

## DISCRIMINAÇÃO DE SOLOS COLETADOS EM PELOTAS, RIO GRANDE DO SUL, PARA FINS FORENSES

### *DISCRIMINATION OF SOIL COLLECTED IN PELOTAS, RIO GRANDE DO SUL, FOR FORENSIC PURPOSES*

<sup>1</sup> Samara A. Testoni\*

<sup>2</sup> Alinne S. Silva

<sup>3</sup> Nathalia P. K. de Lima

<sup>4</sup> Mariana P. Aguiar

<sup>5</sup> Rosinei S. Santos

<sup>6</sup> Amanda F. Leitzke

<sup>7</sup> Pablo Miguel

<sup>8</sup> Flávio A. O. Camargo

<sup>9</sup> Neftali L. V. Carreño

<sup>10</sup> Kristiane C. Mariotti

<sup>11</sup> Rafael S. Ortiz

<sup>12</sup> Claudio M. P. de Pereira

<sup>1</sup>Universidade Federal do Rio Grande do Sul – *campus* do Vale. E-mail: testoniamara@gmail.com

<sup>2</sup>Universidade Federal de Pelotas – Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel. E-mail: alinnewood@gmail.com

<sup>3</sup>Universidade Federal de Santa Catarina – Departamento de Química. E-mail: nathalialima2102@gmail.com

<sup>4</sup>Universidade Federal de Pelotas – Instituto de Química e Geociências. E-mail: aguiarmariana05@gmail.com

<sup>5</sup>Universidade Federal de Pelotas – Instituto de Química e Geociências. E-mail: rosineicaxias@hotmail.com

<sup>6</sup>Universidade Federal de Pelotas – Instituto de Química e Geociências. E-mail: amandafonsecaleitzke@gmail.com

<sup>7</sup>Universidade Federal de Pelotas – Faculdade de Agronomia Eliseu Maciel. E-mail: pablo.ufsm@gmail.com

<sup>8</sup>Universidade Federal do Rio Grande do Sul – *campus* do Vale. E-mail: fcamargo@ufrgs.br

<sup>9</sup>Universidade Federal de Pelotas – *campus* Anglo. E-mail: nlv.carreno@gmail.com

<sup>10</sup>Departamento de Polícia Federal – Setor Técnico-Científico. E-mail: krismariotti@gmail.com

<sup>11</sup>Departamento de Polícia Federal – Setor Técnico-Científico. E-mail: ortiz.rs@gmail.com

<sup>12</sup>Universidade Federal de Pelotas – Instituto de Química e Geociências. E-mail: claudiochemistry@gmail.com

\*Autor de correspondência

Artigo submetido em 30/06/2023, aceito em 16/09/2023 e publicado em 01/11/2023.

**Resumo:** Os vestígios do solo são importantes como evidência forense devido ao seu potencial de aderir e transferir em diversos tipos de superfícies de diversos objetos e até mesmo pessoas. Para investigar a potencialidade de técnicas analíticas na discriminação de diferentes solos em Pelotas, Estado do Rio Grande do Sul, foram realizadas cinco coletas, conforme orientações do Procedimento Operacional Padrão para Coleta de Solos em Locais de Crime, em quatro diferentes locais do município, respeitando os pontos cardeais para abrangê-los de forma representativa de acordo com o tipo de solo, e sob uma perspectiva de crimes simulados nesses locais. Foram utilizadas técnicas analíticas de MEV, EDX, FTIR e  $\mu$ -FTIR. As análises foram efetuadas às cegas para que não houvesse nenhuma interferência nos resultados finais. Como conclusão das análises e comparação do solo, os resultados suportam a origem do solo em cada uma das áreas coletadas, tornando assim as metodologias empregadas no artigo como úteis e potenciais suportes para a ciência forense.

**Palavras-chave:** solos forenses; morfologia do solo; silício; caulinita; granito.

**Abstract:** Soil traces are important as forensic evidence due to their potential to adhere and transfer onto different types of surfaces of different objects and even people. To investigate the potential of analytical techniques in discriminating different soils in Pelotas, State of Rio Grande do Sul, five collections were carried out, in accordance with the guidelines of the Standard Operating Procedure for Soil Collection at Crime Scenes, in four different locations in the municipality, respecting the cardinal points to cover them in a representative way according to the type of soil, and from the perspective of simulated crimes in these locations. SEM, EDX, FTIR and  $\mu$ -FTIR analytical techniques were used. The analyzes were carried out blindly so that there would be no interference with the final results. As a conclusion to the soil analyzes and comparison, the results support the origin of the soil in each of the areas collected, thus making the methodologies used in the article useful and potential supports for forensic science.

**Keywords:** forensic soils; soil morphology; silicon; kaolinite; granite.

## 1 INTRODUÇÃO

As taxas de crimes são comumente mais elevadas nas áreas urbanas, particularmente nas zonas limítrofes, em comparação às áreas rurais, e análises de solo de locais e de vestígios aderidos a roupas, ferramentas ou ao corpo, podem ser uma fonte valiosa de informações devido às propriedades intrínsecas do solo, capazes de diferenciá-lo nos mais diversos ambientes (TESTONI *et al.*, 2020).

A maioria dos vestígios de solo em locais de crime são materiais que demandam de grande complexidade analítica, pois frequentemente apresentam quantidades diminutas, o que pode resultar na falta de valor probatório como evidência forense. No entanto, os diferentes fatores de formação do solo como relevo, tempo, organismos, material de origem e clima, associados aos processos de sua formação originam uma grande variabilidade de solos, traduzida também nas diferentes proporções de partículas minerais (areia, silte e argila) e de matéria orgânica e inorgânica. As diversas possibilidades de formação dos solos são expressas em suas propriedades biológicas, químicas, físicas, mineralógicas e hidrológicas, que se alteram continuamente ao longo do tempo, e são determinantes na assinatura digital do solo como evidência forense (AITKENHEAD *et al.*, 2014; PIRRIE *et al.*, 2019),

contribuindo enormemente para sua rastreabilidade em investigações criminais (FITZPATRICK *et al.* 2017; PROCTER *et al.* 2019; PIRES *et al.*, 2022).

Quando o solo é transferido para diferentes tipos de superfície, ele pode apresentar persistência e transferência, permitindo que a amostra questionada seja examinada para determinar sua origem provável (TESTONI *et al.*, 2020). Entretanto, a seleção dos métodos de análise a serem utilizados depende da quantidade, condição e da fração predominante da amostra disponível, bem como dos custos associados e dos equipamentos a serem utilizados (MELO *et al.*, 2020). Devido à diversidade de fatores a serem analisados em uma quantidade limitada de amostra, é necessário estabelecer uma sequência metodológica que priorize análises não-destrutivas em detrimento às destrutivas, e que, preferencialmente, sejam capazes de fornecer dados distintivos sem com que haja perda de amostra (PRANDEL *et al.*, 2017; MELO *et al.*, 2019).

Considerando a ampla gama de técnicas analíticas disponíveis e os métodos químicos e mineralógicos geralmente usados na maioria dos trabalhos de casos forenses, este trabalho teve como objetivo demonstrar o potencial de técnicas analíticas como microscopia eletrônica de varredura (MEV),

espectroscopia de raios X por energia dispersiva (EDX), espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) (tradicional e micro) para e discriminar amostras de solo coletadas para fins forenses, estabelecidas no município de Pelotas, Rio Grande do Sul, Brasil.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

Os solos podem fornecer excelentes evidências para testar ligações entre pessoas, ferramentas, veículos e cenas de crime, potencialmente ligando um traço de solo em uma pessoa ou objeto (sapatos, roupas, pás, veículos etc.) a um local específico (PROCTER et al. 2019; DAWSON e HILLIER, 2010; MURRAY 2011). As dificuldades em examinar vestígios de solo (normalmente menos de 1 g de amostra) e avaliar os resultados podem resultar na falta de valor do solo como evidência forense. No entanto, os diferentes fatores de formação do solo, como relevo, tempo, organismos, rocha mãe e clima, tornam o solo um material com considerável variabilidade, o que pode ajudar a diferenciar os solos de diferentes locais para auxiliar a Polícia em processos criminais (TIGHE et al., 2018; MELO et al., 2019; ZENG et al., 2020; KRUGE et al., 2020).

