limit of the $\delta^{18}\text{O}$ found for Pirabas sharks. The recent sharks values had the larger variation (1,8‰) ranging between 19,6‰ to 21,4‰, also overlapping with the higher limit of Pirabas sharks. All three groups of selachians had differences between their isotopic compositions (One-way ANOVA, Tukey's pairwise, Kruskal-Wallis, Mann-Whitney pairwise), even sampled in the same genera (*Hemipristis*) for Pirabas and proto-Caribbean sites. Two hypothesis to this pattern can be suggested, the first related to divergences in the specific environmental conditions of the locations (regional forcings), and the second associated to global or oceanographic patterns changes along the geological time will be further discussed. From here we will assign the following terms to debate the results: "Pirabean group" (Pirabas Formation sharks), "non-Pirabean group" (proto-Caribbean sharks) and "Recent group" (Recent Amazonian sharks).

5. Discussion

5.1. A Regional signal?

The $\delta^{18}\text{O}$ value of an individual teeth represents an instantaneous record at the geological scale of the waters from where the biogenic apatite was formed, responding

sensitively during their formation to the aqueous environment (Kolodny et al., 1983). Commonly sharks migrate long distances through life, but they show a tendency to return or stay in their home areas, natal (birth) sites or other adopted localities. This philopatry behavior (Mayr, 1963) that had been recently assigned for carcharhiniform sharks possibly were reproduced by the Pirabbean group, given the potential food resource of teleostean fishes described in the area complementing this supposition (Hueter et al., 2005; Aguilera et al., 2014; Chapman et al., 2015). If these selachians were coming from outer localities/waters, a larger variation or more positive results would be expected, as the Miocene sharks from Barrick et al (1993) provided. Interspecific $\delta^{18}\text{O}$ variability of extant specimens observed by Vennemann et al (2001) were up to 2.5‰, the double of obtained here considering fossils. The noticed internal variation could actually be influenced by seasonal, biological and global forcings that will be commented below. Therefore this consider coherent assume the $\delta^{18}\text{O}$ values of Pirabbean samples corresponding to at least a regional signal integrated over 3-4 Ma. The assessment of paleotemperatures from $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ in ectothermic fishes was earlier proposed by Longinelli & Nuti (1973a, b) and Kolodny et al (1983), developed after isotopic analysis performed in different species from freshwater and marine habitats. Based on these studies an equation that empirically represents the oxygen isotope fractionation between biogenic phosphate and water was suggested, revised later by Lécuyer et al (2013) [T (°C) = $117.4 - 4.5 \times (\delta^{18}\text{O}_{\text{phosphate}} - \delta^{18}\text{O}_{\text{water}})$]. For this study, it was considered an average oxygen isotope composition of seawater, which can be enriched due to evaporation in closed systems or depleted by freshwater input (Kocsis et al., 2015). In Amazonian coastal waters, studies suggested the river freshwater input as a more pronounced factor altering isotopic compositions, while evaporation compensates precipitation (Karr & Showers, 2002). To employ the calculation (Tabela 2), the values of $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ estimated were -0,5‰ for Early Miocene to Middle Miocene, 0‰ for Late Miocene and 0,5‰ to Recent (Billups & Schrag, 2002; Karr & Showers, 2002). The Pirabbean sharks paleotemperatures (Figura 3) range from 23,8°C to 30,1°C, being overlapped in the lower and upper limit by the Recent group measurements (23,4°C to 31,5°C), followed by minor colder values of the non-Pirabbean group (21,7°C to 26,2°C). In a first approximation, seems that the Pirabbean sharks still maintained their paleoecological preferences reflected in the Recent group results. These values matches well for both with paleotemperatures of 22°C to 32°C observed in extant and fossil euryhaline sharks analyzed in previous studies (Barrick et al., 1993;

Vennemann et al., 2001; Dera et al., 2009; Carlson et al., 2010; Fischer et al., 2012; Kocsis et al., 2015). The higher variation existent in the Recent group can be attributed to the change in the regional hydrological system after the establishment of Amazon delta fan. Karr & Showers (2002) verified the oxygen isotopic composition of the open ocean Amazon shelf waters and found a large variation up to 3‰ (-1‰ to 2‰) influenced by seasonal runoff changes. In the early Miocene marine setting of Pirabas, it was present mechanisms capable of mixing waters and cause the depletion of $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ such as sub-environments of lagoon and estuary described to the unit (Góes et al., 1990; Rossetti & Góes, 2004b; Rossetti et al., 2013; Aguilera et al., 2014). However, only in the late Miocene the strong fluvial influence affected the inner shelf waters of the Amazon Fan, imposing a larger variation in the $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ driven by the seasonal cycle of river mouth (Karr & Showers, 2002; Figueiredo et al., 2009). One approach to solve if brackish and/or freshwater affected the $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ values is the analysis of phosphate from bones and teeth of homeotherms (i. e. Sirenians) whose body temperature is relatively constant (Kolodny et al., 1983; Barrick et al., 1992, 1993; Lécuyer et al., 1996; Clementz et al., 2003; 2008). Thus, the isotherms (Figura 3) express that most of the $\delta^{18}\text{O}$ results of all groups of sharks are characteristic of marine ecosystem. It is interesting the fact that over 23 million of years from the early Miocene of Pirabas to the recent, these individuals maintained ecological niche preferences inhabiting this coastal environs, despite the biogeographical change in their settlement. They faced several sea-level and climatic changes in a paleoenvironment where gradationally a carbonatic-siliciclastic strata became siliciclastic along the Miocene evolution (Rossetti, 2006; Rossetti et al., 2013). These paleobiogeographic patterns can somehow demonstrate the occupation of tropical coastal region at different times and with different reconfigurations of paleoenvironmental and coast geography. This highlights the resilience of the group at a tropical coastal area in adapting themselves after a reconfiguration in the landscape. Among the studied *taxa*, only the *Hemipristis* genera does not occur in the Amazonian region. Identify if they were mainly regionally extinct by local (i. ex. successive marine transgressions/regressions) or global factors (i. ex. sea level fluctuations, climatic or oceanographic changes) is uncertain. They were present in geological units of the proto-Caribbean province until the Pliocene of Venezuela (Cubagua, Paraguaná, Punta Gavilán and San Gregorio Formations), Trinidad (Springvale Formation) and Costa Rica (Uscari, Curré and Río Banano Formations) (Aguilera, 2010). Their disappearance coincides next to the closure of the Panamanian

Seaway (Jackson & O'Dea, 2013; Leigh et al., 2013). If all Pirabbean *taxa* here examined interacted through the same ecosystem and *Hemipristis* were the only one to be extinct not only here but worldwide, they possibly are more susceptible to external disturbances in a ecosystem, through direct effect on species and/or disrupting the abiotic components of biophysical processes (Hull & Darroch, 2013;). In nowadays the only living species *Hemipristis elongata* is already classified by IUCN Red List as Vulnerable due to over-exploitation in the search of meat and fins, adding a extra disturbance such indirect impacts from climate change this designation may soon become worse in coming years (Compagno et al., 2005; IUCN, 2014). In the Pirabbean group results, the *Carcharhinus* genera had the lower variation together with *Hemipristis*, but these sharks currently presents numerous species with small to large sized bodies and short to great habitat ranges (Compagno, 1984; Compagno et al., 2005). It is difficult only by the fossil teeth to determine which kind of designation our *taxa* belong to. Modern individuals of the *Sphyrna* genera also have similar population dynamics akin *Carcharhinus*: there are species of large and small sizes/migratory distances. However, their isotopic compositions in contrast to *Carcharhinus* provided the higher variation of values with the two coldest values (SM-I and SM-IV) of paleotemperatures from the Pirabbean group. Meanwhile, *Galeocerdo* specimens here studied are the middle-term of this variation. One of the issues in this work is to determine the reason of the observed variability between different groups of sharks if they were subject to the same environmental conditions. A possible explanation for the contrast of the isotope signals can be attributed to distinct biological traits of these animals. For example, hammerhead sharks of *Sphyrna* genera (Family: Sphyrnidae) despite being coastal and piscivorous akin other Carcharhinids, usually are more oceanic, having predilection in foraging near the bottom, thus corroborating with the cooler paleotemperatures here obtained (Compagno, 1984; Klimley, 1993; Lessa & Almeida, 1998; Lessa et al., 1998; Oliveira et al., 2008; Bessudo et al., 2011a). In another way, tiger sharks (*Galeocerdo*) are broad-sized individuals that perform long migrations (up to 8000km) and consume a wide variety of prey, including teleosts, elasmobranchs, mollusks, crustaceans, reptiles, birds and mammals (Compagno et al., 2005; Meyer et al., 2009; Holmes et al., 2014). However, researches in this *taxon* found that they spend a considerable part of his time in the first 5 meters of the water column, therefore swimming in narrow temperature gradients (Vaudo et al., 2014). Because they have a high migratory nature and ample bathymetric depths (occurring until 300m)

