

## ANÁLISE DE FRAGMENTOS CARBONIZADOS DE UM CASO DE HOMICÍDIO EM DOM FELICIANO, RIO GRANDE DO SUL

### ANALYSIS OF CARBONIZED FRAGMENTS FROM A HOMICIDE CASE IN DOM FELICIANO, RIO GRANDE DO SUL

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

<sup>2</sup>Marcely E. Oliveira

<sup>3</sup>Wladimir R. Duarte

<sup>4</sup>Lucas S. Rodrigues

<sup>5</sup>Guilherme K. Maron

<sup>6</sup>Neftali L. V. Carreño

<sup>7</sup>Rafael S. Ortiz

<sup>8</sup>Claudio M. P. de Pereira

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

<sup>2</sup>Universidade Federal do Paraná – centro Politécnico. E-mail: marcelyecheverria@gmail.com

<sup>3</sup>Instituto Geral de Perícias (IGP) – Pelotas/RS. E-mail: wladimirduarte@yahoo.com.br

<sup>4</sup>Universidade Federal de Pelotas – *campus* Anglo. E-mail: lucasdasilva.r@icloud.com

<sup>5</sup>Universidade Federal de Pelotas – *campus* Anglo. E-mail: g\_maron@hotmail.com

<sup>6</sup>Universidade Federal de Pelotas – *campus* Anglo. E-mail: nlv.carreno@gmail.com

<sup>7</sup>Departamento de Polícia Federal – Setor Técnico-Científico. E-mail: ortiz.rs@gmail.com

<sup>8</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 07/10/2023 e publicado em 07/10/2023.

**Resumo:** Cinzas e materiais relacionados, como artefatos, fragmentos metálicos e ossos encontrados em cenas de crime, podem constituir importantes evidências para elucidar investigações criminais. Quando submetidos a diversas análises, estes materiais podem fornecer uma associação entre uma pessoa ou um objeto a uma cena de crime. O objetivo deste trabalho foi avaliar fragmentos sólidos encontrados nas cinzas recuperadas de uma cena de crime ocorrida no município de Dom Feliciano, Estado do Rio Grande do Sul, Sul do Brasil. A espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (EDX) e a microscopia eletrônica de varredura (MEV) foram realizadas para avaliar as composições químicas dos fragmentos sólidos presentes nas cinzas e para investigar a morfologia daqueles mais similares à fragmentos ósseos, a fim obter um corpo de prova em um caso de homicídio. Os resultados revelaram que a composição semi-quantitativa elementar dos fragmentos sólidos foi correlacionada com sucesso com materiais ósseos, contendo P e Ca como elementos principais. Posteriormente, foi possível associar os fragmentos ósseos com o corpo humano, com base nos detalhes morfológicos obtidos por MEV, principalmente devido ao diâmetro dos canais de Haver, os quais tendem a ser maiores em comparação aos mesmos canais encontrados em outros mamíferos. Portanto, as análises de EDX e MEV permitiram uma descrição robusta do material estudado por meio de inferências detalhadas e claras sobre sua origem, permitindo elucidar os eventos ligados ao caso de homicídio, e criando assim, um corpo de prova no caso criminal.

**Palavras-chave:** fósforo; Canais de Haver; morfologia; caracterização química; ossos.

**Abstract:** Ashes and related materials, such as artifacts, metal fragments and bones found at crime scenes, can constitute important evidence to elucidate criminal investigations. When subjected to various analyses, these materials can provide an association between a person or an object to a crime scene. The objective of this work was to evaluate solid fragments found in the ashes recovered from a crime scene that occurred in the municipality of Dom Feliciano, State of Rio Grande do Sul, Southern Brazil. Energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) and scanning electron microscopy (SEM) were performed to evaluate the chemical compositions of the solid fragments present in the ashes and to investigate the morphology of those most similar to bone fragments, in order to obtain a evidence in a homicide case. The results revealed that the elemental semi-quantitative composition of the solid fragments was successfully correlated with bone materials containing P and Ca as main elements. Subsequently, it was possible to associate the bone fragments with the human body, based on the morphological details obtained by SEM mainly due to the diameter of Haver's canals, which tend to be larger compared to the same canals found in other mammals. Therefore, the EDX and SEM analyzes allowed a robust description of the material studied through detailed and clear inferences about its origin, allowing to elucidate the events linked to the homicide case, and thus creating a body of evidence in the criminal case.

**Keywords:** phosphor; Haver Canals; morphology; chemical characterization; bones.

## 1 INTRODUÇÃO

Cinzas e materiais relacionados, como artefatos, fragmentos metálicos e de ossos encontrados em cenas de crime, podem ser a chave para elucidar investigações criminais. A implementação de diferentes técnicas analíticas para diferenciar materiais ósseos dos não ósseos constitui-se uma das principais tarefas no âmbito criminal, uma vez que a utilização do método correto de análise depende de muitos fatores, entre eles o tipo de material a ser analisado, condição e quantidade da amostra, o tempo de obtenção da amostra, bem como o custo-benefício e a disponibilidade dos equipamentos necessários para a realização da análise (MOHAMED *et al.*, 2017; TIGHE *et al.*, 2018; MELO *et al.*, 2019; TESTONI *et al.*, 2019; TESTONI *et al.*, 2020).

Assim, no caso de materiais altamente fragmentados e tafonomicamente modificados (tafonomia se refere à ciência dedicada ao estudo de materiais biológicos preservados; um exemplo de sua aplicação prática consiste no registro de fósseis), o uso de métodos laboratoriais grosseiros não é adequado para identificar com precisão amostras

desconhecidas, pois pode gerar margens de erros sobre os dados apresentados. Bull *et al.* (2006) discutiram a importância de integrar diferentes técnicas para fornecer precisão forense a uma investigação.