Em uma primeira visualização, alguns vestígios de solo parecem ter coloração similar, assim como seu aspecto textural, pegajoso para barro e áspero para areia. No entanto, ao observamos mais atentamente, é possível notar que os solos apresentam nuances, tonalidades e cores altamente distintas entre si, basta compará-lo em diferentes ambientes. Próximo de áreas alagadas, os solos terão tonalidades acinzentadas, típicas destes locais com condições restritas de oxigenação (SOUSA et al., 2012). Por outro lado, em áreas agrícolas, é comum encontrar solos com cores vibrantes, avermelhadas e laranjadas, por exemplo, denotando a intensa transformação que este solo esteve sujeito

(AZIZ et al., 2015; MELO et al., 2020; TESTONI et al., 2020)

Uma vez observadas estas e outras características peculiares, torna-se perfeitamente possível diferenciar os solos de local para local. Essa diferenciação é considerada a grande chave para o sucesso de investigações criminais, pois torna possível prever a proveniência do solo, e, conseqüentemente, sua associação ou não com uma cena de crime (SCHULZE et al., 1993; MELO et al., 2019; TESTONI et al., 2020). A cor é um dos atributos mais facilmente visíveis e distinguíveis entre solos, por isso é amplamente utilizada em triagens preliminares de proveniência de amostras (MUNSELL SOIL COLOR COMPANY, 1975; MELVILLE & ATKINSON, 1985). Entretanto, outros atributos e propriedades do solo também auxiliam nesta diferenciação, de modo ainda mais assertivo, isto é, funcionam como uma assinatura digital para cada tipo de solo.

Determinadas propriedades e feições dos solos têm ganhado destaque na elucidação de crimes em função de seu potencial de discriminação de solos, particularmente, aqueles locais próximos entre si com características altamente similares. Por serem tão similares entre si, estas características comumente requerem um protocolo analítico cuidadosamente planejado, a fim de encontrar pequenas distinções em um universo homogêneo de características (TESTONI et al., 2019). Estas pequenas distinções podem se dar através de elementos químicos que ocorrem como traços, minerais que compõem a fração argila do solo ditos como acessórios, ou ainda, materiais propriedades pouco comuns como o magnetismo, são alguns exemplos de diferenciações utilizadas em solos forenses (MELO et al., 2000).

Em uma investigação forense, a seleção dos métodos aplicáveis depende da quantidade, condição e fração predominante da amostra disponível e

transferida, bem como dos custos associados e equipamentos disponíveis. MORGAN e BULL (2007), e RUFFELL e MCKINLEY, (2005) discutiram a importância de integrar diferentes técnicas independentes para fornecer rigor forense a uma investigação. Há um grande número de abordagens analíticas que podem ser realizadas em solos para investigar suas frações inorgânicas e orgânicas, como difração de raios-X, cor espectral, análise de tamanho de partícula, análise elementar, fluorescência de raios-X, análise de isótopos estáveis, microrganismos, compostos de cera vegetal e análise de microscopia eletrônica (CHAZOTTES *et al.*, 2004; McCULLOCH *et al.*, 2018;

MELO *et al.*, 2018; PRANDEL *et al.*, 2018).

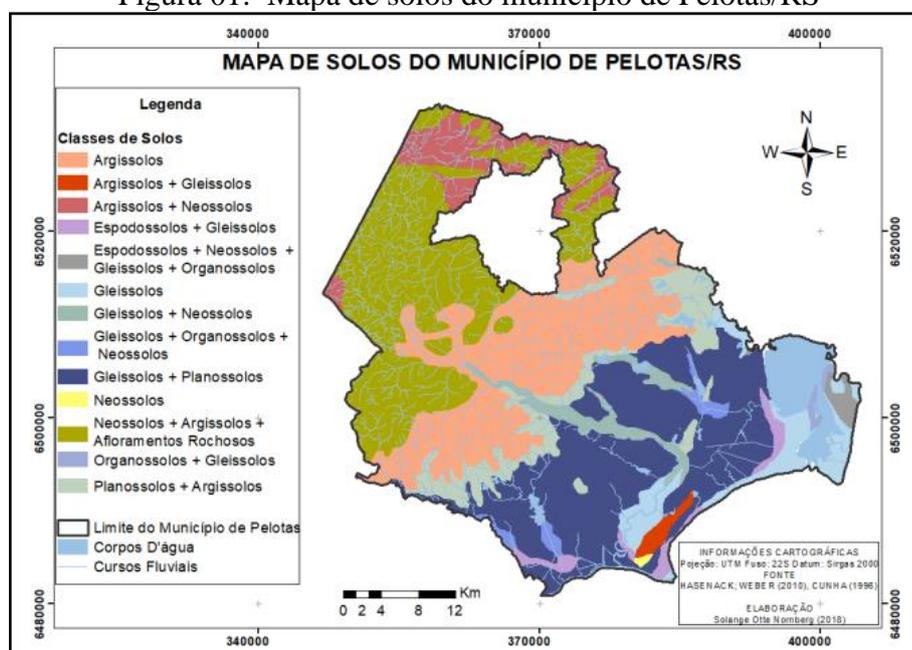
### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Os locais selecionados para coleta das amostras de solo foram concentrados no município de Pelotas, estado do Rio Grande do Sul, sul do Brasil, e compreendem as seguintes classes e afloramentos de solo: Argissolos e Gleissolos e suas variações (Figura 1). A descrição das amostras e dos locais de coleta consta na Tabela 1:

Tabela 1: Descrição geral das amostras coletadas e coordenadas geográficas

Local	Amostras	Coordenadas geográficas
1 – Sul	1 a 5	-31.779758435357397, -52.352617289786124
2 - Leste	6 a 10	-31.76844738768154, -52.22814687391452
3 - Oeste	11 a 15	-31.70532840637974, -52.40667658926062
4 - Norte	16 a 20	-31.68910762021882, -52.35554757391713

Figura 01: Mapa de solos do município de Pelotas/RS



Fonte: Adaptado de Cunha e Silveira (1996).

As coletas de solo foram realizadas seguindo o Procedimento Operacional Padrão de Solos – POP Solos (Testoni *et al.*, 2019) utilizando os materiais apresentados na Figura 2 e realizando a

coleta em cada local conforme as orientações dispostas na Figura 3.

Figura 02 – Materiais para demarcação dos locais: a) fitas demarcadoras de coleta em contexto forense simulado; b) marcadores de pontos de coleta para cada vértice do quadrante e para o ponto central; c) régua em escala para tomada de fotografias.

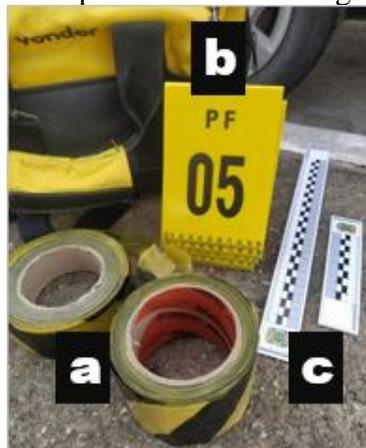
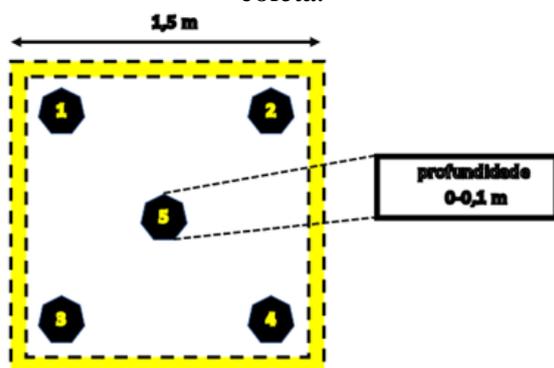


Figura 03: Procedimento de amostragem de acordo com o POP – Solos (TESTONI *et al.*, 2019): esquema do quadrante de coleta.



De acordo com o quadrante apresentado na Figura 3, foram retiradas 5 (cinco) amostras de cada uma das 4 (quatro) áreas já definidas. Após a coleta, as amostras foram levadas à estufa, para secagem à 40°C por 48h com circulação de ar. Em seguida, foram peneiradas através de uma peneira de 2 mm para obter a fração terra fina seca em estufa, sendo posteriormente acondicionadas em recipientes esterilizados e armazenadas para análises subsequentes. Tomou-se uma pequena porção de amostra (3 g) e moeu-se com almofariz e pistilo para proceder às análises de EDX, MEV, FTIR e  $\mu$ -FTIR.