contrasted by his constant presence on the surface, this group presented its isotopic variation among the oceanic sharks (*Sphyrna*) and those with small/medium body size and short habitat ranges (*Hemipristis*). Another factor favoring the presence of tiger sharks in surface waters of Pirabas Formation may be due to dietary predilections. At this geological unit, sirenians fossils are usually found in the same stratigraphic levels of sharks debris and probably were consumed by certain species (Paula-Couto, 1967; Toledo & Domning, 1989). These marine mammals are one more food resource frequently associated to shallow-water environments (photic zone) where seagrasses develop (Domning, 2001; Vélez-Juarbe, 2014). Studies in recent specimens at Australia relates this group to marine meadows to hunt dugongs (*Sirenia*), justify the ecological dynamics here suggested (Heithaus et al., 2002). At last, the eight samples analyzed of the *Carcharhinus* genus provided isotopic compositions of low variation. Although it is not possible determine which are the specific biological characteristics of the specimens sampled here, the used teeth would be compatible with individuals smaller than 3m (Purdy et al., 2001). Thus, for displaying similar values to *Hemipristis* sharks, they must possess environmental dynamics similar to these, more restricted geographically and of shorter migrations. These inferences still need further investigation using statistically tests on larger datasets, nevertheless, movement patterns of sharks are commonly applied to understand the nature of isotopic variations (Fischer et al., 2012, 2013a, b; Léuzinger et al., 2015; Kocsis et al., 2014; 2015). The geochemical considerations here realized endorsed by paleontological contributions over-time about ecological traits of Pirabean sharks hints that as least some species used the eastern Amazonian coastal zone as a paleonursery area (Santos & Travassos, 1960; Santos & Salgado, 1971; Oliveira et al., 2008; Costa et al., 2004, 2009). Several factors are essential to adopt a nursery area. These are generally nearshore habitats with shallow waters (i. ex. lagoons and estuaries), but only the occurrence of juvenile sharks in such ambiances are not enough to assign one place as nursery. It also involves offer a lower predation risk (consequently low mortality rates), and provide ample resources for growth and survival of young individuals (Heupel et al., 2007; Heithaus, 2007). Moreover, what mostly differentiates from birthing sites is the adult recruitment, which renews the production of nursery areas. The aforementioned concept of philopatry also sustain the choice of selachians in selecting nursery areas. In general this evolutionary feature contributes to the association of birthing areas within return sites, where sharks look to revisit after migratory events (Heupel et al., 2007; Heithaus, 2007; Chapman et al., 2015). The

geochemical regional signal here considered alone is insufficient to assign the philopatric concept to the Pirabbean group sharks, however it indicates that the possible areas of distribution of the *taxa* here assessed were close to the Amazonian coastal zone. Large species such as the bull shark even swimming distances up to 2000 km in some cases, generally present movement patterns close to their areas of occurrence of about 1000 km, depending of the region where they live and which strategies are adopted by them to forage or reproduce. Smaller species are even more restricted geographically, and these distances would be in the acceptable range of the adjacent coastal zone of Pirabas Formation (Papastamastiou et al., 2010; Bessudo et al 2011b; Daly et al., 2014; Legare et al 2015; Espinoza et al., 2016). Other factors are also essential for the assignment of a nursery, and while it is not possible check all required variables for fossil paleocommunities some characteristics are observed in the Pirabas Formation: the paleoenvironment as the shelter sub-environments of lagoons, estuaries and mangroves and the diverse prey faunal composition (Toledo & Domning et al., 1989; Costa et al., 2004; Rossetti et al., 2013; Aguilera et al., 2013; 2014). In current days, *Carcharhinus* and *Sphyrna* specimens were already identified as using the coastal zone eastern Amazonia as nursery grounds (SBEEL, 2005). Further studies in recent specimens can improve these approaches by observing how other unassigned living sharks interact within along the Amazonian coast.

5.2. Global and oceanographic forcing over the conditions

One of the analysis points are the distinct chemical signatures between Pirabbean and non-Pirabbean group. As stated before, the isotopic values of $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ present in shark's teeth are in function of temperature and $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$. The global trends of both variables fluctuated along the geological time. From the Miocene to Recent, there was a general cooling tendency of planetary temperatures, accompanied by oxygen isotopic enrichment of water. At the same time, Antarctic and North Hemisphere ice-sheets took place in the poles, while the sea-level declined gradually since this epoch (Haq et al., 1987; Miller et al., 1996; Lear et al., 2000; Zachos et al., 2001; Billups & Schrag, 2002). Even with preliminary data for the middle Miocene (sample: HC-IV) and late Miocene (samples: HC-V, HC-X), we compared the results to robust estimations of paleotemperatures and $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ provided from benthic foraminifera (Lear et al., 2000; Zachos et al., 2001; Billups & Schrag, 2002). The Oligocene-Miocene boundary is marked by the Mi1-Glaciation, but right after a period of relative global warmth during the early Miocene took place (Zachos et al., 2001; Billups & Schrag,

2002). The Pirabbean group comprises the Aquitanian-early Burdigalian Miocene and yielded hotter temperatures and more negative isotopic values (Figura 4) than non-Pirabbean sharks of Jimol and Cantaure formations, which are in the Burdigalian Miocene. This was not expected, since temperature and $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ changes between the early Miocene stages are not so strong (less than 2°C) (Lear et al., 2000; Zachos et al., 2001; Billups & Schrag, 2002). Moreover the Cantaure formation results presented the overall variation observed in the non-Pirabbean group (19,8‰ to 20,8‰), differently from the Jimol formation specimens (19,8‰ to 20,1‰). For geological units that are age correlated (Moreno et al., 2015) analyzed in a small ranging *taxon* (*Hemipristis*), there should be different specific environmental conditions between localities affecting regionally their isotopic composition (enhanced evaporation/freshwater input). Towards the middle Miocene, a single specimen from Castilletes formation (HC-IV) recorded the hotter limit of non-Pirabbean group ($26,2^{\circ}\text{C}$), reciprocal to the Climatic Optimum that warmed temperatures until ~ 14 ma (Lear et al., 2000; Zachos et al., 2001). At last the late Miocene samples (HC-V, HC-X: 20,6‰) are around late Tortonian-Messinian (Chagres and Caujarao formations), in the meantime a cooling trend were occurring due to reestablishment of a major ice-sheet on Antarctica (Zachos et al., 2001). Consequently the $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ mean values increased and sea level dropped, reflecting in the enhancement of the isotopic results during this time series (Haq et al., 1987; Billups & Schrag, 2002). For this work it is followed a line of reasoning similar to Barrick et al. (1993), whom compared the oxygen isotopic compositions with global parameters and their fluctuations, starting from the early to late Miocene. In this case, instead of sea level variations, the results were compared to global variations of $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ and temperature, where one more time agreements and disagreements are observed. However, here the continuous isotopic enrichment $\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$ here seems more pronounced variable: over geological time, the compositions of $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ in the analyzed sharks were apparently more positive (with the exception of the middle Miocene), it being also expressed in the results of the group Recent isotopes. As the last point of analysis, should be now considered other forcings influencing the specific conditions between the Pirabbean and non-Pirabbean group. There is a common feature shared only by the non-Pirabbean group. Water masses that they inhabited in Caribbean shelf environments were subject to a strong upwelling input comparable to the Pacific today (Jackson & O'Dea, 2013). Geomorphological features (Aguilera, personal communication) and the occurrence of cold-water associated fauna for some localities also support this assumption (Aguilera

& Rodrigues de Aguilera, 2001). The Panamanian Seaway was open until ~4.5 ma, therefore all units possibly recorded episodes where these deep-water cells passed to the proto-Caribbean Sea (Figura 5). Meanwhile the Pirabas formation is typical of shallow-water paleo-environments with very little influence from cold water masses (Aguilera et al., 2014). Isotopic measurements of sharks justifying the existence of upwelling events were already achieved at Peru (Amiot et al., 2008). Most of non-Pirabbean selachians paleotemperatures were next to the lower limit (23°C) or in colder conditions than Pirabbean group, although assume a effect of upwelling easing water temperatures of all samples is premature. It is not possible to measure the strength of each variable over the isotopic results, they could've acted together in various scales at different geological ages. In any case, our results are in accordance with statistical tests inferences, the Pirabbean and non-Pirabbean sharks present specific and unique features between the acknowledged subprovinces (Proto-Caribbean x Tropical Western Central Atlantic, Aguilera et al., 2012). Best assumptions can arise from additional analysis realized in larger datasets.

6. Summary and conclusions

Oxygen isotope analysis of several Miocene and Recent sharks teeth from South and Central America were employed. The phosphate bounds of their biogenic apatites demonstrate reliable results, supported by the expected offset observed in stable isotope measurements of structural carbonate verified for all specimens. At first, three distinct groups were separated accordingly origin and differences between isotopic signals: Pirabbean group, non-Pirabbean group and the Recent group. The northern Brazil represent the larger set of samples and comparisons among fossil and living organisms lead to interesting paleoecological assumptions. Before the establishment of the Amazon Fan, inner shelf waters where these animals inhabited recorded a smaller variation than modern values. This divergency between isotopic compositions could be due to the coastal re-configuration with the arrival of Amazon river runoff to the Atlantic Ocean, imposing a higher outflow of oxygen depleted at the mouth. The preference of selachians in maintaining habitats of similar environmental settings can attest their high resilience degree and adaptative strategies along the geological time. Moreover, recognizing the philopatry concept to this region potentially may indicate a paleonursery area in Amazonian coastal waters during the Miocene past. Sheltering

landscapes capable of reduction predation risk (mangroves, estuaries, lagoons) and a diverse food resource (crustaceans, bony and cartilaginous fishes, marine mammals) that are described for the Pirabas formation also corroborates this possibility. Similar paleoenvironmental settings are detected in other proto-Caribbean localities, however the non-Pirabean group reflected minor enriched isotopic compositions characteristic of cooler conditions. Global pattern changes capable of modifying the isotopic variables were taken in account, and they provided conformities in the obtained values. The oceanographic influences should be considered as a third forcing involved in the verified isotopic compositions. The proto-Caribbean Sea received until ~4.5 ma upwelling events carrying deep cold-water cells, differently from the typical shallow-water paleo-environments of the Pirabas formation. The geochemical tools here used even not determining specifically the magnitude of each forcing, allowed to distinguish unique traits between those sharks. Further works dealing with larger datasets for recent and fossil specimens can better refine the proposed hypothesis. Regardless, the information here interpreted emphasizes the importance of executing multidisciplinary contributions to better comprehend past dynamics.