## 2 REFERENCIAL TEÓRICO

Atualmente, um grande número de métodos analíticos usados para investigar a composição de compostos orgânicos e inorgânicos está disponível, como: i) difração de raios-X (DRX) (esta técnica apresenta ampla aplicação para materiais inorgânicos, os quais podem ter sua composição descrita mediante a interação de seus compostos com feixes de raios-X; dentre os principais usos do DRX pode-se mencionar solos e sedimentos, além de materiais geológicos, como rochas e fragmentos; uma das restrições da técnica está relacionada à escassez de informações químicas, uma vez que fornece apenas uma caracterização geral do cristal, excetuando os teores dos elementos químicos que o compõem); ii) cor espectral por espectroscopia de ultravioleta visível (UV-vis) (técnica amplamente empregada do ponto de vista de caracterização gerais de materiais quanto à sua coloração, podendo ser aplicada em pós reveladores de

impressões digitais, amostras de solos, amostras de material orgânica, dentre outros; assim como na técnica de DRX, sua aplicação é generalista, podendo esta ser uma de suas limitações); iii) análise de distribuição de tamanho de partícula (PSD) (aplicada para avaliar a uniformidade de partículas que compõem um determinado material, sendo de rápida efetivação, não-destrutiva e aplicável em amostras de pequeno a grande tamanho; no entanto, pode apresentar limitações caso a densidade das partículas apresente diferenças que denotem uma deposição preferencial das mesmas, devendo ser cuidadosamente preparadas antes de analisadas); iv) análise elementar (ICP) (o plasma indutivamente acoplado tem grande importância analítica em diversas áreas, pois apresenta uma ampla gama de resultados possíveis, dada sua sensibilidade e método de leitura via estado de plasma dos elementos; sua restrição pode ocorrer no momento do preparo das amostras, que devem ser cuidadosamente diluídas para serem analisadas no equipamento, respeitando a extensão dos pontos da curva de diluição para cada elemento químico); v) fluorescência de raios-X (FRX) (esta técnica é considerada não destrutiva, rápida e de baixo custo, fornecendo informações químicas semi-quantitativas dos elementos que compõem o material amostrado; sua limitação consiste no cunho geral do resultado obtido, que muitas vezes precisa ser complementado com técnicas mais refinadas para uma interpretação mais acurada dos dados); vi) microscopia eletrônica de varredura (MEV) (apresenta grande aplicação na análise da morfologia de partículas, fornecendo dados sobre sua esfericidade, rugosidade, diâmetro e raio de partícula, além de perímetro, dentre outros; uma de suas restrições consiste no manuseio do equipamento, que pode apresentar-se dificultoso na obtenção de dados para indivíduos com pouca experiência no mesmo); vii) análise de isótopos estáveis (apresenta aplicação variada, e, recentemente tem sido utilizada

para investigar a idade e a proveniência de corpos enterrados mediante a avaliação da arcada dentária e da alimentação e da água que o indivíduo consumiu durante sua vida, com base em elementos que funcionam como rastreadores; uma de suas limitações é a dificuldade de interpretação dos dados e de correspondência com o local de proveniência, amplamente variáveis); dentre outros métodos (MITIĆ *et al.*, 2017; MADUREIRA-CARVALHO *et al.*, 2018; PRANDEL *et al.*, 2020; BASARAN e CAPOGLU, 2021; WANG *et al.*, 2021). A combinação de distintas análises não-destrutivas capazes de identificar com precisão materiais como ósseos ou não ósseos é de grande interesse e pode auxiliar significativamente em diversas investigações forenses.

Embora a maioria dos procedimentos de identificação comumente relatados para identificação de materiais ósseos e não ósseos sejam estabelecidos em características anatômicas macroscópicas como a análise histomorfológica, as análises de cinzas e compostos relacionados são mais complexas, pois esse material apresenta degradação em diferentes níveis devido ao processo carbonização sob altas temperaturas, que promove a deterioração das estruturas orgânicas à base de carbono. Alternativamente, compostos normalmente encontrados em cinzas, tais como P e Ca, podem ser identificados por EDX, uma vez que a maioria das pesquisas para diferenciar quimicamente materiais ósseos de não ósseos tem se concentrado nas relações cálcio-fósforo (Ca/P).

Nesse cenário, o uso de análise elementar semi-quantitativa baseada em espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (EDX) torna-se uma alternativa promissora para determinar a composição das amostras, evitando perdas de material normalmente disponível em quantidade limitada. A EDX é uma técnica de baixo custo e não-destrutiva, que pode revelar as

concentrações de elementos em variados tipos de amostras (pó, pasta, sólido, líquido), sem que haja contaminação ou descaracterização das mesmas. Este tipo de técnica vem sendo empregada em numerosos campos das Ciências Forenses (ARENAS *et al.*, 2011; SANTOS *et al.*, 2013; O'ROURKE *et al.*, 2016; do NASCIMENTO-DIAS *et al.*, 2017; OLAOYE *et al.*, 2020). A exemplo, Ubelaker (1978) desenvolveu um dos primeiros trabalhos para determinar a diferenciação de materiais ósseos de não-ósseos a partir de relações elementares de Ca/P em diferentes materiais.

O EDX consiste em uma técnica que pode ser aplicada em materiais já degradados biologicamente, tal como o estudo em questão. Além disso, pode ser utilizado no estudo de ossadas enterradas por longos períodos, apresentando-se eficiente na geração de dados mesmo sob estas condições. De acordo com TESTONI *et al.* (2023), é fundamental utilizar equipamentos e técnicas analíticas que possibilitem a recuperação do material, visando a condução de análises complementares. O uso do EDX, além de preservar a integridade da amostra para uma eventual análise subsequente, destaca-se como uma técnica que oferece uma caracterização química rápida e abrangente dos materiais examinados.

Em combinação com a técnica de EDX, a microscopia eletrônica de varredura (MEV) fornece uma investigação robusta sobre os aspectos morfológicos de vários tipos de materiais (PRITCHARD *et al.*, 2020), sendo útil no fornecimento de características como volume, diâmetro, espessura, e outras medidas morfológicas, como comprimento, largura, ângulo e circunferência do material analisado (ROBISON e KARCHER, 2019; OBIANYO *et al.*, 2020).

Em trabalho desenvolvido com finalidade forense Bull *et al.* (2006) analisaram sedimentos aderidos ao solado de diferentes modelos de calçados a fim de obter uma predição espacial e temporal dos eventos associados a uma cena de crime. Na análise destes materiais, eles verificaram aspectos morfológicos das partículas dos sedimentos aderidos ao solado, sendo possível inferir quando estes sedimentos foram aderidos e a partir de quais locais de suspeita eles pertenciam. Em trabalho similar, Melo *et al.* (2020) estudaram a fração areia de vestígios de solo com microscopia eletrônica de varredura acoplada à espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (MEV-EDX). Feições como rugosidade da superfície da partícula foram capazes de fornecer informações sobre o ambiente de formação do solo, sendo este mais sujeito à componentes ácidos, enquanto superfícies mais homogêneas e menos angulares foram associadas a ambientes pedogênicos com forte abrasão mecânica da água. Estas informações foram úteis no trabalho, uma vez que auxiliaram os pesquisadores na rastreabilidade do material coletado na cena de crime, a partir da análise das feições morfológicas da fração areia do solo.