A análise elementar semi-quantitativa foi realizada por espectroscopia de raios-X com energia dispersiva (EDX, modelo EDX-720 - *Shimadzu Scientific Instruments*) equipado com um tubo de ródio de acordo com as seguintes condições: atmosfera controlada por ar, colimador de 5 mm e faixas de detecção dos seguintes elementos: Ti-U, Na-Cs, Rh-Cd, Zn-As, Pb, Cr-Fe e S-K. As amostras foram colocadas em suportes de amostras de PVC de 25 mm com o auxílio de uma película de polipropileno de 5  $\mu$ m de espessura. Assim, tanto as superfícies superiores como inferiores de cada amostra foram analisadas.

As análises de MEV foram realizadas com um microscópio eletrônico de varredura da marca Jeol, modelo JSM-6010LA. As condições analíticas foram 15 kV sob uma distância de trabalho de 10 mm. As amostras de fração de areia foram colocadas sobre suporte metálico e fixadas sobre uma fita de carbono dupla face colocada sobre os *stubs* (utilizada como material condutor). Em seguida, as amostras foram recobertas em *sputtering* com alvo de ouro por 300 segundos numa corrente de 19 mA. Posteriormente, as amostras foram submetidas a vários testes para definir o tamanho mais adequado para proporcionar uma resolução aceitável.

Para as análises de FTIR, cerca de 1 mg de amostra foi moída com 100 mg de brometo de potássio (KBr), prensada a 80 kN por 2 min e analisada em espectrofotômetro infravermelho Shimadzu com transformada de Fourier, modelo IRSpirit, no intervalo de 4000–400  $\text{cm}^{-1}$  com 64 varreduras de 4  $\text{cm}^{-1}$  de resolução no modo de absorção. Já para aplicação da análise de  $\mu$ -FTIR, os espectros de infravermelho foram adquiridos através do microscópio FTIR LUMOS (*Bruker Optics*, Alemanha).

Uma inspeção visual foi realizada para cada amostra e uma imagem microscópica do solo foi coletada com 10% de brilho. A partir desta imagem, foi

registrada uma região de interesse para análise criando uma matriz de 3 x 3 pontos de coleta. Usando a plataforma de amostragem motorizada do equipamento, cada posição predefinida do espectro infravermelho foi medida e registrada e, em seguida, associado à sua informação espacial, até que todos os 9 pontos da matriz fossem analisados. Os espectros eram no intervalo entre 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$  e abertura de 100 x 100.

A análise de componentes principais (PCA) e o índice de similaridade de *Bray-Curtis* foram aplicados para estudar o potencial de discriminação das análises (softwares PAST e Statistica). Para realizar ambas as estatísticas multivariadas, os dados das análises de MEV, EDX,  $\mu$ -FTIR e FTIR foram compilados em uma matriz única, sendo transformados por raiz quadrada para reduzir a diferença de proporção entre os valores, e, subsequentemente, foram utilizados para avaliar o agrupamento das amostras na análise de componentes principais tridimensional e no dendrograma de similaridade.

Os resultados analíticos obtidos formaram uma matriz multidimensional na análise de PCA, que consiste em diversas ferramentas estatísticas utilizadas para comprimir a matriz original, sem que haja perda de informações relevantes. Desta forma, o conjunto de dados obtidos a partir da análise de uma ou mais propriedades de uma amostra pode ser convenientemente

representado por uma quantidade significativamente menor de fatores, através de uma comparação mais simples e eficaz. O resultado de uma análise PCA pode ser expresso graficamente como um novo sistema de eixos normalmente denominado componentes principais (PC), que são capazes de explicar todas as variações presentes na matriz de dados original. Além disso, a abordagem multivariada utilizando análise de agrupamento de média de grupos baseada na similaridade de Bray-Curtis, foi realizada para avaliar relações gerais entre amostras com base em um conjunto geral de diferenças de solo. Em associação à PCA, o dendrograma de similaridade de Bray-Curtis é uma ferramenta multivariada complementar na interpretação de dados, as quais vem sendo aplicadas em diversos estudos forenses envolvendo solos (TESTONI *et al.*, 2019; TESTONI *et al.*, 2020; PRANDEL *et al.*, 2020; MELO *et al.*, 2020).

#### 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

O procedimento das análises seguiu “às cegas” pelos pesquisadores, no qual não era de conhecimento a origem das amostras, adotando na etapa das análises uma numeração aleatória para as mesmas (Tabela 2), a fim de evitar vieses e tendências na interpretação dos resultados e no estabelecimento das correlações estatísticas planejadas.

Tabela 2: Amostras identificadas na coleta e amostras identificadas aleatoriamente para análises “às cegas”.

Amostras identificadas na coleta	Posicionamento cardeal da amostra em Pelotas	Amostras identificadas para as análises “às cegas”
1 a 5	Leste	8, 11, 19, 13 e 1
6 a 10	Oeste	4, 16, 9, 3, e 15
11 a 15	Norte	2, 7, 14, 17 e 10
16 a 20	Sul	6, 12, 5, 18 e 20

A análise elementar (por EDX) reflete a assinatura geográfica (posição do

solo no local de coleta) e geológica (unidade geológica ou tipo de material de

origem) do solo, que pode ser útil para estabelecer correlações com a localização original do solo (MARUMO, 2003; RAVANSARI e LEMKE, 2018). Comumente, valores para Si, K, Al, Fe, Ti, Sr, Zr e Rb podem refletir processos litogênicos e pedológicos no sistema do solo, enquanto conteúdos de S, Ca e P podem indicar interferência antropogênica.

A relação Si/Al para todas as amostras de solo estudadas varia de 4,49 a 7,47. Valores mais altos para Si/Al podem ser atribuídos ao alto teor de silte. Quantidades significativas de K obtidas por EDX (Tabela 3) podem estar relacionadas à riqueza em K-feldspato do material de origem do solo (granito) (GALINDO, 1988; MELO *et al.*, 2000).

Tabela 3: Teores elementares das amostras obtidos via espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (EDX).

Amostra	Si	Ca	Al	Fe	K	Ti	S	Mn	Zn	Pb	Sr	Cu	Rb	Zr	Sm	Ag
(%)																
1	61,90	10,17	9,41	8,33	7,28	1,81	0,45	0,31	0,19	0,08	0,07	0,07	0,04	0,00	0,00	0,00
2	72,01	1,44	11,74	6,64	5,59	2,00	0,00	0,10	0,04	0,00	0,03	0,00	0,03	0,39	0,00	0,00
3	72,18	1,94	10,97	5,14	7,25	1,60	0,00	0,12	0,04	0,00	0,02	0,04	0,04	0,33	0,18	0,08
4	71,73	2,44	11,34	5,34	7,01	1,60	0,00	0,13	0,05	0,00	0,03	0,05	0,03	0,27	0,00	0,00
5	62,32	6,42	12,65	6,49	7,84	1,26	0,48	0,00	0,22	0,09	0,05	0,06	0,04	0,15	0,00	0,08
6	61,79	6,28	13,76	5,12	10,05	1,16	0,66	0,13	0,22	0,00	0,04	0,06	0,05	0,15	0,28	0,00
7	75,93	0,94	11,37	4,77	4,56	1,93	0,00	0,06	0,03	0,00	0,02	0,00	0,03	0,37	0,00	0,00
8	61,41	8,30	13,05	6,54	7,31	1,85	0,36	0,29	0,22	0,08	0,06	0,05	0,05	0,13	0,00	0,00
9	60,50	8,29	12,81	6,39	8,25	1,28	0,51	0,00	0,09	0,00	0,04	0,00	0,04	0,24	0,00	0,13
10	72,77	1,32	11,94	6,48	4,97	1,94	0,00	0,15	0,05	0,00	0,03	0,04	0,03	0,25	0,00	0,00
11	61,46	8,80	12,24	6,96	7,45	1,92	0,43	0,32	0,19	0,08	0,05	0,06	0,04	0,00	0,00	0,00
12	65,91	4,28	12,47	6,44	7,17	1,31	0,47	0,16	0,33	0,06	0,03	0,05	0,04	0,15	0,00	0,00
13	62,64	7,25	12,70	5,99	8,33	1,65	0,37	0,26	0,31	0,07	0,06	0,05	0,05	0,15	0,00	0,00
14	75,55	1,17	10,42	5,72	4,53	1,93	0,00	0,08	0,00	0,00	0,03	0,03	0,03	0,30	0,22	0,00
15	70,16	4,74	9,39	5,14	7,53	1,95	0,28	0,15	0,07	0,00	0,03	0,00	0,04	0,31	0,17	0,04
16	70,31	2,70	11,14	5,03	7,69	1,13	0,28	0,00	0,07	0,00	0,03	0,03	0,04	0,23	0,04	0,00
17	74,85	1,22	11,70	5,28	4,38	2,10	0,00	0,08	0,03	0,00	0,02	0,00	0,03	0,32	0,00	0,00
18	64,21	6,23	13,07	5,33	7,63	1,24	0,68	0,14	0,20	0,06	0,04	0,00	0,04	0,00	0,00	0,00
19	61,40	8,53	13,97	6,23	6,50	1,05	0,37	0,00	0,22	0,07	0,06	0,18	0,04	0,14	0,00	0,00
20	67,55	4,34	11,64	5,19	8,10	1,26	0,42	0,13	0,17	0,00	0,03	0,04	0,03	0,12	0,00	0,12