7. References

- Aguilera, O., & Rodrigues de Aguilera, D., 2001. An exceptional coastal upwelling fish assemblage in the Caribbean Neogene. *Journal of Paleontology*, 75 (3), 732–742. DOI: 0022-3360/01/0075-732\$03.00
- Aguilera, O., 2010. Peces fósiles del Caribe de Venezuela. In: *GeoBio Consultores* (Ed.), Washington, DC: Gorham Printing. 255 p.
- Aguilera, O., & Lundberg, J., 2010. Venezuelan Caribbean and Orinocoan Neogene fish. In Sánchez-Villagra, M., Aguilera, O., Carlini, F., (Eds.), *Urumaco and Venezuelan paleontology*. Indiana: Indiana Press University, 129–152.
- Aguilera, O., Rodrigues de Aguilera, D., Vega, F. J., Sánchez-Villagra, M., 2010. Mesozoic and Cenozoic decapod crustaceans from Venezuela and related ichnofossils. In Sánchez-Villagra, M., Aguilera, O., Carlini, F. (Eds.), *Urumaco and Venezuelan*

paleontology: The fossil record of the Northern Neotropics, Indiana: Indiana Press University. 103–128.

Aguilera, O., Ramos, M.I., Paes, E., Costa, S., Sanchez-Villagra, M., 2011. The Neogene Tropical America fish assemblage and the palaeobiogeography of the Caribbean region. *Swiss J. Palaeontol.* 130, 217-240. DOI: 10.1007/s13358-011-0020-9

Aguilera, O., Paes, E., 2012. The Pirabas Formation (Early Miocene from Brazil) and the Tropical Western Central Atlantic Subprovince. *Bol. do Mus. Para. Emílio Goeldi, serie Cienc. Nat.* 7, 29-45.

Aguilera, O., Moraes-Santos, H., Costa, S., Fumio, O., Jaramillo, C., Nogueira, A., 2013. Ariid sea catfishes from the coeval Pirabas (Northeastern Brazil), Cantaure, Castillo (Northwestern Venezuela) and Castilletes (North Colombia) formations (Early Miocene), with description of three new species. *Swiss J. Paleontol.* 1, 45-68. DOI 10.1007/s13358-013-0052-4

Aguilera, O., Schwarzahns, W., Moraes-Santos, H., Nepomuceno, A., 2014. Before the flood: Miocene otoliths from eastern Amazon Pirabas Formation reveal a Caribbean-type fish fauna. *Journal of South American Earth Sciences.* 56, 422-446. DOI: 10.1016/j.jsames.2014.09.021

Amiot, R., Gohlich, U. B., Lécuyer, C., Muizon, C., Cappetta, H., Fourel, F., Héran, M., Martineau, F., 2008. Oxygen isotope compositions of phosphate from Middle Miocene–Early Pliocene marine vertebrates of Peru. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 264, 85–92. DOI:10.1016/j.palaeo.2008.04.001

Barrick, R. E., Fischer, A. G., Kolodny, Y., Luz, B., Bohaska, D., 1992. Cetacean Bone Oxygen Isotopes as Proxies for Miocene Ocean Composition and Glaciation. *Palaios*, v. 7(5), 521-531. DOI: 10.2307/3514849

Barrick, R. E., Fischer, A. G., Bohaska, D. J., 1993. Paleotemperatures versus Sea Level: Oxygen isotope signal from fish bone phosphate of the Miocene Calvert Cliffs, Maryland. *Paleoceanography.* v. 8(6), 845-858. DOI: 10.1029/93PA01412

Bessudo, S., Soler, G. A., Klimley, P. A., Ketchum, J., Arauz, R., Hearn, A., Guzmán, A., Calmettes, B. 2011a. Vertical and horizontal movements of the Scalloped Hammerhead Shark (*Sphyrna lewini*) around Malpelo and Cocos Island (Tropical Eastern Pacific) using Satellite Telemetry. *Boletín de Investigaciones Marinas y Costeras*, 40: 91-106.

Bessudo, S., Soler, G. A., Klimley, A. P., Ketchum, J. T., Hearn, A., Arauz, R. 2011b. Residency of the scalloped hammerhead shark (*Sphyrna lewini*) at Malpelo Island and evidence of migration to other islands in the Eastern Tropical Pacific. *Environmental Biology of Fishes*, 91 (2): 165-176. DOI: 10.1007/s10641-011-9769-3

Beurlen, K., 1958a. Contribuição a paleontología do estado do Para. Crustáceos decápodes da Formação Pirabas. *Bol. do Mus. Para. Emilio Goeldi, série Geol.* 5, 1-48.

Beurlen, K., 1958b. Contribuição a paleontología do estado do Pará. Um balanomorfo da Formação Pirabas. *Bol. do Mus. Para. Emilio Goeldi, Nova série Geológica* 6, 1-6.

Billups, K., Schrag, D. P., 2002. Paleotemperatures and ice volume of the past 27 Myr revisited with paired Mg/Ca and $^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ measurements on benthic foraminifera. *Paleoceanography*, v. 17 (1), 3-1-3-11. DOI: 10.1029/2000PA000567

Blow, H. W., 1969. Late Middle Eocene to recent planktonic foraminiferal biostratigraphy. In: *Proceedings, 1st International Conference on Planktonic Microfossils: Leiden, Netherlands, Brill*, 199-421.

Burgl, H., 1960. Geología de la Península de La Guajira: Servicio Geológico Nacional de Colombia. *Boletín de Geología*, 6 (1-3), 129-168.

Cappetta, H. 2012. Chondrichthyes II: Mesozoic and cenozoic Elasmobranchii: teeth. In: *Schultze, H. P. (Ed.), Handbook of Paleoichthyology, vol. 3E. Verlag Dr. Friedrich Pfeil, München, p. 512*

Carrilo-Briceño, J. D., Gracia, C., Pimiento, C., Aguilera, O. A., Kindlimann, R., Santamarina, P., Jaramillo, C., 2015. A new Late Miocene chondrichthyan assemblage from the Chagres Formation, Panama. *Journ. of South Amer. Ear. Scie.* 60, 56-70. DOI: 10.1016/j.jsames.2015.02.001

Carlson, J. K., Ribera, M. M., Conrath, C. L., Heupel, M. R., Burgess, G. H., 2010. Habitat use and movement patterns of bull sharks *Carcharhinus leucas* determined using pop-up satellite archival tags. *Journal of Fish Biology* 77 (3), 661–675. DOI:10.1111/j.1095-8649.2010.02707.x

Chapman, D. D., Feldheim, K. A., Papastamatiou, Y. P., Hueter, R. E., 2015. There and Back Again: A Review of Residency and Return Migrations in Sharks, with Implications for Population Structure and Management. *Annu. Rev. Mar. Sci.* 7, 547-570. DOI: 10.1146/annurev-marine-010814-015730

Clementz, M. T., Hoppe, K. A., Koch, P. L., 2003. A paleoecological paradox: the habitat and dietary preferences of the extinct tethythere *Desmostylus*, inferred from stable isotope analysis. *Paleobiology*, 29(4), 506-519. DOI: 10.1666/0094-8373(2003)029<0506:APPTHA>2.0.CO;2

Clementz, M. T., Holroyd, P. A., Koch, P. L., 2008. Identifying aquatic habits of herbivorous mammals through stable isotope analysis. *Palaios*, v. 23, 574-585. DOI: 10.2110/palo.2007.p07-054r

Coates, A. G., 1999. Lithostratigraphy of the Neogene strata of the Caribbean coast from Limon, Costa Rica, to Colon, Panama. In: Collins, L. S., Coates, A. G. (Eds.), *A Paleobiotic Survey of Caribbean Faunas from the Neogene of the Isthmus of Panama*, 357. *Bulletins of American Paleontology*, Ithaca, New York, 17-40.

Collins, L. S., Coates, A. G., Berggren, W. A., Aubry, M. P., Zhang, J. J., 1996. The Late Miocene Panama isthmian strait. *Geology*, 24, 687-690. DOI: 10.1130/0091-7613(1996)024<0687:TLMPIS>2.3.CO;2

Compagno, L. J. V., 1984. FAO Fisheries Synopsis 125, Species Catalogue Vol. 4, Sharks of the world, Parts 2 Carcharhiniformes. Food and Agriculture Organization (FAO) of the United Nations, 251-655.

Compagno, L.; Dando, M.; Fowler, S., 2005. Sharks of the World. Princeton University Press, Princeton and Oxford. 368 p.

Costa, S. A. F., Toledo, P. M., Moraes-Santos, H. M., 2004. Paleovertebrados. In: Rossetti, D. F., Góes, A. M. (Eds.), O Neógeno da Amazônia Oriental. Museu Paraense Emílio Goeldi (Friedrich Katzer Collection), Belém, Pará, 135–166.

Costa, S., Ritcher, M., Toledo, P. M., Moraes-Santos, H., 2009. Shark teeth from Pirabas Formation (Lower Miocene), northeastern Amazonia, Brasil. Bol. do Mus. Para. Emilio Goeldi ser. Geociênc. 4, 221-230.