Neste contexto, este trabalho teve como objetivo aplicar técnicas de EDX e MEV na investigação da composição química e das características morfológicas de fragmentos sólidos encontrados em cinzas coletadas em uma cena do crime ocorrida em Dom Feliciano, Estado do Rio Grande do Sul, a fim de diferenciar materiais ósseos de não ósseos e verificar a correlação destes com fragmentos de ossos humanos.

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Amostras de cinzas foram coletadas de uma cena de crime ocorrida em Dom Feliciano, no Rio Grande do Sul, Sul do Brasil. O crime tratou-se de um caso de homicídio envolvendo uma mulher que

confessou ter matado o marido queimando seu corpo em um forno doméstico. No domicílio da ré confessa, foram recolhidos 14 kg de cinzas de dentro de um forno doméstico, para posterior investigação. As cinzas foram submetidas ao peneiramento grosseiro para avaliação de sua composição visual, e, foram encontrados 4 (quatro) diferentes fragmentos, cuja descrição geral encontra-se na Tabela 1.

Tabela 1 – Descrição dos fragmentos encontrados nas cinzas do local de crime, em Dom Feliciano, Rio Grande do Sul

<b>Fragmento</b>	<b>Descrição</b>
F1	Fragmento similar a osso (maior)
F2	Fragmento similar a osso (menor)
F3	Fragmento similar a adubo (maior)
F4	Fragmento similar a adubo (menor)

As amostras encontradas na etapa de peneiramento das cinzas foram separadas de todo o material e submetidas a uma análise elementar semi-quantitativa por espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (EDX, modelo EDX-720 – *Shimadzu Scientific Instruments*), cujo equipamento estava paramentado com 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 SK. As amostras foram colocadas em porta amostras de material PVC de 25 mm, com auxílio de filme de polipropileno de 5  $\mu$ m de espessura. Uma vez dispostas no equipamento, as amostras foram analisadas nas porções superior e inferior de sua superfície. Para complementar as informações químicas, também foram efetuadas análises morfológicas do material, via microscopia eletrônica de varredura (MEV – modelo TCS SP8, Leica), após a deposição prévia de uma

fina camada de ouro em um metalizador modelo *Denton Vacuum Desk V*. Uma vez detectados teores químicos que comprovem a origem do material coletado nas cinzas como ossos, a análise de MEV teve como objetivo principal avaliar se estes ossos pertencem a humanos ou outros mamíferos, com base na visualização de feições morfológicas específicas, amplamente empregadas no âmbito da Medicina Legal.

De posse dos dados analíticos obtidos por EDX, realizou-se a plotagem dos valores químicos em uma tabela única, a fim de proceder à análise estatística multivariada. Realizou-se análise de componentes principais (PCA) e de índice de similaridade de *Bray-Curtis* para avaliar a correlação entre os materiais analisados, isto é, se compartilham características similares entre si ou não. Gerou-se uma análise de PCA em 3 dimensões, com os componentes principais 1, 2 e 3 sendo responsáveis pela maioria dos dados variância analisada. A mesma matriz também foi testada para agrupamentos do índice de similaridade de *Bray-Curtis*, que tem como objetivo distinguir as amostras em grupos de acordo com a similaridade química e morfológica, enquanto que discrimina amostras com perfis heterogêneos ao longo dos *clusters* (ou agrupamentos) formados.

#### 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A fim de avaliar a presença de fragmentos similares a ossos nas cinzas coletadas na cena do crime, realizou um peneiramento prévio do material, onde foram encontrados quatro tipos de amostras, visualmente distinguíveis por características externas, como porosidade da superfície, cor e tamanho, como pode ser visto na Figura 1.

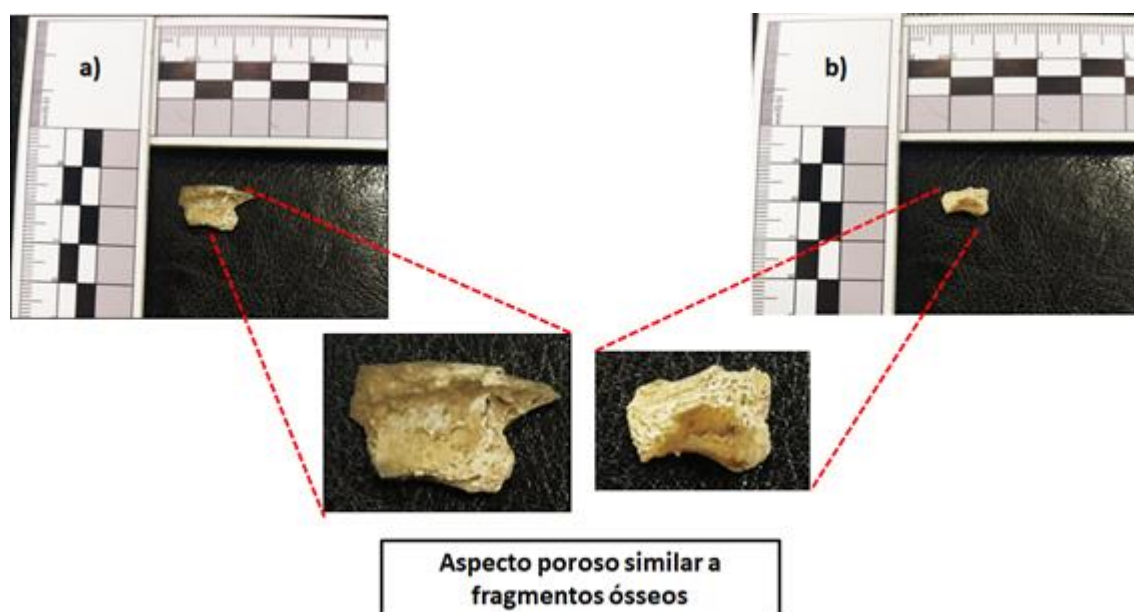
As amostras F1 e F2 (Figura 1) exibiram uma aparência porosa, comumente observada em fragmentos

ósseos, particularmente aqueles que foram sujeitos a prolongados períodos de carbonização. Feita esta avaliação visual preliminar, partiu-se para a confirmação das hipóteses iniciais sobre a conformação destes fragmentos como sendo similares a ossos, via análise de EDX e MEV.

