

Discriminação de amostras de sedimentos para aplicação forense

Discrimination of sediment samples for forensic application

A. GUEDES – aguedes@fc.up.pt (Universidade do Porto, Centro de Geologia, Departamento de Geociências, Ambiente e Ordenamento do Território da Faculdade de Ciências)

H. RIBEIRO – helena.ribeiro@fc.up.pt (Universidade do Porto, Centro de Geologia)

B. VALENTIM – bvvalent@fc.up.pt (Universidade do Porto, Centro de Geologia, Departamento de Geociências, Ambiente e Ordenamento do Território da Faculdade de Ciências)

A. RODRIGUES – andrea.oberon81@gmail.pt (Universidade do Porto, Centro de Geologia)

F. NORONHA – fmnoronh@fc.up.pt (Universidade do Porto, Centro de Geologia, Departamento de Geociências, Ambiente e Ordenamento do Território da Faculdade de Ciências)

RESUMO: No presente estudo apresentam-se os resultados da análise espectrofotométrica de amostras de sedimentos colhidas nas zonas litoral Norte e Sul de Portugal. Os parâmetros de cor foram medidos após vários pré-tratamentos das amostras: secagem, peneiração e aquecimento. No sentido de verificar a reprodutibilidade dos resultados em cada amostra e de discriminar as diferentes amostras foi efectuada uma análise estatística descritiva seguida por uma análise hierárquica de grupos. Da análise de cor da amostra total foi obtida a melhor discriminação.

PALAVRAS-CHAVE: sedimentos, espectrofotómetro, forense, análise hierárquica de grupos

ABSTRACT: In this study, sediment samples collected in different Portuguese beaches in the North and in the South were analysed by spectrophotometry. Spectral colour parameters were measured after several pre-treatment of the samples: drying, sieving, and ashing. A descriptive statistical analysis for each pre-treatment method was performed to ascertain within-sample reproducibility followed by a cluster analysis to obtain significant discrimination between samples. The colour analysis of the bulk samples gave the best discrimination.

KEYWORDS: sediments, spectrophotometer, forensic, cluster analysis

1. INTRODUÇÃO

Os materiais, métodos e instrumentos disponíveis para os geólogos forenses têm evoluído nos últimos anos, de modo a proporcionar a preservação das provas recolhidas e tornando-se mais objectivos. A cor é uma das muitas propriedades dos sedimentos e solos frequentemente utilizada nas investigações forenses, uma vez que a existência nos solos de 1100 cores distintas faz com que esta característica seja um método poderoso para a discriminação das amostras (Pye, 2007). A cor de partículas individuais pode ser descrita em termos qualitativos quando determinada visualmente, ou de forma mais objectiva, de um modo numérico ou gráfico usando um espectrofotómetro (Croft e Pye, 2004).

Uma importante filosofia na investigação forense de solos/sedimentos apoia-se no princípio da necessidade de obtenção de amostras que sejam representativas e que possam ser comparáveis. Neste contexto, é importante organizar bases de dados de amostras bem referenciadas geograficamente e desenvolver protocolos normalizados com as melhores práticas para avaliar adequadamente e de forma representativa a cor de um solo.

Assim, várias experiências na descrição e comparação da cor dos solos têm vindo a ser conduzidas ao longo dos anos. Porém, para além de medidas de cor nas amostras desagregadas e secas ao ar livre, muitos autores antes da medição da cor têm usado diferentes métodos de pré-tratamento das amostras, tais como queima, homogeneização, remoção da matéria orgânica, remoção dos óxidos de ferro e separação da amostra em diferentes fracções granulométricas, de modo a discriminar as amostras durante casos de investigação forense (Dudley, 1975; Antoci e Petracco, 1993).