Daclusi, G., Kerebel, L. M., 1980. Ultrastructural study and comparative analysis of fluoride content of enameloid in sea-water and fresh-water sharks. Arch. Oral Biol. 25, 145-151. DOI: 10.1016/0003-9969(80)90013-8

Daly, R., Smale, M. J., Cowley, P. D., Froneman, P. W. 2014. Residency Patterns and Migration Dynamics of Adult Bull Sharks (*Carcharhinus leucas*) on the East Coast of Southern Africa. PLoS ONE 9(10), 11 p. DOI:10.1371/journal.pone.0109357

Dera, G., Pucéat, E., Pellenard, P., Neige, P., Delsate, D., Joachimski, M. M., Reisberg, L., Martinez, M., 2009. Water mass exchange and variations in seawater temperature in the NW Tethys during the Early Jurassic: evidence from neodymium and oxygen isotopes of fish teeth and belemnites. Earth and Planetary Science Letters. 286, 198–207. DOI: 10.1016/j.epsl.2009.06.027

Dettman, D. L., Kohn, M. J., Quade, J., Ryerson, F. J., Ojha, T. P., Hamidullah, S., 2001. Seasonal stable isotope evidence for a strong Asian monsoon throughout the past 10.7 m.y. Geology 29, 31–34. DOI: 10.1130/0091-7613(2001)029<0031:SSIEFA>2.0.CO;2

Díaz de Gamero, M. L., 1974. Microfauna y edad de la Formación Cantaure, Península de Paraguaná, Venezuela. *Boletín Informativo de la Asociación Venezolana de Geología, Minería y Petróleo*, 17, 41–47.

Dingerkus, G., 1987. Shark distribution. In: Stevens, J. G (Ed.), *Sharks. Facts on File*, New York, 36-50.

Domning, D. P., 2001. Sirenians, seagrasses, and Cenozoic ecological change in the Caribbean. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology* 166, 27-50. DOI: 10.1016/S0031-0182(00)00200-5

Espinoza, M., Heupel, M. R., Tobin, A. J., Simpfendorfer, C. 2016. Evidence of Partial Migration in a Large Coastal Predator: Opportunistic Foraging and Reproduction as Key Drivers? *PloS ONE*, 11(2). DOI: 10.1371/journal.pone.0147608

Esteves, J., E. Villalta, 1989. Estratigrafía de una zona ubicada entre Sabaneta y Coro, distrito Miranda, estado Falcón. Trabajo Especial de Grado, Universidad Central de Venezuela, 123 p.

Fernandes, J. M. G., 1988. Biostratigraphy of Pirabas Formation, Pará state. In: 35° Brazilian Congress of Geology, vol. 1. *Anais da Academia Brasileira de Ciências*, 2376-2382.

Fernandes, M. J. G., Távora, V. A., 1990. Estudo dos Foraminíferos da Formação Pirabas procedentes do furo CB- UFPa-P1(85), município de Capanema, Estado do Pará. *An. do 36° Congr. Bras. Geol.* 1, 470-475.

Ferreira, C. S., 1982. Notas estratigráficas sobre o Cenozóico marinho do Estado do Pará. *Proc. 1o Simpósio de Geologia Amazônia, Belém, PA*, 1, 84–88.

Figueredo, J., Hoorn, C., van der Ven, P., Soares, E., 2009. Late Miocene onset of the Amazon River and the Amazon deep-sea fan: Evidence from the Foz do Amazonas Basin. *Geology* v. 37 (7), 619-622. DOI: 10.1130/G25567A.1

Fischer, J., Voigy, S., Franz, M., Schneider, J. W., Joachimski, M. M., Tichomirowa, M., Gotze, J., Furrer, H., 2012. Palaeoenvironments of the late Triassic Rhaetian Sea: Implications from oxygen and strontium isotopes of hybodont shark teeth. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 353–355, 60–72. DOI:10.1016/j.palaeo.2012.07.002

Fischer, J., Schneider, J. W., Voigt, S., Joachimski, M. M., Tichomirowa, M., Tutken, T., Gotze, J., Berner, U., 2013a. Oxygen and strontium isotopes from fossil shark teeth: Environmental and ecological implications for Late Palaeozoic European basins. *Chemical Geology*, 342, 44–62. DOI: 10.1016/j.chemgeo.2013.01.022

Fischer, J., Schneider, J. W., Hodnett, J. M., Elliott, D. K., Johnson, G. D., Voigt, S., Joachimski, M. M., Tichomirowa, M., Gotze, J., 2013b. Stable and radiogenic isotope analysis on shark teeth from the Early to the Middle Permian (Sakmarian - Roadian) of the southwestern USA. *Historical Biology*. v. 26 (6), 710-727. DOI: 10.1080/08912963.2013.838953

Góes, A. M., Rossetti, D., Nogueira, A., Toledo, P. M., 1990. Modelo deposicional preliminar da Formação Pirabas no Nordeste do Estado do Pará. *Bol. do Mus. Para. Emilio Goeldi, série Cienc. Terra* 2, 3-15.

Haq, B. U., Hardenbol, J., Vail, P. R., 1987. Chronology of Fluctuating Sea Levels Since the Triassic. *Science* v. 235, 1156-1167. DOI: 10.1126/science.235.4793.1156

Heithaus, M. R., Dill, L. M., Marshall, G. J., Buhleier, B., 2002. Habitat use and foraging behavior of tiger sharks (*Galeocerdo cuvier*) in a seagrass ecosystem. *Mar. Biol.* 140, 237-248. doi: 10.1007/s00227-001-0711-7

Heithaus, M. R., 2007. Nursery areas as essential shark habitats: A theoretical perspective. In: McCandless, C. T., Kohler, N. E., Pratt Jr., H. L. (Eds.), *Shark Nursery Grounds of the Gulf of Mexico and the East Coast Waters of the United States*. American Fisheries Society Symposium 50, 3-13.

Hendy, A. J. W., Jones, D. S., Moreno, F., Zapata, V., Jaramillo, C., 2015. Neogene molluscs, shallow marine paleoenvironments, and chronostratigraphy of the Guajira Peninsula, Colombia. *Swiss J. Paleontol.* 134, 45-75. DOI: 10.1007/s13358-015-0074-1

Heupel, M. R., Carlson, J. K., Simpfendorfer, C. A., 2007. Shark nursery areas: concepts, definition, characterization and assumptions. *Mar. Ecol. Prog. Ser.* v. 337, 287-297. DOI: 10.3354/meps337287

Heupel, M. R., Yeiser, B. G., Collins, A. B., Ortega, L., Simpfendorfer, C. A., 2010. Long-term presence and movement patterns of juvenile bull sharks, *Carcharhinus leucas*, in an estuarine river system. *Mar. Freshw. Res.* 61, 1–10. DOI: 10.1071/MF09019

Holmes, B. J., Pepperell, J. G., Griffiths, S. P., Jaine, F. R. A., Tibbetts, I. R., Bennett, M. B., 2014. Tiger shark (*Galeocerdo cuvier*) movement patterns and habitat use determined by satellite tagging in eastern Australian waters. *Mar. Biol.* 161 (11), 2645-2658. DOI: 10.1007/s00227-014-2536-1

Hueter, R. E., Heupel, M. R., Heist, E. J., Keeney, D. B., 2005. Evidence of philopatry in sharks and implications for the management of shark fisheries. *J. Northw. Atl. Fish. Sci.* 35, 239-247. DOI: 10.2960/J.v35.m493

Hull, P., & Darroch, S. A. F., 2013. Mass extinctions and the Structure and Function of Ecosystems. In: Bush, A. M., Pruss, S. B., Payne, J. L. (Eds.), *Ecosystem Paleobiology and Geobiology*. The Paleontological Society Papers, v. 19, 42 p.

Hunter, V. F., & Bartok, P., 1974. The age and correlation of the tertiary sediments of the Paraguaná Peninsula, Venezuela. *Boletín Informativo de la Asociación Venezolana de Geología, Minería y Petróleo*, 17, 143–154.

IUCN 2015. The IUCN Red List of Threatened Species. Version 2015-4. <<http://www.iucnredlist.org>>. Downloaded on 19 November 2015.

Jackson, J., O'Dea, A., 2013. Timing of the Oceanographic and Biological isolation of the Caribbean Sea from the Tropical Eastern Pacific Ocean. *Bulletin of Marine Science*. 89 (4), 779-800. DOI: 10.5343/bms.2012.1096

Jung, P., 1965. Miocene mollusca from the Paraguaná Peninsula, Venezuela. *Bulletins of American Paleontology*, 49, 389–652.

Karr, J. D., Showers, W. J., 2002. Stable oxygen and hydrogen isotopic tracers in Amazon shelf waters during Amassed. *Oceanologia Acta*. 25, 71-78. DOI: 10.1016/S0399-1784(02)01183-0

Klimley, A. P. 1993. Highly directional swimming by scalloped hammerhead sharks, *Sphyrna lewini*, and subsurface irradiance, temperature, bathymetry, and geomagnetic field. *Marine Biology*, 117. 1-22. DOI: 10.1007/BF00346421

Koch, P. L., Tuross, N., Fogel, M. L., 1997. The effects of sample treatment and diagenesis on the isotopic integrity of carbonate in biogenic hydroxylapatite. *J. Archaeol. Sci.* 24, 417–429. DOI: 10.1006/jasc.1996.0126

Kocsis, L., Vennemann, T. W., Fontignie, D., 2007. Migration of sharks into freshwater systems during the Miocene and implications for Alpine paleoelevation. *Geology*. v. 35, (5) 451-454. DOI: 10.1130/G23404A.1

Kocsis, L., Vennemann, T. W., Hegner, E., Fontignie, D., Tutken, T., 2009. Constraints on Miocene oceanography and climate in the Western and Central Paratethys: O-, Sr-, and Nd-isotope compositions of marine fish and mammal remains. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*. 271, 117-129. DOI: 10.1016/j.palaeo.2008.10.003

Kocsis, L. 2011. Geochemical Compositions of Marine Fossils as Proxies for Reconstructing Ancient Environmental Conditions. *Chimia*, v. 65, n. 10. p. 787-791. DOI: 10.2533/chimia.2011.787