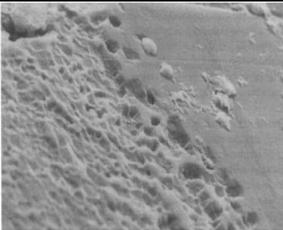
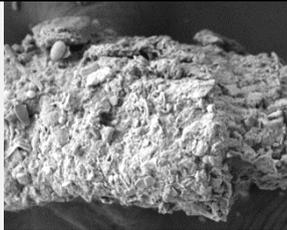
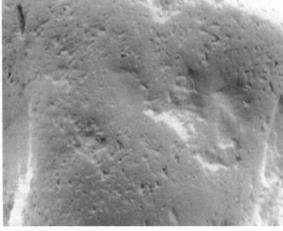
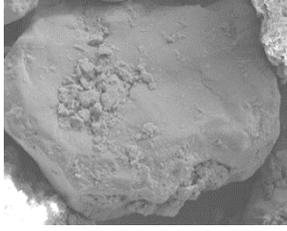
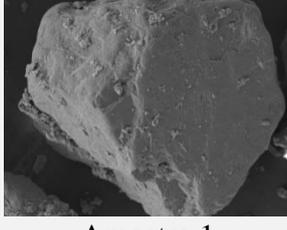
Em estudo desenvolvido por DI MAGGIO (2016) foram apresentados três estudos de caso em que o conteúdo antropogênico do solo representou um indício mais significativo que a sua composição natural. Em uma das situações estudadas, os vestígios de solo coletados nos sapatos do suspeito e na cena do crime continham fragmentos de materiais provenientes de oficinas de carro. Uma vez que estes materiais não estão presentes em todos os ambientes, mas em cenários associados a atividades antropogênicas

específicas, foi possível confrontar e correlacionar os vestígios pela delimitação de sua proveniência. Amostras de solo coletadas de distâncias curtas têm maior probabilidade de serem colocadas no mesmo grupo de amostras usando os resultados de análises física, química e mineralógica, uma vez que a heterogeneidade poderia ser maior em relação às amostras coletadas de longas distâncias (MELO *et al.*, 2008; PRANDEL *et al.*, 2017).

O quartzo foi um dos minerais de comum ocorrência em todas as amostras examinadas. A análise de MEV foi usada para investigar feições de partículas individuais na fração de areia. A morfologia dos grãos de quartzo foi diferenciada de acordo com o grau de intempérie e o grau de transporte dos minerais (Tabela 4). Pode-se observar que superfícies granulosas são geradas em ambientes mais ácidos, denotando um aspecto de corrosão da partícula; enquanto superfícies mais suaves e homogêneas são

típicas de ambientes com impacto fluvial, responsável por promover a abrasão e a suavização mecânica da superfície da partícula. Essas feições são fundamentais na observação de grãos de quartzo de amostras forense, pois a morfologia pode ser confrontada com a natureza química das amostras (obtida por EDX, por exemplo), afirmando ou refutando sua origem (GASPARETTO e CARVALHO, 2002; BARREIROS *et al.*, 2018).

Tabela 4: Diferentes tipos de quartzo de acordo com BULL e MORGAN (2006) e sua correspondência com o grão de areia de quartzo das amostras estudadas obtidas por MEV.

Tipos de quartzo	Descrição	Padrões apresentados por Bull e Morgan (2006)	Grãos de areia de quartzo observados no presente estudo
<b>Tipo I</b>	Grãos muito bem arredondados com características de impacto (originadas por transporte fluvial) e superfície granulosa (causada pelos ácidos do solo e deposição)		 Amostra 9
<b>Tipo II</b>	Grãos bem arredondados com características de impacto subaquoso (como encontrado depois do transporte fluvial) com posterior suavização química		 Amostra 3
<b>Tipo III</b>	Grãos característicos de alto relevo com grãos angulares/subangulares e algumas adições subredondas, sem abrasão de borda, mas posterior suavização química		 Amostra 1

Quanto às análises realizadas por FTIR tradicional e  $\mu$ -FTIR, os resultados para as amostras de solo podem ser observados nos espectros da Figura 4, sob o intervalo de varredura de 4000 a 400  $\text{cm}^{-1}$  e sob uma faixa de absorvância de -0,1 a 0,5 u.a. (unidade arbitrária). De acordo com os reflexos indicados nos espectros,

identificou-se o seguinte perfil mineralógico das amostras: caulinita, apresentando dois picos entre 1600 e 1150  $\text{cm}^{-1}$ ; gibbsita, apresentando um pico predominantemente em 3400  $\text{cm}^{-1}$ ; e quartzo, apresentando duas bandas entre 800 e 400  $\text{cm}^{-1}$ .

Estes minerais são típicos de solos brasileiros, ocorrendo com frequência nos mais variados ambientes, porém, em diferentes proporções (VITORINO *et al.*, 2003; COSTA *et al.*, 2005). A formação do perfil mineralógico contendo esses minerais é favorecida pelo intenso intemperismo atuante sobre o solo, aliado às condições climáticas predominantemente tropicais, que promovem a lixiviação de bases e de sílica do sistema, contribuindo para a formação e a manutenção destes minerais no solo (HORBE *et al.*, 2007; PRANDEL *et al.*, 2019).

Figura 04: Espectro de infravermelho por transformada de Fourier tradicional (FTIR) para a amostra de solo 1, indicando os minerais presentes em vermelho.