Com vista à constituição de uma base de dados, com as características dos sedimentos e solos do território continental Português para aplicações forenses, foram colhidas centenas de amostras que têm vindo a ser analisadas através de várias técnicas analíticas e vários estudos estão a ser empreendidos para avaliar quais as propriedades mais adequadas para a discriminação das áreas e das amostras estudadas (Guedes et al. 2009). Assim, a cor foi determinada em cerca de cinquenta amostras de sedimentos de praia e de duna pré-tratadas (secagem, peneiração e aquecimento) no sentido de calcular a reprodutibilidade dos resultados em cada amostra e de verificar qual dos pré-tratamentos discrimina melhor as amostras analisadas

2. MATERIAIS E MÉTODOS

Seguindo os procedimentos descritos por Saye e Pye (2004), foram colhidas cinquenta e seis amostras de sedimentos em diferentes praias portuguesas: 23 na região entre Douro e Minho (14 amostras de praia e 9 das respectivas dunas); e, 33 no Algarve (18 de praia e 15 das respectivas dunas). As amostras foram colhidas em 24 perfis transversais à linha de costa a uma profundidade entre 0 e 5 cm, tendo sido posteriormente secas e divididas em duas sub-amostras: uma armazenada como duplicado e outra para ser utilizada em diversas análises.

A análise da cor foi efectuada na amostra total seca (40 °C), na fracção <150µm, na fracção <63µm (após peneiração a seco de sub-amostras da amostra total) e nas cinzas resultantes do aquecimento da amostra total ao ar, a 850 °C durante meia hora.

A cor foi medida num espectrofotómetro Konica Minolta CM-2600d, tendo este sido programado para efectuar três medições sequenciais, sendo o valor obtido a média dessas três medições. Antes de iniciar as medições, as amostras foram homogeneizadas e colocadas numa caixa de petri, o espectrofotómetro foi calibrado de acordo com as indicações do fabricante, e recalibrado regularmente entre as medições. Finalmente, os parâmetros de cor analisados ($L^*a^*b^*$) foram tratados informaticamente no software SpectraMagic NX.

Foi efectuada uma análise estatística descritiva dos valores $L^*a^*b^*$ (média, máximo, mínimo, desvio padrão e coeficiente de variação) obtidos para cada amostra e uma análise hierárquica de grupos (*clusters*). Uma primeira análise de grupos foi realizada separadamente para cada tipo de pré-tratamento das amostras e, finalmente, os valores obtidos de cada pré-tratamento foram analisados conjuntamente. O software estatístico utilizado para todas as análises foi o SPSS (16,0).

3. RESULTADOS

Os resultados obtidos permitiram verificar as seguintes variações: os valores de L^* variaram entre 77,30 (medido nas cinzas) e 30,11 (medido na fracção <150 µm); os valores de a^* variaram entre 13,61 (cinzas) e 0,36 (amostra total); os de b^* entre 23,13 (fracção <63µm) e -0,08 (fracção

<150µm); os coeficientes de variação mais baixos dos valores de L*a*b* foram obtidos na fracção <63µm, seguindo-se os da fracção total, fracção <150µm, tendo os valores mais elevados sido obtidos nas cinzas; e os valores mais elevados de L*a*b* foram sempre observados nas amostras do Algarve.

Os resultados das análises de grupos com os parâmetros L*a*b* para cada pré-tratamento separadamente e das análises para o conjunto de todos os pré-tratamentos permitiu verificar que a amostra total foi a que apresentou melhores resultados tendo-se observado a formação de dois grandes grupos distintos: amostras do Algarve (com excepção da amostra AG24, agrupada às amostras do Norte; amostras do Norte (Fig. 1).