Kocsis, L., Gheerbrant, E., Mouflih, M., Cappetta, H., Yans, J., Amaghazaz, M., 2014. Comprehensive stable isotope investigation of marine biogenic apatite from the late

Cretaceous-early Eocene phosphate series of Morocco. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*. 394, 74-88. DOI: 10.1016/j.palaeo.2013.11.002

Kocsis, L., Vennemann, T. W., Ulianov, A., Brunnschweiler, J. M., 2015. Characterizing the bull shark *Carcharhinus leucas* habitat in Fiji by the chemical and isotopic compositions of their teeth. *Environmental Biology Fishes*. v. 96 (3) 14 p. DOI 10.1007/s10641-015-0386-4

Kolodny, Y., Luz, B., Navon, O., 1983. Oxygen isotope variations in phosphate of biogenic apatites, I. Fish bone apatite-rechecking the rules of the game. *Earth Planet. Sci. Lett.* 64, 398-404. DOI:10.1016/0012-821X(83)90100-0

Lear, C. H., Elderfield, H., Wilson, P. A., 2000. Cenozoic Deep-Sea Temperatures and Global Ice Volumes from Mg/Ca in Benthic Foraminiferal Calcite. *Science* 287, 269-272. doi: 10.1126/science.287.5451.269

Lécuyer, C., Grandjean, P., Paris, F., Robardet, M., Robineau, D., 1996. Deciphering "temperature" and "salinity" from biogenic phosphates: the $\delta^{18}\text{O}$ of coexisting fished and mammals of the Middle Miocene sea of western France. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*. 126, 61-74. DOI:10.1016/S0031-0182(96)00070-3

Lécuyer, C., Amiot, R., Touzeau, A., Trotter, J., 2013. Calibration of the phosphate $\delta^{18}\text{O}$ thermometer with carbonate-water oxygen isotope fractionation equations. *Chemical Geology*. 347, 217-226. DOI: 10.1016/j.chemgeo.2013.03.008

Legare, B., Kneebone, J., Deangelis, B., Skomal, G. 2015. The spatiotemporal dynamics of habitat use by blacktip (*Carcharhinus limbatus*) and lemon (*Negaprion brevirostris*) sharks in nurseries of St. John, United States Virgin Islands. *Mar Biol.* 162. 699-716. DOI 10.1007/s00227-015-2616-x

Leigh, E. G., O'Dea, A., Vermeij, G. J., 2013. Historical biogeography of the Isthmus of Panama. *Biol. Rev.* 89, 148-172. DOI: 10.1111/brv.12048

Lessa, R. P. & Almeida, Z. 1998. Feeding habits of the Bonnethead Shark, *Sphyrna tiburo*, from Northern Brazil. **Cybium**, 22(4). 383-394.

Lessa, R. P., Menni, R. C., Lucena, F. 1998. Biological observations on *Sphyrna lewini* and *S. tudes* (Chondrichthyes, Sphyrnidae) from Northern Brazil. **Vie et Milieu**, 48(3). 203-213.

Leuzinger, L., Kocsis, L., Billon-Bruyat, J. P., Spezzaferri, S., Vennemann, T., 2015. Stable isotope study of a new chondrichthyan fauna (Kimmeridgian, Porrentruy, Swiss Jura): an unusual freshwater-influenced isotopic composition for the hybodont shark *Asteracanthus*, *Biogeosciences Discuss.* 12, 12899-12921. doi:10.5194/bgd-12-12899-2015

Longinelli, A., Nuti, S., 1973a. Revised phosphate-water isotopic temperature scale. *Earth Planet. Sci. Lett.* 19, 373-376. DOI: 10.1016/0012-821X(73)90088-5

Longinelli, A., Nuti, S., 1973b. Oxygen isotope measurements of phosphate from fish teeth and bones. *Earth Planet. Sci. Lett.* 20, 337-340. DOI: 10.1016/0012-821X(73)90007-1

Macdonald, D.F., 1915. Some engineering problems of the Panama Canal and their relation to the geology and topography. *U. S. Bureau Mines Bull.* 86, 88.

Marengo, J. A. Mudanças Climáticas Globais e seus Efeitos sobre a Biodiversidade, caracterização do clima atual e definição das alterações climáticas para o território brasileiro ao longo do século XXI. 2a Edição, Ministério do Meio Ambiente, Secretaria de Biodiversidade e Florestas. Brasília. 82 p. 2007.

Maury, C. J., 1925. Fósseis terciários do Brasil com descrição de novas formas Cretáceas. In: Serviço Geológico e Mineralógico do Brasil (Monografia 4), Rio de Janeiro. 665 p.

Mayr, E. 1963. *Animal Species and Evolution*. Cambridge, MA: Belknap. 797 p.

Meyer, C. G., Clark, T. B., Papastamatiou, Y. P., Whitney, N. M., Holland, K. N., 2009. Long-term movement patterns of tiger sharks *Galeocerdo cuvier* in Hawaii. *Mar. Ecol. Prog. Ser.* vol. 381, 223-235. doi: 10.3354/meps07951

Miller, K. G., Mountain, G. S., Leg 150 Ship Board Party, Saito, Y., 1996. Drilling and dating New Jersey Oligocene-Miocene sequences: Ice volume, global sea level, and Exxon records. *Science* 271(5252), 1092-1095. DOI: 10.1126/science.271.5252.1092

Moller, I. J., Melsen, B., Jensen, S. J., Kirkegaard, E., 1975. A histological, chemical and X-ray diffraction study on contemporary (*Carcharias glaucus*) and fossilized (*Macrota odontaspis*) shark teeth. *Arch. Oral Biol.* 20, 797-802. DOI: 10.1016/0003-9969(75)90056-4

Moraes-Santos, H. M., Villanueva, J. B., Toledo, P. M., 2011. New remains of a gavialoid crocodylian from the late Oligocene-early Miocene of the Pirabas Formation, Brazil. *Zoological journ. of the Linn. Soc.* 163, 132-139. DOI: 10.1111/j.1096-3642.2011.00710.x

Moreno, J. F., Hendy, A. J. W., Quiroz, L., Hoyos, N., Jones, D. S., Zapata, V., Zapata, S., Ballen, G. A., Cadena, E., Cárdenas, A. L., Carrillo-Briceño, J. D., Carrillo, J. D., Delgado-Sierra, D., Escobar, J., Martínez, J. I., Martínez, C., Montes, C., Moreno, J., Pérez, N., Sánchez, R., Suárez, C., Vallejo-Pareja, M. C., Jaramillo, C., 2015. Revised stratigraphy of neogene strata in the Cocinetas Basin, La Guajira, Colombia. *Swiss J Paleontol.* 134, 5-43. DOI: 10.1007/s13358-015-0071-4

Neto, J. D., 2011. Proposta de Plano Nacional de Gestão para o uso sustentável de elasmobrânquios sobre-explotados ou ameaçados de sobre-explotação no Brasil. Ibama, Brasília, 154 p.

Newkirk, D. R., Martin, E. E., 2009. Circulation through the Central American Seaway during the Miocene carbonate crash. *Geology.* 37 (1), 87-90. DOI: 10.1130/G25193A.1

Nolf, D., & Aguilera, O., 1998. Fish otoliths from the Cantaure Formation (early Miocene of Venezuela). *Bulletin de l'Institut Royal des Sciences Naturelles de Belgique, Sciences de la Terre*, 68, 237–262.

Oliveira, S. F. C. C., Toledo, P. M., Costa, S. A. R. F., 2008. Escamas de tubarões (Pisces: Chondrichthyes) da Formação Pirabas (Eomioceno), Pará, Brasil. *Bol. Mus. Para. Emilio Goeldi. sér. Cien. Nat.* v. 3(3), 241-254.

O'Neil, J. R., Roe, L. J., Reinhard, E., Blake, R. E., 1994. A rapid and precise method of oxygen isotope analysis of biogenic phosphate. *Israel J. Earth Sci.* 43, 203–212.

Paula-Couto, C., 1967. Um sirênio na Formação Pirabas. 1º Simpósio sobre a Biota Amazônica. *Atas, CNQp. Contribuição a paleontologia do estado do Pará*, v. 1, 345-357.

Pellegrini, M., Longinelli, A., 2008. Palaeoenvironmental conditions during the deposition of the Plio-Pleistocene sedimentary sequence of the Canoa Formation, central Ecuador: A stable isotope study. *Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology*, 266, 119–128. DOI:10.1016/j.palaeo.2008.03.017

Petri, S., 1957. Foraminíferos miocênicos da Formação Pirabas. *Boletim Facultad de Filosofia Ciência de Letras, Universidade de São Paulo (Geologica)*, 216, 1-79.

Posner, A. S., Blumenthal, N. C., Betts, F., 1984. Chemistry and structure of precipitated hydroxyapatites. In: Niagra, J. O., Moore, P. B. (Eds), *Phosphate Minerals*. Springer Verlag, Berlin. 330-350.

Pucéat, E.; Lécuyer, C.; Sheppard, S. M.; Dromart, G.; Reboulet, S.; Grandjean, P., 2003. Thermal evolution of Cretaceous Tethyan marine waters inferred from oxygen isotope composition of fish tooth enamels. *Paleoceanography*. v. 18 (2), 12 p. DOI:10.1029/2002PA000823

Pucéat, E.; Lécuyer, C.; Donnadieu, Y; Naveau, P.; Cappetta, H.; Ramstein, G.; Huber, B. T.; Kriwet, J., 2007. Fish tooth $\delta^{18}\text{O}$ revising Late Cretaceous meridional upper

ocean water temperature gradients. *Geology*. v. 35 (2), 107-110. DOI: 10.1130/G23103A.1

Purdy, R., J. H. Mclellan, V. P. Schneider, S. P. Applegate, R. Meyer & R. Slaughter. 2001. The Neogene sharks, rays and bony fishes from Lee Creek Mine, aurora, North Carolina. In Ray, C. E. & Bohaska, D. J. (Eds.): *Geology and paleontology of the Lee Creek Mine, North Carolina, III, Smithsonian Contributions to Paleobiology* 90: 71-202.