A análise EDX foi realizada nas superfícies superiores e inferiores das amostras e os resultados estão resumidos na Tabela 2. Conforme o perfil químico semi-quantitativo obtido, o principal elemento verificado nas amostras F1 e F2 foi o Ca, seguido pelo P. Os teores expressivos destes elementos eram esperados, dada a hipótese inicial da

natureza do material, indicando que essas amostras podem estar relacionadas a fragmentos ósseos. Contudo, além de Ca e P, também se observou a presença de outros elementos nas amostras analisadas, porém em menor proporção. Já para os fragmentos F3 e F4 (Tabela 1), os principais elementos encontrados foram Ca, K, Fe e Si, confirmando que essas amostras consistem em um material distinto de F1 e F2, possivelmente associando-se a fertilizantes minerais. Da mesma forma, teores reduzidos de outros elementos químicos também foram identificados estas amostras, conforme descrito em detalhes na Tabela 2.

Figura 1. Fotografias em escala dos materiais descritos na Tabela 1. (a) F1 – fragmento ósseo maior; (b) F2 – fragmento ósseo menor



As amostras F1 e F2 (Figura 1) exibiram uma aparência porosa, comumente observada em fragmentos ósseos, particularmente aqueles que foram sujeitos a prolongados períodos de carbonização. Feita esta avaliação visual preliminar, partiu-se para a confirmação das hipóteses iniciais sobre a conformação destes fragmentos como sendo similares a ossos, via análise de EDX e MEV.

A análise EDX foi realizada nas superfícies superiores e inferiores das amostras e os resultados estão resumidos na Tabela 2. Conforme o perfil químico semi-quantitativo obtido, o principal elemento verificado nas amostras F1 e F2 foi o Ca, seguido pelo P. Os teores expressivos destes elementos eram esperados, dada a hipótese inicial da natureza do material, indicando que essas amostras podem estar relacionadas a fragmentos ósseos. Contudo, além de Ca e

P, também se observou a presença de outros elementos nas amostras analisadas, porém em menor proporção. Já para os fragmentos F3 e F4 (Tabela 1), os principais elementos encontrados foram Ca, K, Fe e Si, confirmando que essas amostras consistem em um material distinto de F1 e F2, possivelmente associando-se a fertilizantes minerais. Da mesma forma, teores reduzidos de outros elementos químicos também foram identificados estas amostras, conforme descrito em detalhes na Tabela 2.

Com base na composição elementar semi-quantitativa das amostras obtidas pela análise de EDX, observou-se semelhança entre as amostras F1 e F2, confirmando

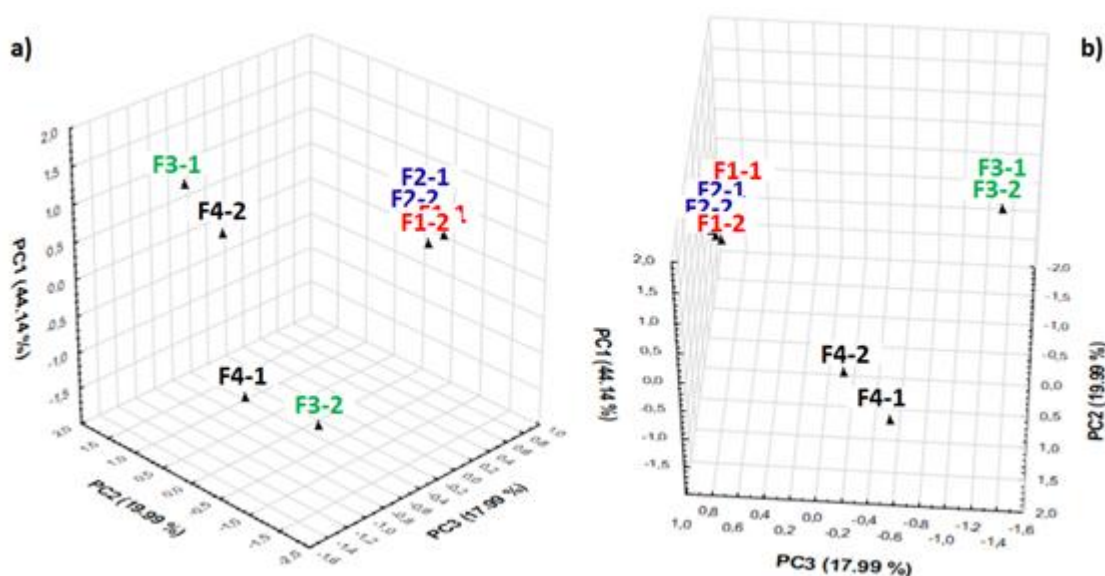
suas características correspondentes. Segundo França (2017), a matriz óssea humana é composta por 20% de matéria orgânica (representando a flexibilidade óssea), 15% de água e 65% de frações inorgânicas (representando a rigidez e resistência óssea), enquanto a composição inorgânica é composta principalmente por P e Ca, além de citrato, Mg, K, Na e cristais de hidroxiapatita. A diferença entre a composição química das amostras F1 e F2 em relação às amostras F3 e F4 evidencia a possibilidade duas primeiras serem fragmentos ósseos, enquanto as demais se assemelham a adubos minerais (SCHOLEY e BURTON, 2017; KÜNZEL *et al.*, 2019; ROBISON e KARCHER, 2019; PRITCHARD *et al.*, 2020).

Tabela 2 – Análise elementar via espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (EDX) dos fragmentos F1, F2, F3 e F4 para os lados 1 e 2, superior e inferior, respectivamente

Elemento	F1-1	F1-2	F2-1	F2-2	F3-1	F3-2	F4-1	F4-2
	%							
Ca	68,91	77,85	80,69	80,77	51,89	50,31	72,52	83,26
P	10,94	14,32	14,07	14,19	0,00	0,51	0,00	0,00
Cl	12,72	3,56	1,43	1,20	0,00	0,00	2,38	0,96
K	6,58	2,97	1,55	1,85	15,29	25,14	6,68	3,17
S	0,30	0,23	0,11	0,21	1,05	0,00	0,24	1,15
Ti	0,19	0,00	0,00	0,00	1,05	0,95	0,30	0,23
Fe	0,17	0,69	0,30	0,26	11,24	12,64	3,51	2,33
Mn	0,08	0,25	0,21	0,18	0,45	4,52	2,00	0,64
Sr	0,06	0,07	0,06	0,06	0,14	1,07	0,80	0,63
Zn	0,04	0,08	0,00	0,00	0,04	0,06	0,10	0,03
Cu	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00	0,13	0,03	0,04
Zr	0,00	0,00	0,00	0,00	0,27	0,08	0,07	0,03
Si	0,00	0,00	1,59	1,29	18,20	4,49	10,40	7,35
Rb	0,00	0,00	0,00	0,00	0,21	0,05	0,07	0,06

Os dados de EDX foram investigados na análise multivariada de PCA, em que o principal objetivo consiste na redução da proporção dos dados sem que haja perda das informações discriminantes, visando representar a maior parte da variância descrita pelas variáveis originais com um pequeno número de novos fatores (ou vetores), denominados componentes principais (PC). Os resultados da PCA exibidos em diferentes perspectivas (três dimensões) são mostrados na Figura 2. É possível observar um agrupamento próximo das amostras, principalmente para os fragmentos F1 e F2 (destacados em vermelho e azul, respectivamente), demonstrando que grande parte de suas características são similares e compartilháveis entre si.