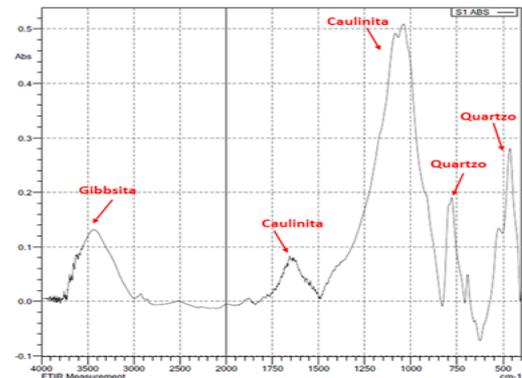
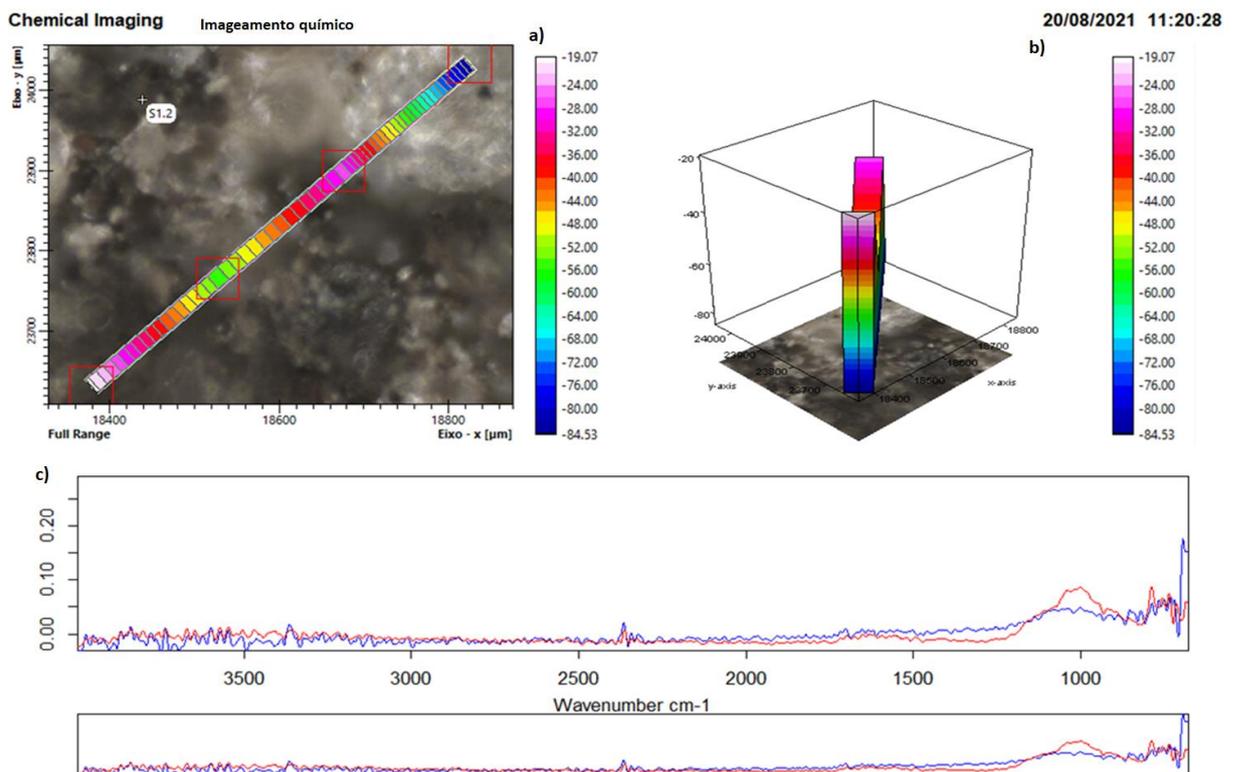


Figura 05 – Micro espectroscopia de infravermelho ( $\mu$ -FTIR) para a amostra de solo 1: a) mapa de imageamento químico bidimensional e b) tridimensional e c) espectro de varredura.



Nas Figuras 5a e 5b são apresentados mapas bidimensionais e tridimensionais, em que as cores indicadas na legenda estão relacionadas aos teores dos elementos químicos que compõem a amostra (variação de -19,07 a -84,53), além de fotografias microscópicas geradas pelo aparelho, com foco em uma

determinada região de leitura da amostra de solo disponibilizada sobre o porta-amostras. Na Figura 5c, observa-se o espectro de varredura para a mesma amostra, variando de 4000 a 800  $\text{cm}^{-1}$ , onde é possível observar a formação de um único patamar, gerado em torno de 1000

$\text{cm}^{-1}$ , característico do mineral caulinita (MÖLLER *et al.*, 2022).

De acordo com o agrupamento verificado na análise tridimensional de componentes principais (PCA) (Figura 6) e no dendrograma de similaridade de Bray-Curtis (Figura 7) verificou-se a formação de quatro grupos distintos, corroborando os quatro pontos cardeais estabelecidos para o município da coleta. Essa discriminação revela a eficiência dos procedimentos de coleta e também das metodologias analíticas empregadas, visto que elas foram capazes de formar os grupos. Conforme a Tabela 2, pode-se associar esses grupamentos às seguintes amostras e locais: local 1) posição leste, amostras 8, 11, 19, 13 e 1 (azul); local 2) posição oeste, amostras 4, 16, 9, 3, e 15 (vermelho); local 3) posição norte, amostras 2, 7, 14, 17 e 10 (verde); local 4) posição sul, amostras 6, 12, 5, 18 e 20 (roxo). Na Figura 6 (a, b) é possível verificar duas rotações referentes as mesmas variáveis obtidas, que foram apresentadas a fim de indicar uma formação de agrupamento independente das amostras ao lado da perspectiva.

Em ambas as perspectivas, foram identificados 4 agrupamentos de 5 amostras cada uma, sendo que quanto mais próximos estão os pontos de cada amostra, mais semelhantes e mais características similares compartilham entre si. O componente principal 1 (PC1) justifica 40,7% da variância observada nas amostras, enquanto que o PC2 justifica em torno de 17,0% da variância. A razão para destacar os dois primeiros componentes principais se refere às maiores variâncias observadas para estes componentes, que permite observar quais variáveis foram determinantes na dissimilaridade e no agrupamento das amostras estudadas. Adicionalmente, esses valores refletem feições do solo que variam entre ambientes, e, conseqüentemente, dispersam as amostras nos agrupamentos verificados. Exemplos de variantes podem ser diferenças pontuais nos locais de coleta, como teor de umidade, variação da decomposição de componentes vegetais e animais, posição do solo ao longo da paisagem, dentre outros. Os resultados mostram que através desses agrupamentos, é possível prever o local de origem de uma amostra de solo questionada.

Figura 06 – Agrupamento e dispersão de amostras em análise de componentes principais (PCA) sob duas rotações distintas, em sistema tridimensional (a, b). As cores indicadas pelos clusters (azul, verde, vermelho e roxo) se referem aos grupos de amostras para cada local

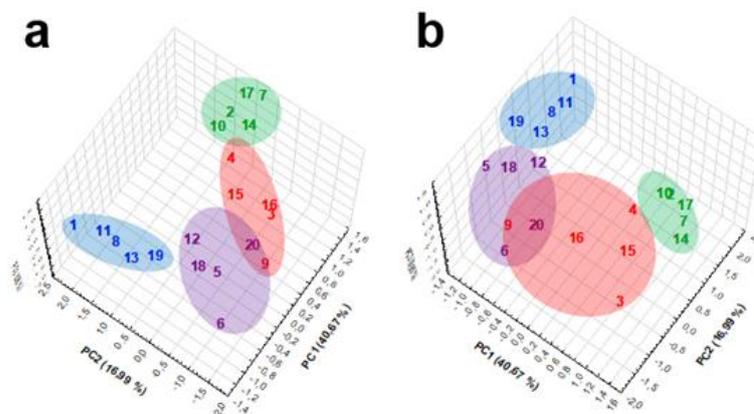
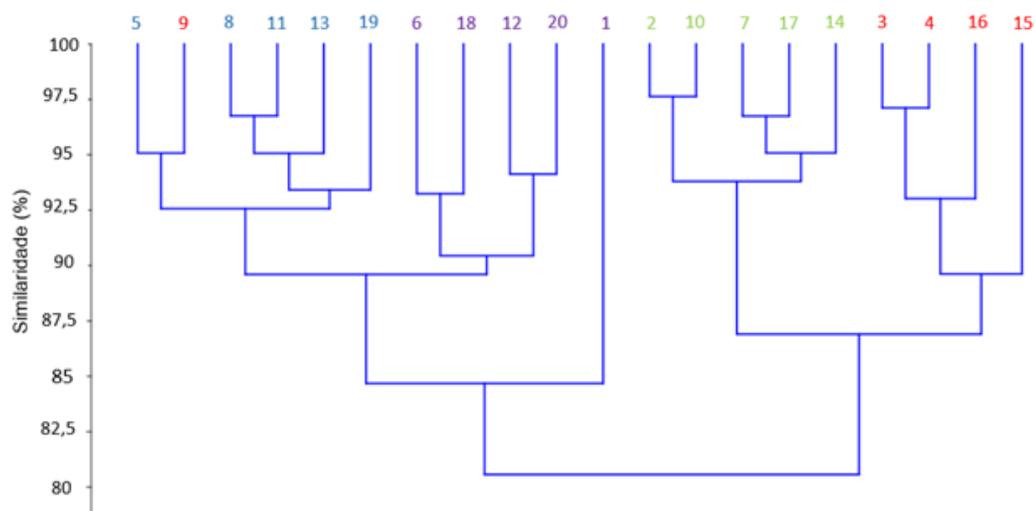


Figura 07 – Dendrograma de *Bray-Curtis* contendo o índice de similaridade (%) entre as amostras. As cores das amostras (azul, verde, vermelho e roxo) se referem aos grupos de amostras para cada local de coleta



No dendrograma de similaridade (Figura 7), as amostras posicionadas lado a lado preservam maior quantidade de características similares entre si, e essa similaridade pode ser observada conforme a altura da ligação estabelecida (indicada pelo índice de similaridade no eixo y da figura). É interessante notar que a disposição das amostras obedece, quase integralmente, o agrupamento formado na análise de componentes principais, sendo, portanto, resultados complementares que se corroboram entre si.