Pyenson, N. D., Vélez-Juarbe, J., Gutstein, C. S., Little, H., Vigil, D., O'Dea, A., 2015. *Isthminia panamensis*, a new fossil inioid (Mammalia, Cetacea) from the Chagres Formation of Panama and the evolution of 'river dolphins' in the Americas. *PeerJ* 3:e1227; DOI 10.7717/peerj.1227.

Ramos, M. I. F., Távora, V. A., Pinheiro, M. P., Baia, N. B., 2004. Microfósseis. In: Rossetti, D. F., Góes, A. M. (Eds.), *O Neógeno da Amazônia Oriental. Museu Paraense Emílio Goeldi (Friedrich Katzer Collection)*, Belém, Pará, 93–107.

Renz, O., 1960. Geología de la parte sureste de la península de La Guajira. III Congreso Geológico Venezolano, Boletín de Geología, Publicación Especial, Ministerio de Minas e Hidrocarburos, 3(1), 317–347.

Rey, O., 1996. Estratigrafía de la Península de Paraguaná, Venezuela. *Revista de la Facultad de Ingeniería*, 11, 35–45.

Rollins, J., 1965. Stratigraphy and structure of the Guajira Peninsula, northwestern Venezuela and northeastern Colombia. *University of Nebraska Studies, New Series*, 30, 1–1102.

Rossetti, D. F. & Góes, A. M. *O Neógeno da Amazônia Oriental. Museu Paraense Emílio Goeldi (Coleção Friederich Katzer)*, Belém. 2004a. 222 p.

Rossetti, D., Góes, A., 2004b. Geologia. In: Rossetti, D., Góes, A. (Eds), O Neogeno da Amazonia Oriental. Museu Paraense Emilio Goeldi (Friedrich Katzer Collection). Belém, Pará, 13-52.

Rossetti, D. F., 2006. Evolução Sedimentar Miocênica nos Estados do Pará e Maranhão. Geol.USP Sér. Cient., São Paulo, v. 6 (2), 7-18. DOI: 10.5327/S1519-874X2006000300003

Rossetti, D., Bezerra, F. H. R., Dominguez, J. M. L., 2013. Late Oligocene-Miocene transgressions along the equatorial and eastern margins of Brazil. Earth Sci. Rev. 123, 87-112. DOI: 10.1016/j.earscirev.2013.04.005

Santos, R. S., & Travassos, S., 1960. Contribuição a paleontologia do estado do Pará. Peixes fósseis da Formação Pirabas. Monogr. Div. Geol. Mineral 16, 1-35.

Santos, R. S., Salgado, M. S., 1971. Contribuição a Paleontologia do estado do Pará. Novos restos de peixes da Formação Pirabas. Bol. do Mus. Para. Emílio Goeldi, série Geo. 16, 1-13.

Schwarzahns, W., Aguilera, O., 2013. Otoliths of the Myctophidae from the Neogene of tropical America. Palaeo Ichthyol. 13, 83-150.

Schweitzer, C. E., Iturralde-Vinent, M., Hetler, J. L., Vélez-Juarbe, J., 2006. Oligocene and Miocene decapods (Thalassinidea and Brachyura) from the Caribbean. Annals of Carnegie Museum. vol. 75 (2), 111-136. DOI: 10.2992/0097-4463(2006)75[111:OAMDTA]2.0.CO;2

Smith, C. J., Collins, L. S., Jaramillo, C., Quiroz, L. I., 2010. Marine paleoenvironments of Miocene-Pliocene formations of North-Central Fálcon State, Venezuela. Journ. of Foram. Res. v. 40 (3), 266-282. DOI: 10.2113/gsjfr.40.3.266

Távora, V., Fernandes, J. M., 1999. Estúdio de los foraminíferos de la Formación Pirabas (Mioceno Inferior), estado de Pará, Brasil y su correlación con faunas del Caribe. Rev. Geol. Am. Cent. 22, 63-74.

Távora, V. A., Imbeloni, E. F. F., Cacela, A. S. M., Baia, N. B., 2004. Paleoinvertebrados. In: Rossetti, D. F., Góes, A. M. (Eds.), O Neógeno da Amazônia Oriental. Museu Paraense Emílio Goeldi (Friedrich Katzer Collection), Belém, Pará, 111–131.

Távora, V. A., Santos, A. A. R., Araújo, R. N., 2010. Localidades fossilíferas da Formação Pirabas (Mioceno Inferior). Bol. Mus. Para. Emilio Goeldi. Cienc. Nat., Belém, v. 5 (2), 207-224.

Thomas, D. J., & MacDonald, W. D., 1970. The Cantare Formation of the Paraguayan Peninsula. Boletín Informativo de la Asociación Venezolana de Geología. Minería y Petróleo, 13, 177–179.

Tillett, B. J., Meekan, M. G., Parry, D., Munksgaard, N., Field, I. C., Thorburn, D., Bradshaw, C. J. A., 2011. Decoding fingerprints: elemental composition of vertebrae correlates to age-related habitat use in two morphologically similar sharks. Mar. Ecol. Prog. Ser. 434, 133–142. DOI: 10.3354/meps09222

Toledo, P. M., & Domning, D. P., 1989. Fossil Sirenia (Mammalia: Dugongidae) from the Pirabas Formation (Early Miocene), northern Brazil. Bol. Mus. Para. Emilio Goeldi, série Ciênc. da Terra 1, 119-146.

Vallenilla L. P., 1961. Estratigrafía de las formaciones Caujarao, La Vela y Coro en sus localidades tipo, Estado Falcón. Asoc. Venez. Geol., Min. y Petrol., Bol. 4 (12) 29-78.

Vaudo, J. J., Wetherbee, B. M., Harvey, G., Nemeth, R. S., Aming, C., Burnie, N., Howey-Jordan, L. A., Shivji, M. S., 2014. Intraspecific variation in vertical habitat use by tiger sharks (*Galeocerdo cuvier*) in the western North Atlantic. Ecology and Evolution 4(10), 1768-1786. doi: 10.1002/ece3.1053

Veléz-Juarbe, J., 2014. Ghost of seagrasses past: Using sirenians as a proxy for historical distribution of seagrasses. Palaeogeography, Palaeoclimatology, Palaeoecology 400, 41-49. doi:10.1016/j.palaeo.2013.05.012

Vennemann, T. W., Hegner, E., Cliff, G., Benz, W., 2001. Isotopic composition of recent shark teeth as a proxy for environmental conditions. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, vol. 65 (10), 1583–1599.

Vennemann, T. W., Fricke, H. C., Blake, R. E., O'Neil, J. R., Colman, A., 2002. Oxygen isotope analyses of phosphates: a comparison of techniques for analysis of Ag_3PO_4 . *Chem. Geol.* 185, 321–336. DOI: 10.1016/S0016-7037(00)00629-3

Wiedenmayer, C., 1937. Informe geológico sobre los depósitos carboníferos de Coro, Distrito Miranda, Estado Falcón. *Bol. Geol. y Min. Venezuela*, 1(1), 65-81.

White, C. A., 1887. Contribuição à Paleontologia do Brasil. *Arch. do Mus. Nac.* 7, 273 p.

Wozniak, J., M. H. Wozniak, 1987. Bioestratigrafía de la región nor-central de la Serranía de Falcón, Venezuela nor-occidental. *Bol. de Geología, Venezuela*, 16(28), 101-139.

Zachos, J., Pagani, M., Sloan, L., Thomas, E., Billups, K., 2001. Trends, Rhythms, and Aberrations in Global Climate 65 Ma to Present. *Science* 292, 686-693. doi: 10.1126/science.1059412