Figura 2 – Análise de componentes principais (PCA) para o conjunto de fragmentos analisados (F1, F2, F3, F4, para ambos os lados 1 e 2) (Tabela 1, 2) via espectroscopia de raios-X por energia dispersiva (EDX)



A maior parte da variância relacionada aos agrupamentos pode ser explicada pelos três primeiros componentes principais (PC1, PC2 e PC3), sendo que PC1 apresentou mais da metade da variância total (82,13%), atingindo 44,14%, enquanto PC2 e PC3 apresentaram 19,99 e 17,99%, respectivamente.

De acordo com os agrupamentos verificados na análise PCA (Figura 2), foi possível observar um comportamento semelhante para o dendrograma de índice de similaridade de Bray-Curtis (Figura 3), o qual dispôs as amostras F1 e F2 próximas entre si, com porcentagem de similaridade superior a 95%. Para os fragmentos F3 e F4, o comportamento também seguiu o demonstrado na PCA, em que as amostras se posicionaram mais dispersas entre si, evidenciando as diferenças químicas obtidas por EDX. A dispersão pode ser confirmada pelo menor

índice de similaridade no dendrograma, em torno de 85%.

Uma vez confirmada a hipótese de os fragmentos apresentarem composição química similar a ossos, procedeu-se à análise de microscopia eletrônica de varredura a fim de diferenciar os fragmentos ósseos entre humanos e de outros mamíferos. Esta diferenciação foi suportada em feições morfológicas fornecidas pela análise de MEV, tais como diâmetro de orifícios, espessuras e comprimentos do material, dentre outros.

Foram obtidas imagens variadas dos fragmentos F1, F2, F3 e F4 via MEV, sob uma tensão de 8kV, distância de trabalho de 9 a 19 mm, magnificação de 22 a 3000x, em uma escala que varia de 5  $\mu\text{m}$  a 1,0 mm. As imagens selecionadas para cada fragmento podem ser observadas nas figuras 4 a 6.



Figura 3 – Dendrograma de índice de similaridade de Bray-Curtis para o conjunto de fragmentos analisados (F1, F2, F3, F4, para ambos os lados 1 e 2) (Tabela 1, 2) por espectroscopia de raios-X por energia dispersiva

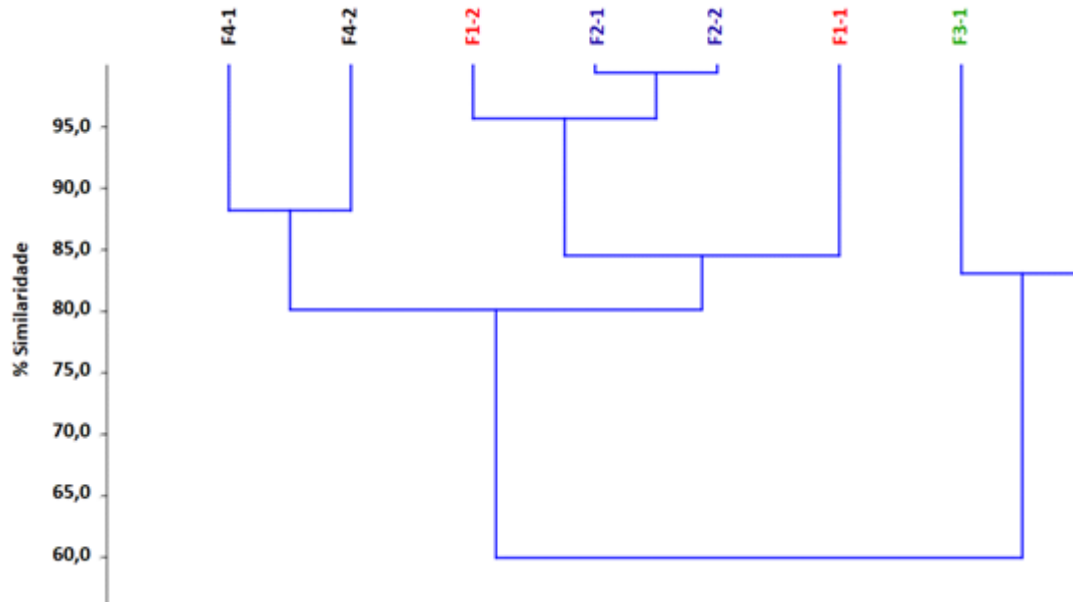
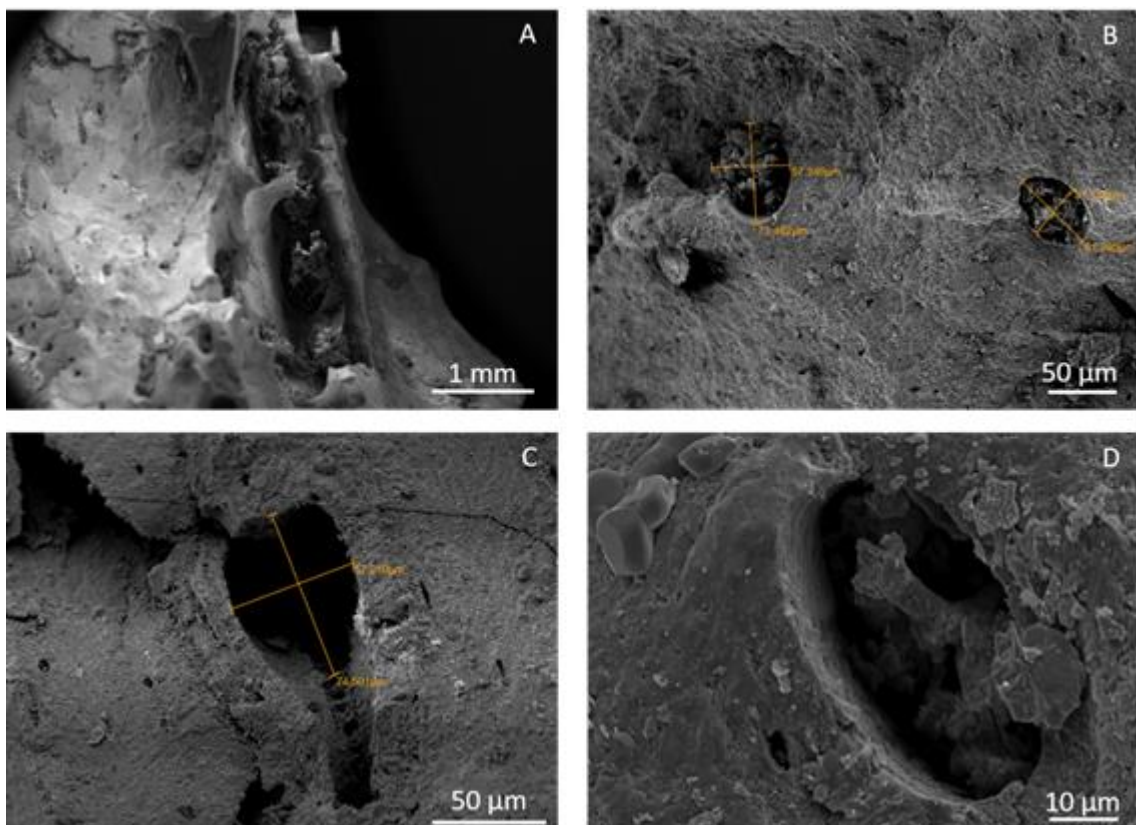