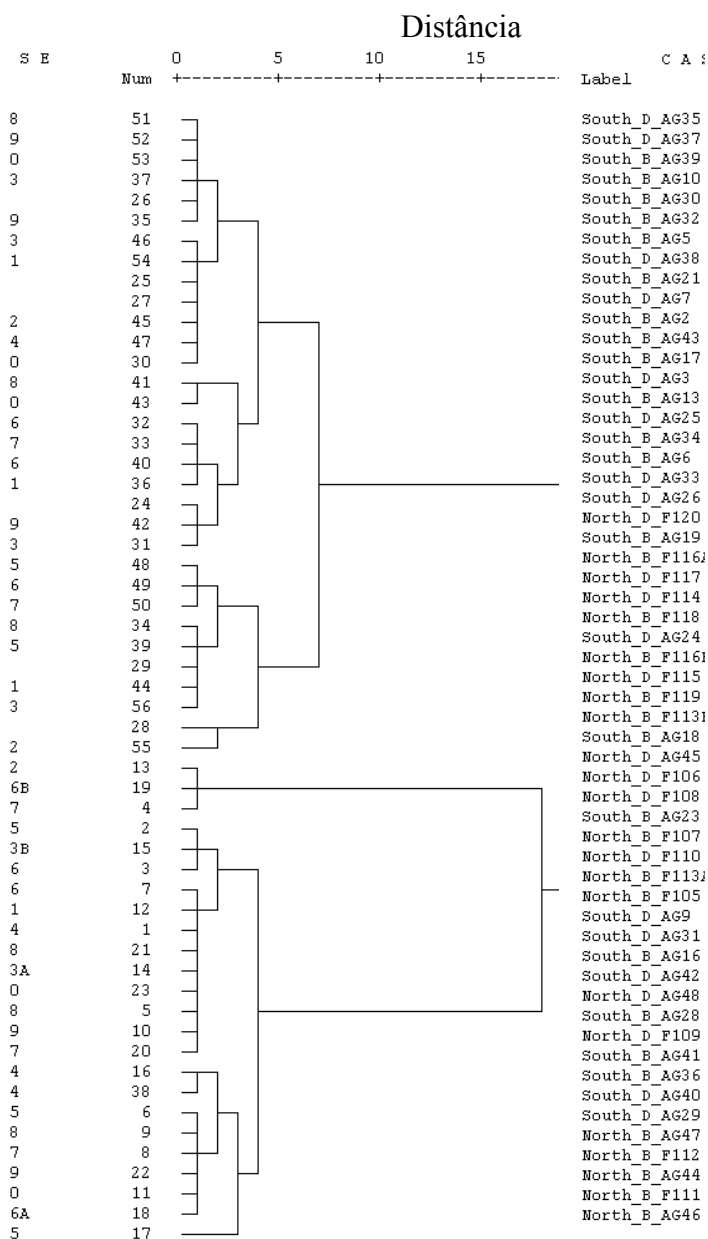


Figura 1 - Dendrograma com os parâmetros de cor (L*a*b*) medidos na amostra total.

4. CONCLUSÕES

Nas amostras de sedimentos portuguesas de praia e de duna, provenientes do litoral Norte e do Algarve, onde se determinaram os valores $L^*a^*b^*$ verificou-se que ocorrem variações nos valores de $L^*a^*b^*$ com o tipo de pré-tratamento das amostras analisadas.

Verificou-se ainda que os valores $L^*a^*b^*$ obtidos na amostra total permitiram uma maior discriminação entre amostras do que os obtidos nos restantes pré-tratamentos e, tendo em conta os resultados provenientes da amostra total, da fracção <150 μ m e da fracção <63 μ m, conclui-se que, utilizando esta metodologia, é possível obter uma discriminação clara entre amostras do litoral Norte e do Algarve. Por último, verificou-se que utilizando apenas a análise da cor, não foi possível efectuar a distinção entre amostras de duna e amostras de praia. No entanto, numa investigação forense os resultados obtidos através desta análise devem ser comparados com outros, de maneira a poderem fornecer indícios forenses fidedignos.

Agradecimentos

Este trabalho foi financiado pelo projecto PTDC/CTE-GEX/67442/2006 (FCT, Portugal).

Referências

- Antoci, P.R., Petraco, N. (1993) - A technique for comparing soil colours in the forensic laboratory, *J. Forensic Sci.* 38 (2), pp. 437–441.
- Croft, D.J., Pye, K. (2004) - Colour theory and evaluation of an instrumental method of measurement using geological samples for forensic applications, in: K. Pye, D.J. Croft (Eds.), *Forensic Geoscience: Principles, Techniques and Applications*, Geological Society Special Publications, London, pp. 49–62.
- Dudley, R.J. (1975) - The use of colour in the discrimination between soils, *J. Forensic Sci. Soc.* 15 (3), pp. 209–218.
- Guedes, A, Ribeiro, H., Valentim, B., Noronha, F. (2009) - Quantitative colour analysis of beach and dune sediments for forensic applications: a Portuguese example. *Forensic Sci. Int.* 190, (1-3), pp. 42-51.
- Pye, K. (2007) - *Geological and Soil Evidence: Forensic Applications*, CRC, Boca Raton, London.
- Saye, S.E., Pye, K. (2004) - Development of a coastal dune sediment database for England and Wales: Forensic applications, in: K. Pye, D.J. Croft (Eds.), *Forensic Geoscience: Principles, Techniques and Applications*, Geological Society Special Publications, London, pp. 75–96.