Graphical abstract

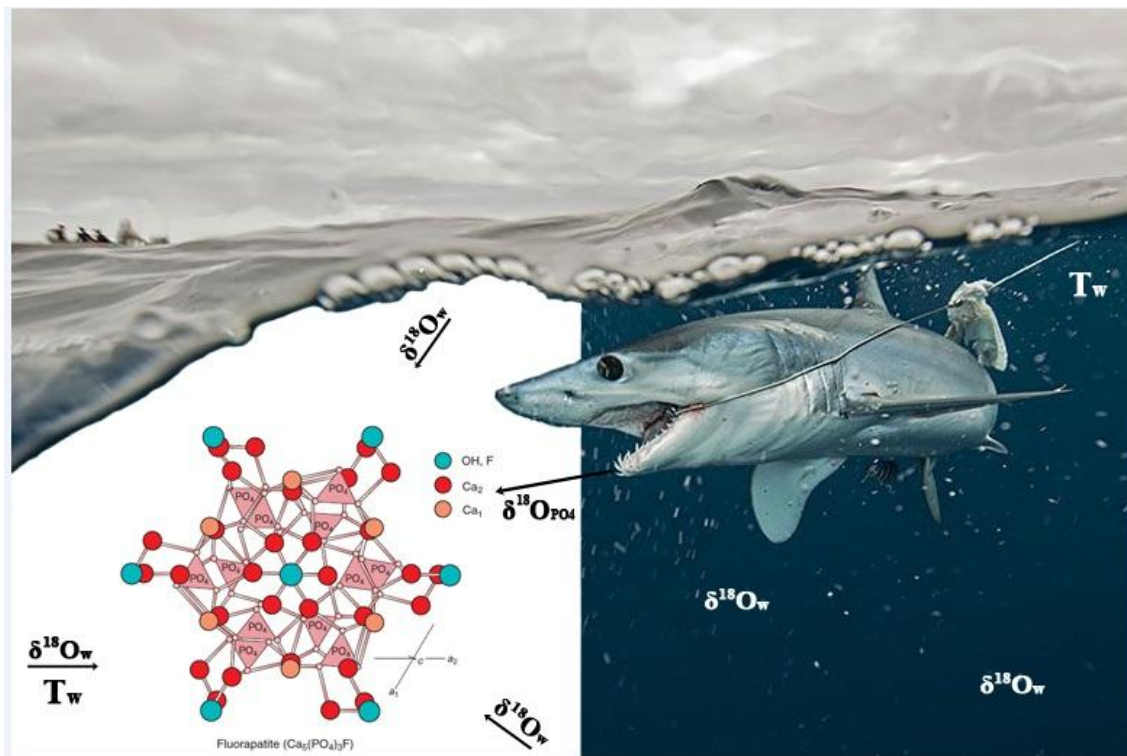


Figure 1. Fossiliferous deposits from Central and South America (in red), and coastal region (in orange) where extant specimens were sampled for this research. (A) Pirabas Formation localities and inner shelf areas; (B) Cantaure and Caujarao Formations sites in the north of Fálcon Peninsula, north of Venezuela; (C) Chagres Formation deposits in the Coast Abajo Colon, north of Panama; and (D) Jimol and Castilettes Formations units in Alta Guajira Peninsula, north of Colombia. Modified from: Aguilera et al. (2012)

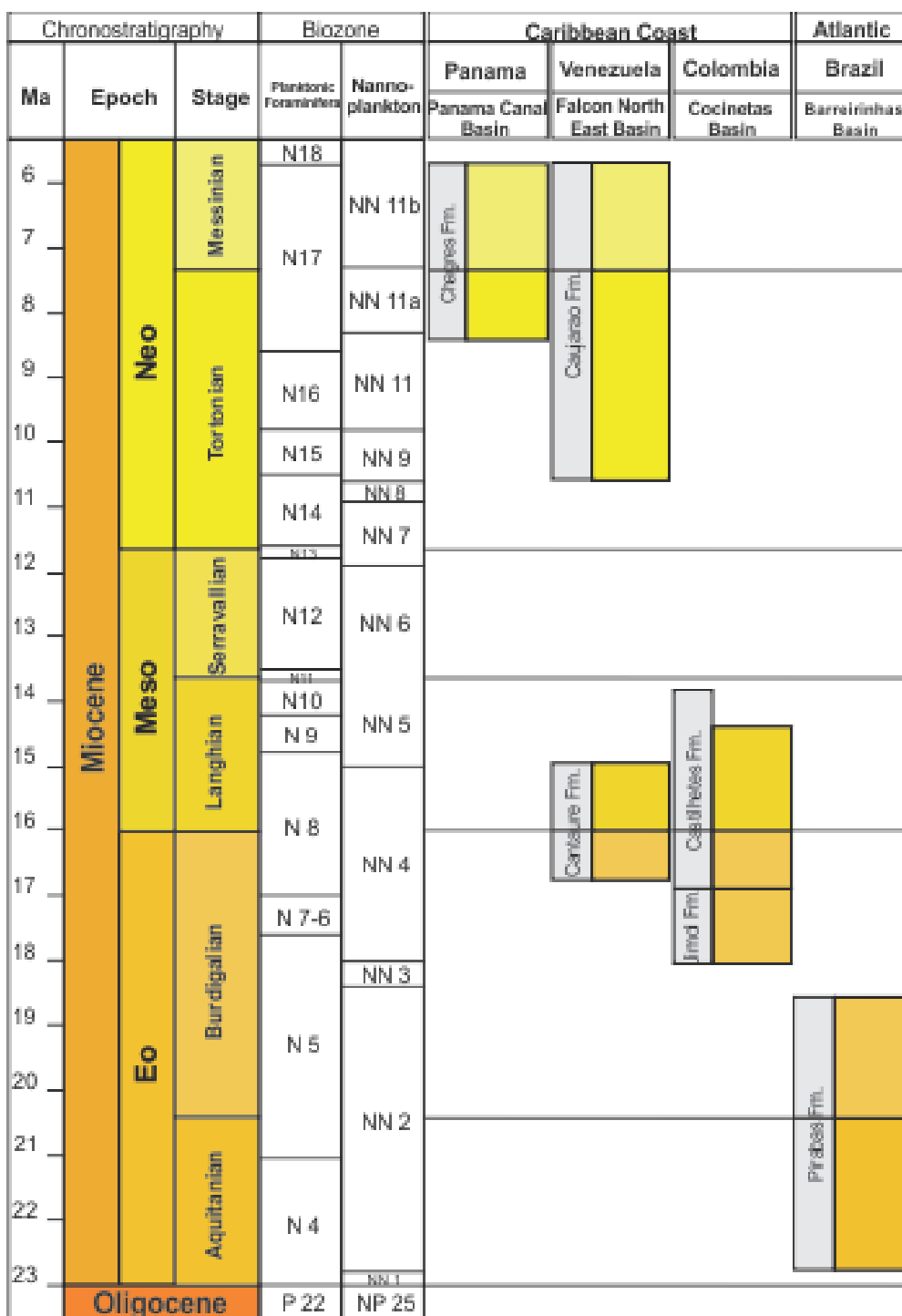


Figure 2. Chronostratigraphic representation of the studied geological units and their correlations through Miocene intervals. Modified from: Schwarzahns & Aguilera (2013), Aguilera et al. (2014).

Sample	Species	Sample Provenance	$\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ (VSMOW)	$\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ St. dev.	$\delta^{18}\text{O}_{\text{CO}_3} - \delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$
GL-I	<i>Galeocerdo</i> sp.	Pirabas	19,7	0,1	6,7
GL-II	<i>Galeocerdo</i> sp.	Pirabas	18,9	0,1	7,3
GL-III	<i>Galeocerdo</i> sp.	Pirabas	19,8	0,1	6,7

GL-IV	<i>Galeocерdo</i> sp.	Pirabas	19,7	0,1	6,2
GL-V	<i>Galeocерdo</i> sp.	Pirabas	19,8	0,1	6,7
GL-VI	<i>Galeocерdo</i> sp.	Pirabas	19,8	0,1	6,2
HS-I	<i>Hemipristis serra</i>	Pirabas	19,3	0,1	7,0
HS-II	<i>Hemipristis serra</i>	Pirabas	19,5	0,1	6,8
HS-III	<i>Hemipristis serra</i>	Pirabas	19,6	0,2	6,6
HS-IV	<i>Hemipristis serra</i>	Pirabas	19,9	0,1	5,2
HS-V	<i>Hemipristis serra</i>	Pirabas	19,7	0,1	5,2
HS-VI	<i>Hemipristis serra</i>	Pirabas	19,8	0,2	5,0
CP-I	<i>Carcharhinus priscus</i>	Pirabas	19,3	0,1	6,9
CP-II	<i>Carcharhinus priscus</i>	Pirabas	19,7	0,3	6,7
CP-III	<i>Carcharhinus priscus</i>	Pirabas	18,9	0,0	6,7
CP-IV	<i>Carcharhinus priscus</i>	Pirabas	19,2	0,4	6,8
CA-I	<i>Carcharhinus</i> sp.	Pirabas	19,1	0,0	7,0
CA-II	<i>Carcharhinus</i> sp.	Pirabas	19,1	0,2	7,2
CA-III	<i>Carcharhinus</i> sp.	Pirabas	19,4	0,3	6,5
CA-IV	<i>Carcharhinus</i> sp.	Pirabas	19,6	0,2	6,4
SM-I	<i>Sphyrna magna</i>	Pirabas	20,3	0,1	5,8
SM-II	<i>Sphyrna magna</i>	Pirabas	19,7	0,2	6,5
SM-III	<i>Sphyrna magna</i>	Pirabas	19,6	0,1	6,4
SM-IV	<i>Sphyrna magna</i>	Pirabas	20,0	0,0	6,2
SM-V	<i>Sphyrna magna</i>	Pirabas	19,2	0,3	6,8
SM-VI	<i>Sphyrna magna</i>	Pirabas	19,1	0,1	7,0
CL-I	<i>C. leucas I</i>	Recent	20,2	0,1	7,4
CL-II	<i>C. leucas I</i>	Recent	20,3	0,1	7,5
CL-III	<i>C. leucas I</i>	Recent	20,7	0,2	7,5
CL-IV	<i>C. leucas I</i>	Recent	20,9	0,1	7,2
CL-V	<i>C. leucas I</i>	Recent	20,9	0,1	8,0
CL-VI	<i>C. leucas I</i>	Recent	20,8	0,1	8,0
CL-VII	<i>C. leucas II</i>	Recent	20,9	0,1	8,7
CL-VIII	<i>C. leucas III</i>	Recent	21,4	0,2	6,6
CL-IX	<i>Carcharhinus leucas IV</i>	Recent	19,6	0,1	7,0
CT-I	<i>Carcharias taurus</i>	Recent	19,9	0,1	8,4
HC-I	<i>Hemipristis serra</i>	Cantaure	20,8	0,1	6,2
HC-II	<i>Hemipristis serra</i>	Cantaure	20,0	0,0	7,4
HC-III	<i>Hemipristis serra</i>	Cantaure	19,8	0,2	6,9
HC-IV	<i>Hemipristis serra</i>	Castilletes	19,8	0,2	7,1
HC-V	<i>Hemipristis serra</i>	Chagres	20,6	0,2	6,7
HC-VI	<i>Hemipristis serra</i>	Jimol	20,1	0,1	6,3
HC-VII	<i>Hemipristis serra</i>	Jimol	20,0	0,0	6,3
HC-VIII	<i>Hemipristis serra</i>	Jimol	19,8	0,1	6,9
HC-IX	<i>Hemipristis serra</i>	Jimol	19,9	0,1	6,7
HC-X	<i>Hemipristis serra</i>	Caujarao	20,6	0,1	4,7

Table 1. Oxygen in phosphate isotopic composition and oxygen enhancement observed in the carbonate structure during reprecipitation.