Ao observarmos o maior índice de similaridade observado entre as amostras na Figura 7, é possível verificar que as amostras 2 e 10 apresentaram o valor mais elevado (em torno de 97,5%), concordando com a proximidade destas amostras na análise tridimensional de PCA. Enquanto a PCA trata-se de uma análise visual e qualitativa para observação de grupos e de variâncias dos componentes principais (Figura 6), o dendrograma de similaridade funciona como uma análise quantitativa (Figura 7), trazendo valores em porcentagens para a semelhança das amostras.

Em cinco investigações criminais de homicídios, FITZPATRICK *et al.* (2017) descrevem tanto crimes tentados

quanto consumados; abuso sexual e sequestro em que a análise do solo se tornou essencial no entendimento dos delitos, onde a cor, textura, granulometria, composição química, mineralógica e antropogênica do material foi capaz de indicar alto grau de compatibilidade dos vestígios questionados.

De acordo com PRANDEL *et al.*, (2019), em um estudo com técnicas espectroscópicas de fluorescência de raios-X por energia dispersiva (EDXRF) e infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) para discriminar amostras de solo coletadas no sul do Brasil, o principal resultado encontrado foi a separação dos solos coletados em bairros desenvolvidos sobre o mesmo material de origem e a separação dos solos coletados nos horizontes A e B do mesmo perfil de solo, tendo o maior grau de similaridade no agrupamento de amostras coletadas no mesmo local de 98,6%. Ainda foi observado que o efeito da matéria orgânica na composição química, e características mineralógicas do horizonte A, foi importante na dinâmica de agrupamento das amostras, qualificando a pesquisa como excelente potencial no contexto forense.

Em um trabalho de dois estudos de caso, FITZPATRICK *et al.* (2009) investigaram um crime no qual dois suspeitos teriam fugido do local após causarem um acidente de trânsito. Durante a fuga, um deles foi visto atravessando um rio e desaparecendo em seguida. Posteriormente, esse indivíduo foi preso pela polícia local e seus sapatos foram apreendidos para análise do solo aderido. Para fins de comparação, foram amostrados os sedimentos fluviais (camadas de partículas minerais e orgânicas finamente granuladas que se depositam no fundo de corpos de água) do local por onde o indivíduo passou, além de outros locais citados como álibis. Análises desses dois materiais de solo usando descritores morfológicos do solo, métodos microscópicos, difração de raios-X e espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier, indicaram que o solo da margem do rio e o solo nos sapatos do suspeito eram semelhantes.

Em pesquisa desenvolvida com solos forenses no estado do Paraná, MELO *et al.*, (2019) realizaram análise mineralógica e química sequencial para avaliar uma quantidade limitada de vestígios de solo coletados a partir do veículo de um suspeito de feminicídio. Além dessas técnicas, também se realizou análise de difração de raios-X (DRX) na fração areia (com aproximadamente 0,3 g de amostra). A comparação entre os dados de DRX das amostras foi realizada inicialmente dentro de cada grupo de amostras, a fim de verificar a homogeneidade do padrão de pico entre as amostras do mesmo local.

Ainda, segundo os autores, ficou claro a partir do exame dos dois padrões de difração que os locais puderam ser claramente diferenciados: as amostras coletadas na cidade de Curitiba (usada para aumentar a amostragem de solo e a comparabilidade), e na cidade de Colombo (cidade onde o suspeito morava) continham apenas quartzo na fração areia,

enquanto as amostras coletadas na Serra do Mar, à beira da Estrada da Graciosa (onde o corpo da vítima foi encontrado), a amostra coletada no veículo do suspeito, continha um conjunto de quartzo e feldspato potássico. Não houve compatibilidade de composição mineralógica entre a fração areia das amostras do entorno da Estrada da Graciosa e as amostras de Curitiba e Colombo. Todos os resultados das análises de solo confirmam a hipótese de que o solo recuperado do veículo do suspeito, apreendido pela Polícia Civil de Colombo (PR), teria origem em fonte comum como a terra que se localizava na orla da Rodovia da Graciosa, próximo do local onde o corpo da vítima foi descartado.

A coleta de amostras em distintos locais se mostrou um desafio no processo de distinção com base na metodologia proposta, dada a grande similaridade entre o material de origem formador dos solos da região. No entanto, com base em uma metodologia padronizada de coleta de amostras de solo em contexto forense simulado, foi possível reduzir diferenças amostrais entre os locais, contribuindo grandemente para o prosseguimento dos exames analíticos. O estabelecimento da sequência de análises laboratoriais e mesmo a escolha de determinados equipamentos corroborou com a coleta padronizada, apresentando resultados satisfatórios quando à discriminação das amostras estudadas. Foi possível investigar as características mais discrepantes entre as amostras, particularmente sua composição química e mineralógica, e, a partir destes dados, indicar sua mais provável origem.

## 5 CONCLUSÕES

O protocolo de coleta e análise apresentado nesta pesquisa pode ser aplicado na forma de assistência em casos forenses reais, uma vez que oferece um potencial nítido de diferenciação entre as amostras, auxiliando nas etapas da

investigação e possível elucidação dos eventos associados à dinâmica criminal. Estudos de casos ilustram que o exame do solo pode ser muito complexo devido à grande diversidade e heterogeneidade das amostras, além de alguns precisarem de coletas mais específicas. As coletas e interpretações dos testes e métodos forenses do solo precisam seguir um protocolo específico e sempre com amostras para comparação. Novos incrementos de análises e equipamentos podem ser agregados às metodologias usuais de análises de solo, por isso a importância de estudos de casos e/ou suas atualizações, além de abordagens como análises de matéria orgânica do solo, por exemplo, e novos métodos estatísticos e matemáticos na aplicação dos resultados.

#### AGRADECIMENTOS

Os autores agradecem aos alunos Rosinei Silva Santos e Mariana Pereira Aguiar pela inestimável ajuda na coleta das amostras de solo e realização de análises. Adicionalmente, agradecemos à Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) e ao Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq) pela concessão das bolsas de estudo para os autores da pesquisa.

#### REFERÊNCIAS

AITKENHEAD, Matt; COULL, Malcolm; DAWSON, Lorna Anne. Predicting Sample Source Location from Soil Analysis Using Neural Networks. **Environmental Forensics**, v. 14, p. 281–292, 2013. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1080/15275922.2014.930764>. Acesso em: 20 maio 2023.

AZIZ, R. A.; RAHIM, S. A.; SAHID, I.; IDRIS, W. M. R. Speciation and Availability of Heavy Metals On Serpentinized Paddy Soil and Paddy Tissue. **Procedia - Social and Behavioral**

**Sciences**, v. 195, p. 1658–1665, 2015. Elsevier B.V. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.sbspro.2015.06.235>.

BARREIROS, André Mateus, OLIVEIRA, Deborah; NAKASHIMA, Paulo; QUEIROZ NETO, José Pereira; ALVES, Grace Bungenstab; PINHEIRO, Marcos Roberto; ANDRADE, José Antonio; Características Granulométricas e Morfológicas das Areias de Solos sobre Arenitos e Basaltos em Florai/PR. **Revista do Departamento de Geografia – Volume Especial**, 2018. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.11606/rdg.v0ispe.142698>. Acesso em: 13 jun 2023.

BARRÓN, V.; MELLO, J.W.V. & TORRENT, J. Caracterização de óxidos de ferro em solos por espectroscopia de Reflectância Difusa. In: NOVAIS, R.F.; ALVAREZ V., V.H. & SCHAEFER, C.E.G.R., eds. Tópicos em ciência do solo. Viçosa, Sociedade Brasileira de Ciência do Solo, 2000. v.1, p.139-162.

BAVEYE, Philippe; LABA, Magdeline. Visible and near-infrared reflectance spectroscopy is of limited practical use to monitor soil contamination by heavy metals. **Journal of Hazardous Materials**, n. 285, p. 137–139, 2015. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jhazmat.2014.11.043>. Acesso em: 07 jun 2023.