Figura 4 – Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para o fragmento F1 –, sob os parâmetros (MAG-magnificância e DT-distância de trabalho): a) MAG 22x, DT 17 mm, escala 1 mm; b) MAG 300x, DT 13 mm, escala 50  $\mu$ m; c) MAG 500x, DT 9 mm, escala 50  $\mu$ m; d) MAG 1500x, DT 12 mm, escala 10  $\mu$ m. Nota: as anotações em amarelo nas figuras 4b e 4c destacam a ocorrência de um orifício específico neste fragmento.

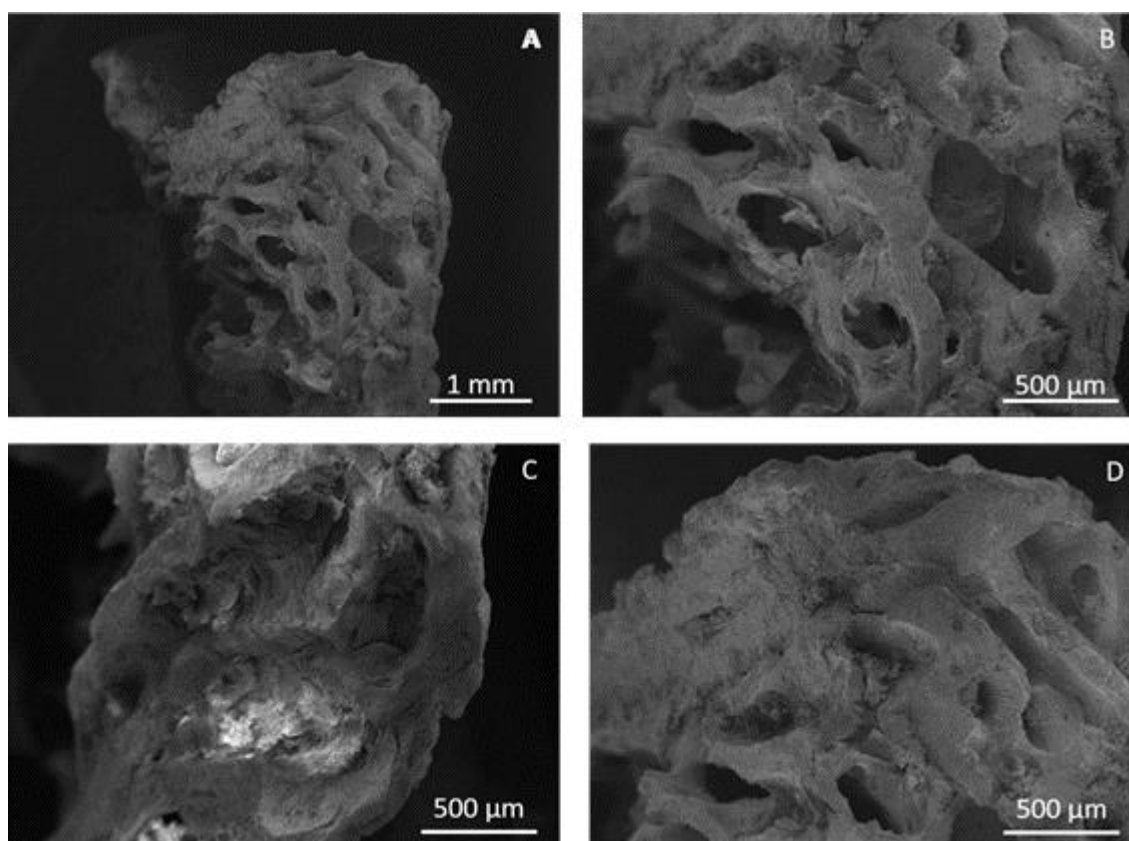


As imagens obtidas por MEV para os fragmentos F1 e F2 (Figuras 4 e 5) revelam com clareza uma morfologia específica, com orifícios arredondados de diâmetros similares no material. Estes orifícios constituem a chave para a diferenciação das amostras de humanos e outros mamíferos, pois são considerados uma particularidade morfológica típica dos canais de Haver, que ocorrem apenas em mamíferos.

Com base na estrutura, disposição, comprimento e diâmetro desses canais,

pode-se inferir que eles pertencem a estruturas ósseas humanas, pois apresentam um diâmetro maior em comparação com outros mamíferos (MATTAR *et al.*, 2014; FRANÇA, 2017). Segundo os mesmos autores, esses canais têm forma elíptica ou irregular distribuída homogeneamente por toda a matriz óssea, com diâmetro entre 30 e 150  $\mu\text{m}$ , e em média 75  $\mu\text{m}$ , valores típicos para estruturas ósseas humanas, enquanto que para outros mamíferos podem ter forma circular e diâmetros entre 20  $\mu\text{m}$  e 25  $\mu\text{m}$ .