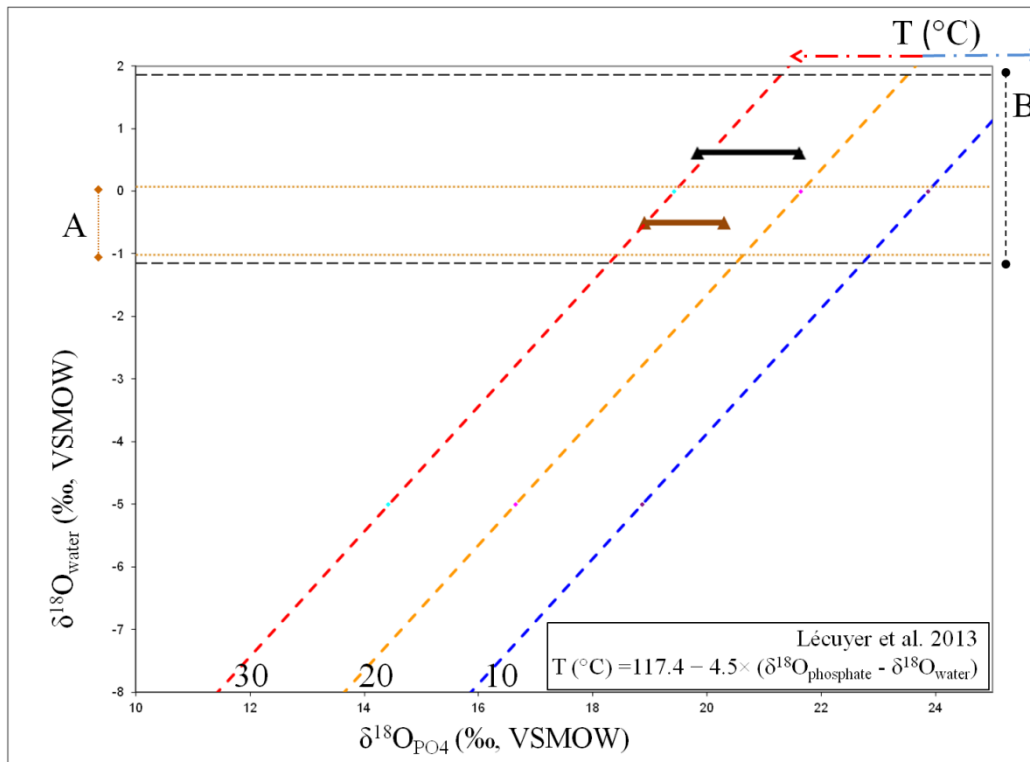


Figure 3. Oxygen in phosphate isotopic compositions and their relationships in function of the oxygen isotopic composition of water and temperature. Black dashed lines are isotherms calculated from Lécuyer et al. (2013). (A) The brown dotted lines surround the isotopic compositions observed in Pirabean group, and represent the estimated variation of early Miocene seawater ($\delta^{18}\text{O}_{\text{sw}}$). The traced lines in (B) encircle the isotopic compositions of Recent group, characterizing the modern fluctuation in the Amazon coastal region (Karr & Showers, 2002).

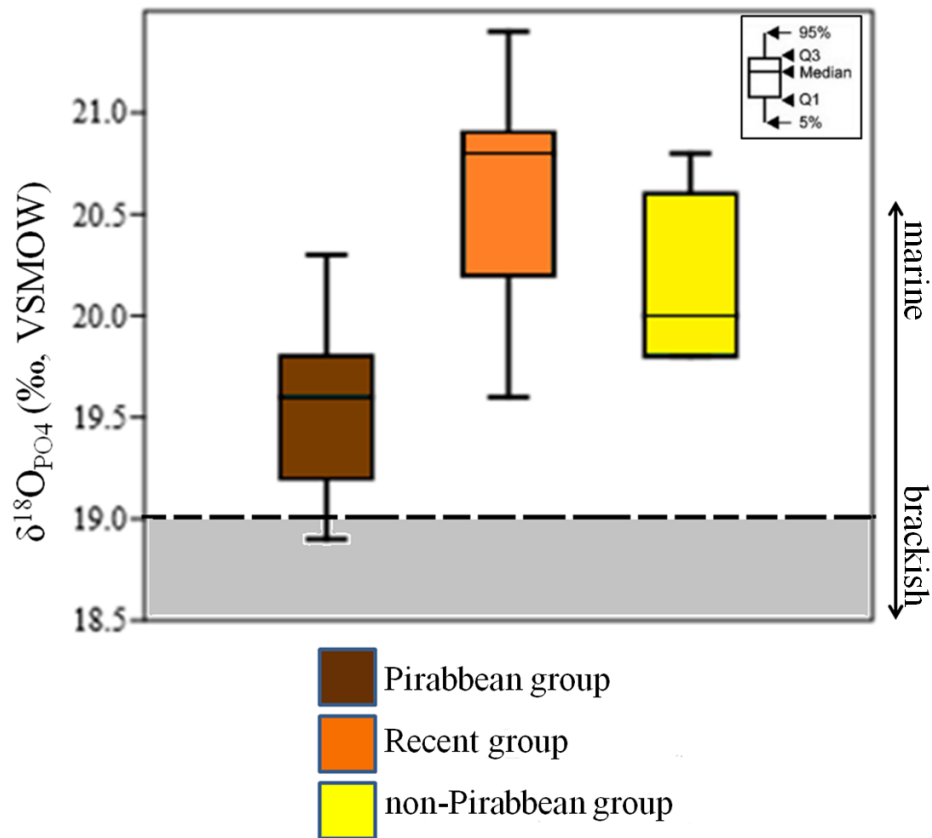


Figure 4. Boxplot of $\delta^{18}\text{O}_{\text{PO}_4}$ values separated by group. Dashed line subdivides the range of predominantly marine conditions (white) to brackish (gray).

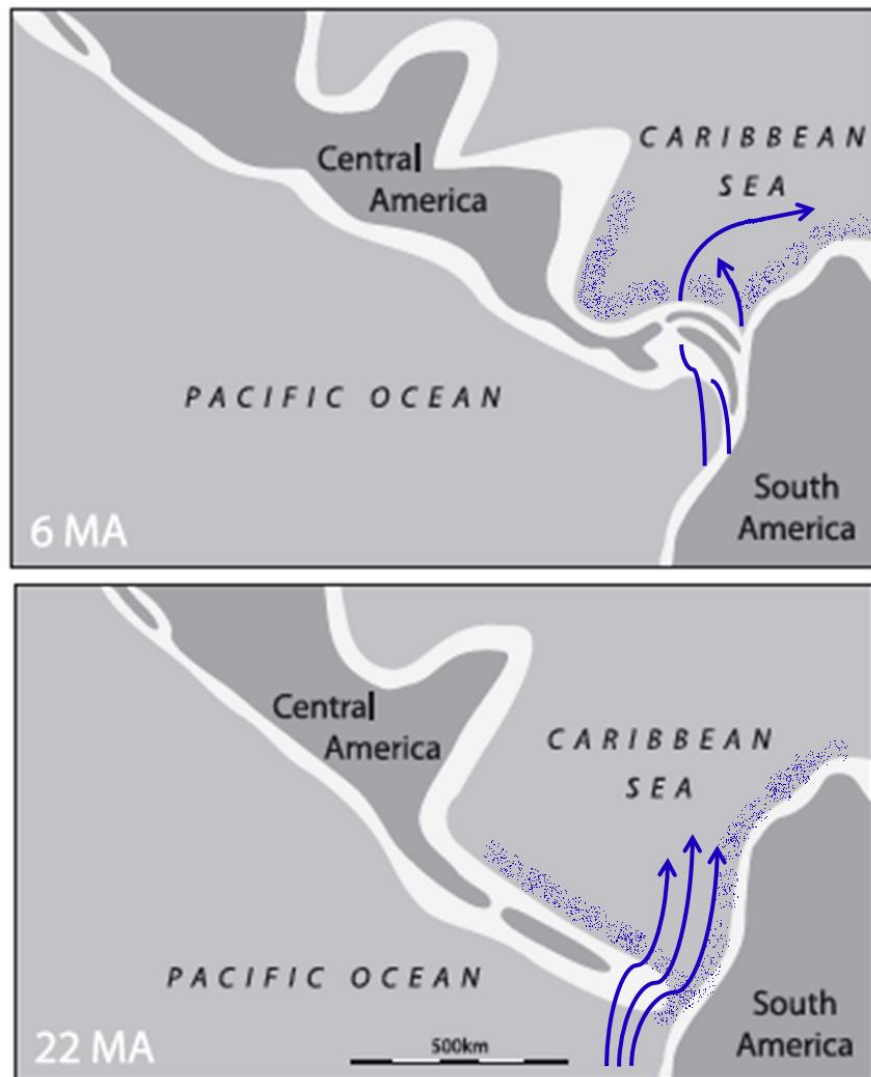


Figure 5. Paleogeographic inferences of Central America in two intervals: 6 and 22 millions of years. Until the isthmus closure, deep cold water cells entered through the Caribbean Sea. Modified from: Leigh et al. (2013).