BUATIER, Martine; SOBANSKA, Sophie; ELSASS, Françoise. TEM-EDX investigation on Zn- and Pb-contaminated soils'. **Applied Geochemistry**, v. 16, n. 9–10, p. 1165–1177, 2001. Disponível em: [http://dx.doi.org/10.1016/S0883-2927\(01\)00015-4](http://dx.doi.org/10.1016/S0883-2927(01)00015-4). Acesso em: 17 jun 2023.

BULL P.A., MORGAN. R.M. 2006. Sediment Fingerprints: A forensic technique using quartz sand grains. *Science and Justice* 46 (2): 107-124

- CALDERÓN, Francisco; HADDIX, Michelle; CONANT, Richard; MAGRINI-BAIR, Kimberly; PAUL, Eldor. Diffuse-Reflectance Fourier-Transform Mid-Infrared Spectroscopy as a Method of Characterizing Changes in Soil Organic Matter. **Soil Science Society of America Journal**, v. 77, n. 5, p. 1591–1600, 2013. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.2136/sssaj2013.04.0131>. Acesso em: 01 jun 2023.
- CENGIZ, Salih; KARAKA, Ali Cengiz; ÇAKIR, İsmail; ÜNER, Bülent; SEVINDIK, Aytekin. SEM-EDS analysis and discrimination of forensic soil. **Forensic Science International**, v. 141, n. 1, p. 33–37, 2004. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.forsciint.2003.12.006>. Acesso em: 09 jun 2023.
- CUNHA, Noel Gomes; SILVEIRA, Ruy José da Costa. **Estudo dos solos do município de pelotas**. Pelotas: EMBRAPA/ CFACT, Ed. UFPEL, p. 50, 1996. Disponível em: <https://www.infoteca.cnptia.embrapa.br/bitstream/doc/739840/7/Pelotas.pdf>. Acesso em: 15 jun 2023.
- COSTA, Marcondes Lima; DO CARMO, Mariléia Silva; BEHLING, Hermann. Mineralogia e geoquímica de sedimentos lacustres com substrato laterítico na Amazônia brasileira. **Revista Brasileira de Geociências**, v. 35, n. 2, p. 165-176, 2005. Disponível em: <https://www.ppegeo.igc.usp.br/index.php/rbg/article/view/9445>. Acesso em: 20 jun 2023.
- DAWSON, Lorna Anne; MACDONALD, Lynne; RITZ, Karl. Plant wax compounds and soil microbial DNA profiles to ascertain urban land use type. **Geological Society Special Publication**, v. 492, n. 1, p. 249–260, 2019. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1144/SP492-2018-65>. Acesso em: 22 jun 2023.
- DI MAGGIO, Rosa Maria. Geological Analysis of Soil and Anthropogenic Material. Three Case Studies. In: Kars H., van den Eijkel L. (eds) **Soil in Criminal and Environmental Forensics. Soil Forensics**, 2016. Springer, Cham. Disponível em: [https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-319-33115-7\\_3](https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-3-319-33115-7_3). Acesso em: 29 jun 2023.
- FERREIRA, Edilene Cristina; FERREIRA, Ednaldo José; VILLAS-BOAS, Paulino Ribeiro; SENESI, Giorgio Saverio; CARVALHO, Camila Miranda; ROMANO, Renan Arnon; MARTINETO, Ladislau; MILORI, Débora Marcondes Bastos Pereira. Novel estimation of the humification degree of soil organic matter by laser-induced breakdown spectroscopy. **Spectrochimica Acta - Part B Atomic Spectroscopy**, v. 99, p. 76–81, 2014. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1016/j.sab.2014.06.016>. Acesso em 24 jun 2023.
- FITZPATRICK, Robert William; RAVEN Mark; FORRESTER, Sean. **A Systematic Approach to Soil Forensics: Criminal Case Studies Involving Transference from Crime Scene to Forensic Evidence**. In: RITZ, Karl; DAWSON, Lorna Anne; MILLER, Dean (eds) **Criminal and Environmental Soil Forensics**, 2009. Springer, Dordrecht. Disponível em: [https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-1-4020-9204-6\\_8](https://link.springer.com/chapter/10.1007/978-1-4020-9204-6_8). Acesso em 26 jun 2023.
- FITZPATRICK, Robert William; RAVEN, Mark; SELF, Peter. The role of pedology and mineralogy in providing evidence for 5 crime investigations involving a wide range of earth materials. **Episodes**. v. 40, p. 148-156, 2017. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.18814/epiiugs/2017/v40i2/017017>. Acesso em: 28 jun 2023.
- GALINDO, Antonio Carlos. Origem dos megacristais de K-feldspato do granito de

- Monte das Gameleiras, Rio Grande do Norte/Paraíba, Brasil. **Revista Brasileira de Geociências**, v. 18, n. 4, p. 417- 423, 1988. Disponível em: <https://www.ppegeo.igc.usp.br/index.php/rbg/article/download/11452/10906>. Acesso em: 27 jun 2023.
- GASPARETTO, Nelson Vicente Lovatto; CARVALHO, Adilson. Origem e Morfologia dos Grão de Quartzo da Cobertura Pedológica na Região Nordeste do Paraná – PR. **Pesquisas em Geociências**, Instituto de Geociências, UFRGS, Porto Alegre, 2002. Disponível em: <http://seer.ufrgs.br/PesquisasemGeociencias/article/view/20294>. Acesso em 23 jun 2023.
- HORBE, Adriana Maria Coimbra; PAIVA, Mara Rúbia Pereira; MOTTA, Marcelo Batista; HORBE, Marco Antonio. Mineralogia e geoquímica dos perfis sobre sedimentos neógenos e quaternários da bacia do Solimões na região de Coari – AM. **Acta Amazonica**, v. 37, n. 1, p. 81-90, 2007. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0044-59672007000100009>. Acesso em 25 jun 2023.
- KRUGE, M. A.; LARA-GONZALO, A.; GALLEGO, J. L. R. Environmental forensics of complexly contaminated sites: A complimentary fingerprinting approach. **Environmental Pollution**, v. 263, 2020.
- MA, Wenbo et al. Adhesion force measurements between deep-sea soil particles and metals by in situ AFM. **Applied Clay Science**, v. 148, p. 118–122, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.clay.2017.08.011>. Acesso em 03 jun 2023.
- MARUMO, Yoshiteru. Forensic Examination of Soil Evidence. **Journal of Japanese Society for Forensic Science and Technology**, v. 7, n. 2, p. 95–111, 2003. Disponível em: [https://www.jstage.jst.go.jp/article/jasti/7/2/7\\_2\\_95/\\_pdf](https://www.jstage.jst.go.jp/article/jasti/7/2/7_2_95/_pdf). Acesso em 25 jun 2023.
- MCVICAR, Michael; GRAVES, William. The forensic comparison of soils by automated scanning electron microscopy. **Journal of the Canadian Society of Forensic Science**, v. 30, n. 4, p. 241–261, 1997. Disponível em: <https://doi.org/10.1080/00085030.1997.10757104>. Acesso em 21 jun 2023.
- MELO, Vander Freitas; BARBAR, Leila Chamma; ZAMORA, Patrício; SCHAEFER, Carlos; CORDEIRO, Gilcéia. Chemical, physical and mineralogical characterization of soils from the Curitiba Metropolitan Region for forensic purpose. **Forensic Science International**, v. 179, n. 2–3, p. 123–134, 2008. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.forsciint.2008.04.028>. Acesso em 11 jun 2023.
- MELO, Vander de Feitas; TESTONI, Samara Alves; DAWSON, Lorna Anne; LARA, Alexandre Guilherme; SALVADOR, Fábio Augusto da Silva. Can analysis of a small clod of soil help to solve a murder case?, **Science & Justice**, v.59, n. 6, p. 667-677, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.scijus.2019.06.008>. Acesso em: 09 jun 2023.
- MELO, V. F.; OLIVEIRA, J. C. DE; BATISTA, A. H.; CHEROBIM, V. F.; FAVARETTO, N. Goethite and hematite in bichromic soil profiles of southern Brazil: Xanthization or yellowing process. **Catena**, v. 188, n. September 2019, 2020.
- MELO, Vander de Feitas; TESTONI, Samara Alves; DAWSON, Lorna Anne; SALVADOR, Fábio Augusto da Silva. Sand fraction is not suitable for forensic investigations in subtropical soils. **Revista Brasileira de Ciencia do Solo**, v. 44, p. 1–15, 2020. Disponível em:

<https://doi.org/10.36783/18069657rbcs20190174>. Acesso em 15 maio 2023.