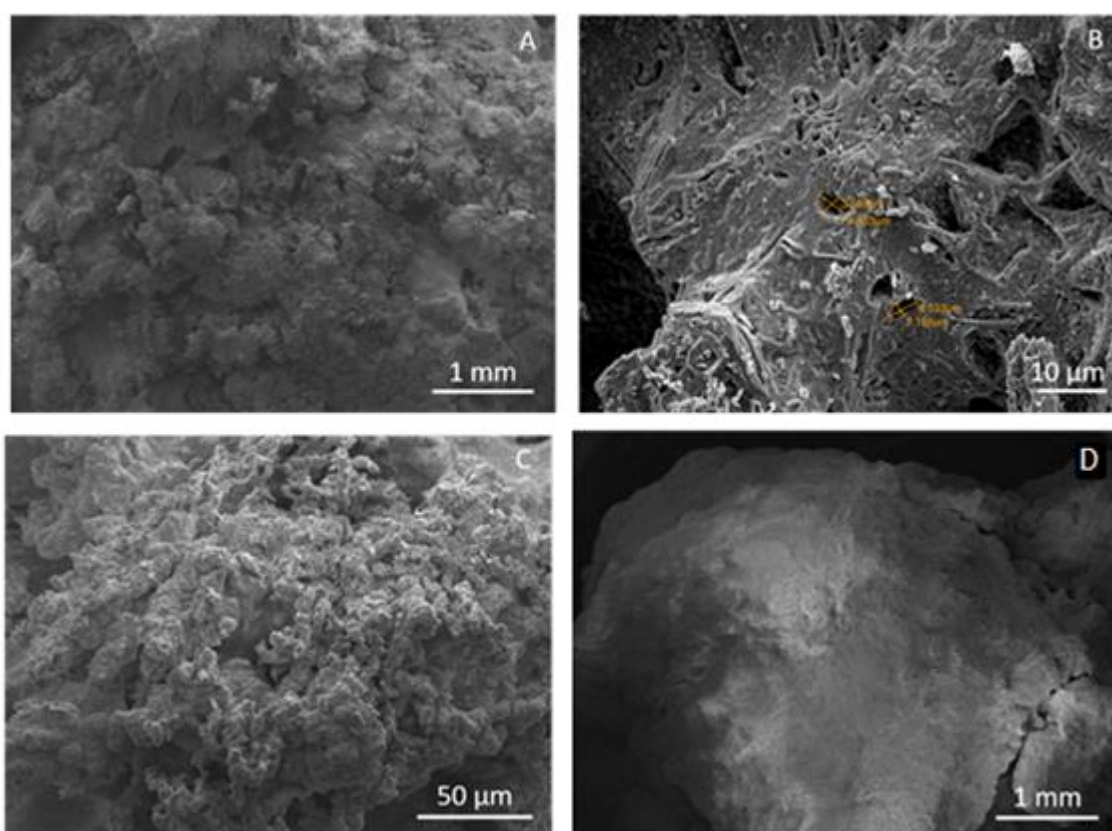
Figura 5 – Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para o fragmento F2 – (Tabela 1), sob diferentes parâmetros (MAG-magnificação e DT-distância de trabalho): a) MAG 22x, DT 17 mm, escala 1 mm; b) MAG 50x, DT 15 mm, escala 500  $\mu\text{m}$ ; c) MAG 50x, DT 15 mm, escala 500  $\mu\text{m}$ ; d) MAG 50x, DT 15 mm, escala 500  $\mu\text{m}$



Nas imagens de MEV obtidas para os demais fragmentos analisados (F3 e F4) (Figura 6), pode-se verificar uma conformação morfológica bastante heterogênea em relação às apresentadas anteriormente (Figuras 4 e 5),

corroborando com os demais achados deste trabalho de que os fragmentos F3 e F4 são estruturas alheias a fragmentos ósseos, podendo estar relacionadas a materiais como adubos e fertilizantes minerais, em função de sua composição química.

Figura 6 – Imagens obtidas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para os fragmentos F3 (a, b, c) e F4 (d) – (Tabela 1), sob diferentes parâmetros (MAG-magnificação e DT-distância de trabalho): a) MAG 22x, DT 17 mm, escala 1 mm; b) MAG 1500x, DT 19 mm, escala 10  $\mu$ m; c) MAG 500x, DT 18 mm, escala 50  $\mu$ m; d) MAG 22x, DT 18 mm, escala 1 mm.



## 5 CONCLUSÕES

Foi possível discriminar os fragmentos estudados e correlacioná-los claramente com estruturas ósseas humanas com base nas análises químicas e morfológicas realizadas. Dessa forma, foi possível contribuir para a elucidação do caso de homicídio, indicando que nas cinzas recolhidas de dentro do forno doméstico no local do crime havia restos de ossos humanos, podendo estes, compor o corpo de prova criminal.

## AGRADECIMENTOS

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 aos autores da pesquisa.