MELO, Vander Freitas; NOVAIS, Roberto Ferreira; FONTES, Mauricio; SCHAEFER, Carlos Ernesto. Potássio e Magnésio em minerais das frações areia e silte de diferentes solos. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 24, p. 269-284, 2000. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/S0100-06832000000200004>. Acesso em 03 maio 2023.

MÖLLER, Julia; HEISEL, Ingrid; VIZSOLYI, Eva; OSTER, Jakob; AGARWAL, Seema; LAFORSCH, Christian; LÖDER, Martin. Tackling the Challenge of Extracting Microplastics from Soils: A Protocol to Purify Soil Samples for Spectroscopic Analysis. **Environmental Toxicology and Chemistry**, v. 41, n. 4, p. 844–857, 2022. Disponível em: <https://doi.org/10.1002/etc.5024>. Acesso em 15 maio 2023.

MELVILLE M.D.; ATKINSON, G. Soil color: its measurement and its designation in models of uniform color space. *Journal of Soil Science*, Ottawa, v.36, p.495-512, 1985

MORETTI, Laura; CONFICCONI, Massimiliano; NATALI, Stefano; D'ANDREA, Antonio. Statistical analyses of SEM-EDS results to predict the quantity of added quicklime in a treated clayey soil **Construction and Building Materials**, v. 253, p. 118852, 2020. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.118852>. Acesso em 25 junho 2023.

MUNSELL SOIL COLOR COMPANY. **Munsell soil color charts**, Baltimore, 1975. 1v. 117p.

PAETSCH, Lydia; MUELLER, Carsten; RUMPEL, Cornelia; ANGST, Sarka; WIESHEU, Alexandra; GIRARDIN, Cyril;

IVLEVA, Natalia; NIESSNER, Reinhard; KÖGEL-KNABNER, Ingrid. A multi-technique approach to assess the fate of biochar in soil and to quantify its effect on soil organic matter composition. **Organic Geochemistry**, v. 112, p. 177–186, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.orggeochem.2017.06.012>. Acesso em 25 maio 2023.

PIRES, L. F.; PRANDEL, L. V.; SAAB, S. DA C.; BRINATTI, A. M. A novel approach based on X-ray fluorescence and photon attenuation to the analysis of soils for forensic investigation. **Revista Brasileira de Ciencia do Solo**, v. 46, n. April, 2022.

PIRRIE, Duncan; DAWSON, Lorna Anne; GRAHAM, Giles. Predictive geolocation: Forensic soil analysis for provenance determination. **Episodes**, v. 40, n. 2, p. 141–147, 2017. Disponível em: <https://doi.org/10.18814/epiiugs/2017/v40i2/017016>. Acesso em 25 jun 2023.

PIRRIE, D.; PIDDUCK, A. J.; CREAN, D. E.; NICHOLLS, T. M.; AWBERY, R. P. Identification and analysis of man-made geological product particles to aid forensic investigation of provenance in the built environment. **Forensic Science International**, v. 305, 2019. Elsevier Ireland Ltd.

PRANDEL, Luis Valerio; MELO, Vander Freitas; BRINATTI, André; SAAB, Sérgio; SALVADOR, Fábio Augusto da Silva. X-ray Diffraction and Rietveld Refinement in Deferrified Clays for Forensic Science. **Journal of Forensic Sciences**, v. 63, n. 1, p. 251–257, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1111/1556-4029.13476>. Acesso em 20 jun 2023.

PRANDEL, Luis Valério; MELO, Vander Freitas; TESTONI, Samara Alves; BRINATTI, Andre Mauricio; SAAB, Sérgio da Costa; DAWSON, Lorna Anne;

- Spectroscopic techniques applied to discriminate soils for forensic purposes, **Soil Research**, CSIRO, v. 58, n. 2, p. 151-160, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1071/SR19066>. Acesso em 14 jun 2023.
- RAVANSARI, Roozbeh.; LEMKE, Lawrence. Portable X-ray fluorescence trace metal measurement in organic rich soils: pXRF response as a function of organic matter fractio. **Geoderma**, v. 319, n. 1, p. 175–184, 2018. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.geoderma.2018.01.011>. Acesso em 12 jun 2023.
- PROCTER, F. A.; SWINDLES, G. T.; BARLOW, N. L. M. Examining the transfer of soils to clothing materials: Implications for forensic investigations. **Forensic Science International**, v. 305, 2019. Elsevier Ireland Ltd.
- RUFFELL, A.; MCKINLEY, J. Forensic geoscience: applications of geology, geomorphology and geophysics to criminal investigations. **Earth-Science Reviews**, v. 69, n. 3–4, p. 235–247, mar. 2005.
- SCHULZE, D.G. et al. Significance of organic matter in determining soil colors. In: BIGHAM, J.M.; CIOLKOSZ, E.J. Soil color. Madison: **Soil Science Society of America**, 1993. p.71-90. (Special Publication, 31).
- SOUSA, R. O.; CAMARGO, F. A. O.; VAHL, L. C. Solos alagados (reações de redox). **Fundamentos de química do solo**, v. 5, p. 178-201, 2012.
- SHARMA, Vishal; CHAUHAN, Rohini; KUMAR, Raj. Spectral characteristics of organic soil matter: A comprehensive review. **Microchemical Journal**, v. 171, p. 106836, 2021. Disponível em: <https://doi.org/10.1016/j.microc.2021.106836>. Acesso em 18 jun 2023.
- TESTONI, Samara Alves; MELO, Vander Freitas; DAWSON, Lorna Anne; SALVADOR, Fábio Augusto da Silva; PRANDEL, Luis Valerio. Evaluation of forensic soil traces from a crime scene: Robbery of a safety deposit box in Brazil. **Geological Society Special Publication**, v. 492, n. 1, p. 181–196, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1144/SP492-2019-35>. Acesso em 08 jun 2023.
- TESTONI, Samara Alves; MELO, Vander Freitas; DAWSON, Lorna Anne; SALVADOR, Fábio Augusto da Silva; KUNII, Paulo Akira. Validation of a standard operating procedure (SOP) for forensic soils investigation in Brazil. **Revista Brasileira de Ciencia do Solo**, v. 43, p. 1–18, 2019. Disponível em: <https://doi.org/10.1590/18069657rbc20190010>. Acesso em 04 jun 2023.
- TESTONI, Samara Alves; MELO, Vander Freitas; DAWSON, Lorna Anne; MALAKOSKI, Joice, CUNICO, Edimar; JUNQUEIRA NETO, Jorge. The Use of a Sequential Extraction Technique to Characterize Soil Trace Evidence Recovered from a Spade in a Murder Case in Brazil. **Journal of Forensic Sciences**, v. 65, n. 6, p. 1921–1934, 2020 Disponível em: <https://doi.org/10.1111/1556-4029.14491>. Acesso em 02 jun 2023.
- TIGHE, M.; FORSTER, N.; GUPPY, C.; et al. Georeferenced soil provenancing with digital signatures. **Scientific Reports**, v. 8, n. 1, p. 1–9, 2018. Springer US. Disponível em: <http://dx.doi.org/10.1038/s41598-018-21530-7>.
- VITORINO, Antonio Carlos Tadeu; FERREIRA, Mozart Martins; CURI, Nilton; LIMA, José Maria; SILVA, Marx Leandro Naves; MOTTA, Paulo Emílio Ferreira. Mineralogia, química e estabilidade de agregados do tamanho de silte de solos da Região Sudeste do Brasil,

**Pesquisa Agropecuária Brasileira**, v. 38, n. 1, p. 133-141, 2003. Disponível em: <https://seer.sct.embrapa.br/index.php/pab/article/view/6555>. Acesso em 07 jun 2023.

ZENG, R.; ROSSITER, D. G.; ZHAO, Y. G.; LI, D. C.; ZHANG, G. L. Forensic soil source identification: comparing matching by color, vis-NIR spectroscopy and easily-measured physio-chemical properties. **Forensic Science International**, v. 317, 2020.