## REFERÊNCIAS

ARENAS, L.; ORTEGA, M.; GARCÍA-

- MARTÍNEZ, M. J.; QUEROL, E.; LLAMAS, J. F. Geochemical characterization of the mining district of Linares (Jaen, Spain) by means of XRF and ICP-AES. **Journal of Geochemical Exploration**, v. 108, n. 1, p. 21–26, 2011. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1016/j.gexplo.2010.09.002>>. Acesso em 15 mai 2023.
- BASARAN, N.; CAPOGLU, A. The effect of LiF, CaF<sub>2</sub> and MgF<sub>2</sub> Addition on the Sintering and Crystallisation Behaviour of a Base Glass Containing Calcined Bone Ash. **Journal of Non-Crystalline Solids**, v. 561, 2020, p. 120752, 2021. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jnoncrysol.2021.120752>>. Acesso em 25 mai 2023.
- BULL, P. A.; PARKER, A.; MORGAN, R. M. The forensic analysis of soils and sediment taken from the cast of a footprint. **Forensic Science International**, v. 162, n. 1–3, p. 6–12, 2006.
- FRANÇA, G. V. **Medicina Legal**. 11 ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 2017.
- KÜNZEL, S.; BENNEWITZ, J.; RODEHUTSCORD, M. Genetic parameters for bone ash and phosphorus utilization in an F2 cross of Japanese quail. **Poultry Science**, v. 98, n. 10, p. 4369–4372, 2019.
- MADUREIRA-CARVALHO, Á.; RIBEIRO, H.; NEWMAN, G.; et al. Geochemical analysis of sediment samples for forensic purposes: characterisation of two river beaches from the Douro River, Portugal. **Australian Journal of Forensic Sciences**, p. 1–13, 2018. Disponível em: <<https://www.tandfonline.com/doi/full/10.1080/00450618.2018.1533037>>. Acesso em 7 mai 2023.
- MATTAR, E. P. L.; FRADE-JÚNIOR, E. F.; OLIVEIRA, E. Caracterização físico-química de cinza de osso bovino para avaliação do seu potencial uso agrícola. **Pesq. Agropec. Trop.**, v. 4, n. 1, p. 65–70, 2014.
- MELO, V. F.; TESTONI, S. A.; DAWSON, L. A.; SALVADOR, F. A. DA S. Sand fraction is not suitable for forensic investigations in subtropical soils. **Revista Brasileira de Ciencia do Solo**, v. 44, n. 174, p. 1–15, 2020.
- MELO, V. F.; TESTONI, S. A.; DAWSON, L.; DE LARA, A. G.; DA SILVA SALVADOR, F. Can analysis of a small clod of soil help to solve a murder case? **Science and Justice**, v. 59, n. 6, p. 667–677, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.scijus.2019.06.008>>. Acesso em 28 mai 2023.
- MITIĆ, Ž.; STOLIĆ, A.; STOJANOVIĆ, S.; et al. Instrumental methods and techniques for structural and physicochemical characterization of biomaterials and bone tissue: A review. **Materials Science and Engineering C**, v. 79, p. 930–949, 2017.
- MOHAMED, E. S.; SALEH, A. M.; BELAL, A. B.; GAD, A. Application of near-infrared reflectance for quantitative assessment of soil properties. **The Egyptian Journal of Remote Sensing and Space Science**, 2017. Disponível em: <<http://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/S1110982317300327>>. Acesso em 12 jun 2023.
- DO NASCIMENTO-DIAS, B. L.; OLIVEIRA, D. F.; DOS ANJOS, M. J. A utilização e a relevância multidisciplinar da fluorescência de raios X. **Revista Brasileira de Ensino de Fisica**, v. 39, n. 4, 2017.
- O'ROURKE, S. M.; STOCKMANN, U.; HOLDEN, N. M.; MCBRATNEY, A. B.; MINASNY, B. An assessment of model averaging to improve predictive power of

portable vis-NIR and XRF for the determination of agronomic soil properties. **Geoderma**, v. 279, p. 31–44, 2016.

OBIANYO, I. I.; ONWUALU, A. P.; SOBOYEJO, A. B. O. Mechanical behaviour of lateritic soil stabilized with bone ash and hydrated lime for sustainable building applications. **Case Studies in Construction Materials**, v. 12, 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.cscm.2020.e00331>>. Acesso em 18 jun 2023.

OLAOYE, R. A.; AFOLAYAN, O. D.; ADEYEMI, K. A.; AJISOPE, L. O.; ADEKUNLE, O. S. Adsorption of selected metals from cassava processing wastewater using cow-bone ash. **Scientific African**, v. 10, 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.sciaf.2020.e00653>>. Acesso em 11 jun 2023.

PRANDEL, L. V.; MELO, V. F.; TESTONI, S. A.; et al. Spectroscopic techniques applied to discriminate soils for forensic purposes. **Soil Research**, v. 58, n. 2, p. 151–160, 2020.

PRITCHARD, A.; ROBISON, C.; NIELSEN, B. D. Research Note: Bone ash from immature broilers correlates to bone mineral content calculated from quantitative computed tomography scans. **Poultry Science**, v. 99, n. 9, p. 4162–4165, 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.psj.2020.05.02>>. Acesso em 22 jun 2023.

ROBISON, C. I.; KARCHER, D. M. Analytical bone calcium and bone ash from mature laying hens correlates to bone mineral content calculated from quantitative computed tomography scans. **Poultry Science**, v. 98, n. 9, p. 3611–3616, 2019. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3382/ps/pez165>>. Acesso em 10 jun 2023.

SANTOS, E. S.; GAMA, E. M.;

FRANÇA, R. S.; SOUZA, A. S.; MATOS, R. P. Espectrometria de Fluorescência de Raios-X na Determinação de Espécies Químicas. **Enciclopédia Biofera**, v. 9, n. 17, p. 3413–3432, 2013. Disponível em: <<http://www.conhecer.org.br/enciclop/2013b/MULTIDISCIPLINAR/espectrometria.pdf>>. Acesso em 1 jun 2023.

SARAPURA, P.; GONZALEZ, M. F.; GONZALEZ, F.; et al. Application of total X-Ray fluorescence to gunshot residue determination. **Applied Radiation and Isotopes**, v. 153, n. February, p. 108841, 2019. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2019.108841>>. Acesso em 12 jun 2023.

SCHOLEY, D. V.; BURTON, E. J. The effect of bone choice on quantification of mineralization in broiler chickens up to 6 weeks of age. **Journal of Applied Poultry Research**, v. 26, n. 4, p. 485–490, 2017. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.3382/japr/pfx020>>. Acesso em 52 jun 2023.

TESTONI, S. A.; MELO, V. F.; ANNE DAWSON, L.; et al. 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**, n. 2, 2020.

TESTONI, S. A.; MELO, V. F.; DAWSON, L. A.; et al. Validation of a Standard Operating Procedure (SOP) for Forensic Soils Investigation in Brazil. **Revista Brasileira de Ciência do Solo**, v. 43, p. 1–18, 2019.

Testoni, S. A.; Echeverria Oliveira, M.; Ribeiro Duarte, W.; da Silva Rodrigues, L.; Kurz Maron, G.; Lenin Villarreal Carreño, N.; Scorsatto Ortiz, R.; Martin Pereira de Pereira, C. Identificação e proveniência de fragmentos metálicos encontrados em crânio humano via espectroscopia de raios-X por energia

dispersiva (EDX). **Revista Ifes Ciência**, 9(3), 01-11, 2023. Disponível em: <<https://doi.org/10.36524/ric.v9i3.2211>>. Acesso em 6 out 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. Disponível em: <<http://dx.doi.org/10.1038/s41598-018-21530-7>>. Acesso em 28 jun 2023.

WANG, K. W.; LI, K. T.; IIZUKA, Y.; HSIEH, Y. K.; JACKSON, C. Glass beads from Guishan in Iron Age Taiwan: Inter-regional bead exchange between Taiwan, Southeast Asia and beyond. **Journal of Archaeological Science: Reports**, v. 35, 2021. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.jasrep.2020.102737>>. Acesso em 30 jun 2023.