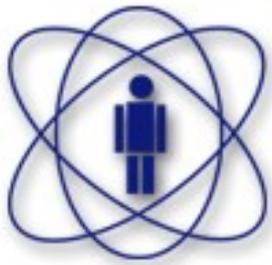




CENTRO BRASILEIRO DE PESQUISAS FÍSICAS

<http://www.cbpf.br>



CENTRO BRASILEIRO DE PESQUISAS FÍSICAS



A Microscopia Eletrônica como Ferramenta de Investigação Criminal

André Luiz Pinto



“When this paint business came up ... you start saying ‘Well, here are seven dead women and they can all be linked to Gary one way or the other.’ What are the odds of that happening by accident?”

Tony Savage, attorney for convicted murderer Gary Ridgway

Murders under a microscope

By Daniel Duggan
STAFF WRITER

ELGIN — A local researcher known for investigating high-profile crimes helped crack the case of the Green River killing spree, which came to an end last week.

Wednesday, Gary Ridgway pleaded guilty to the murder of 48 women in the Seattle area. And Ridgway's attorney said that if it weren't for Elgin resident Skip Palenik and the microscopic

Elgin scientist's discovery key to solving Green River killings

specks of paint he found on five victims, there would not have been a confession.

“We were able to connect these five victims who had nothing in common other than being prostitutes and victims,” Palenik said from his Elgin office Monday.

The key was something he saw

that was not visible to anyone else, a hallmark of Palenik's trade as a forensic microscopist.

Investigators seek help

Police in Oregon were stumped when bodies of murdered prostitutes were turning up from 1982 to 1984. In some of the first

cases, the bodies were found in the Green River near Seattle, giving the case its name.

Police pegged Ridgway as a suspect in 1984, but did not have the evidence to go beyond questioning him. Detectives continued to suspect him, however, and in 1987 police searched his house and took a saliva sample.

The investigators had a breakthrough in November 2001,

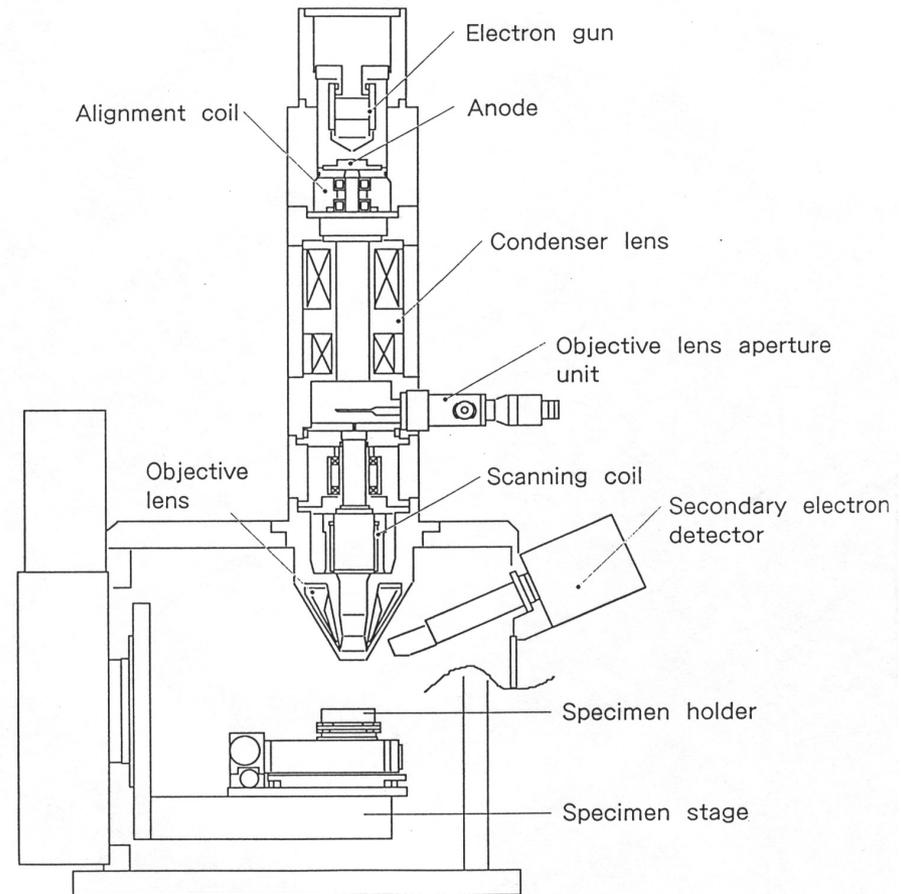
◆ Turn to **MURDERS, A8**

CSI...



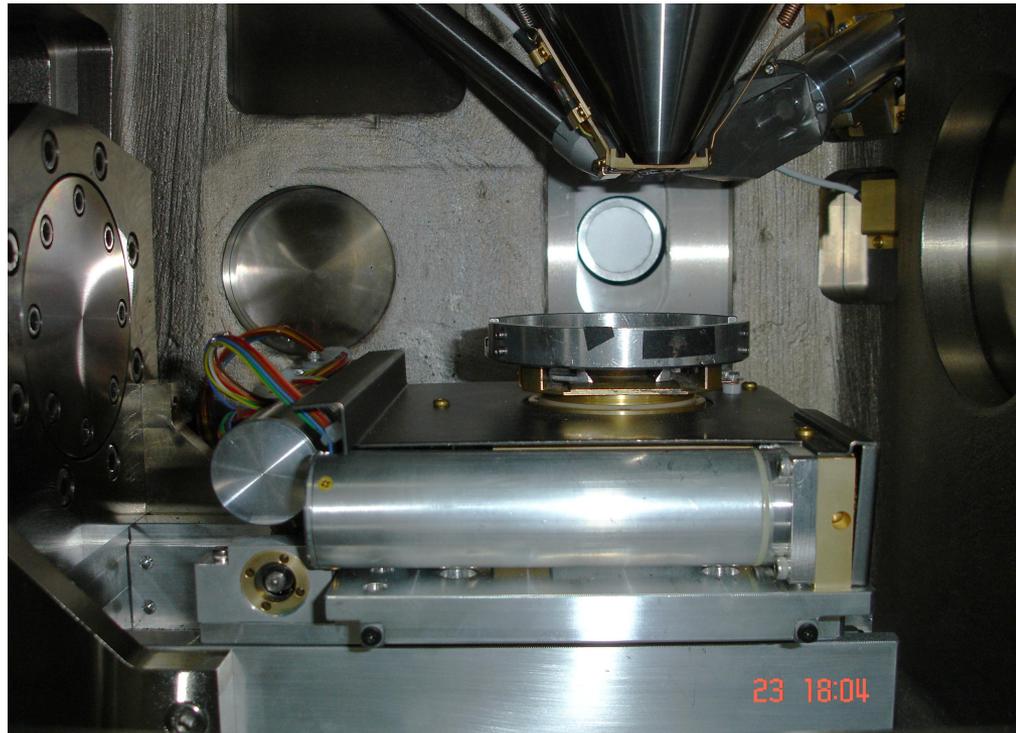
MEV da Hitachi com certa interpretação artística

Microscópio Eletrônico de Varredura

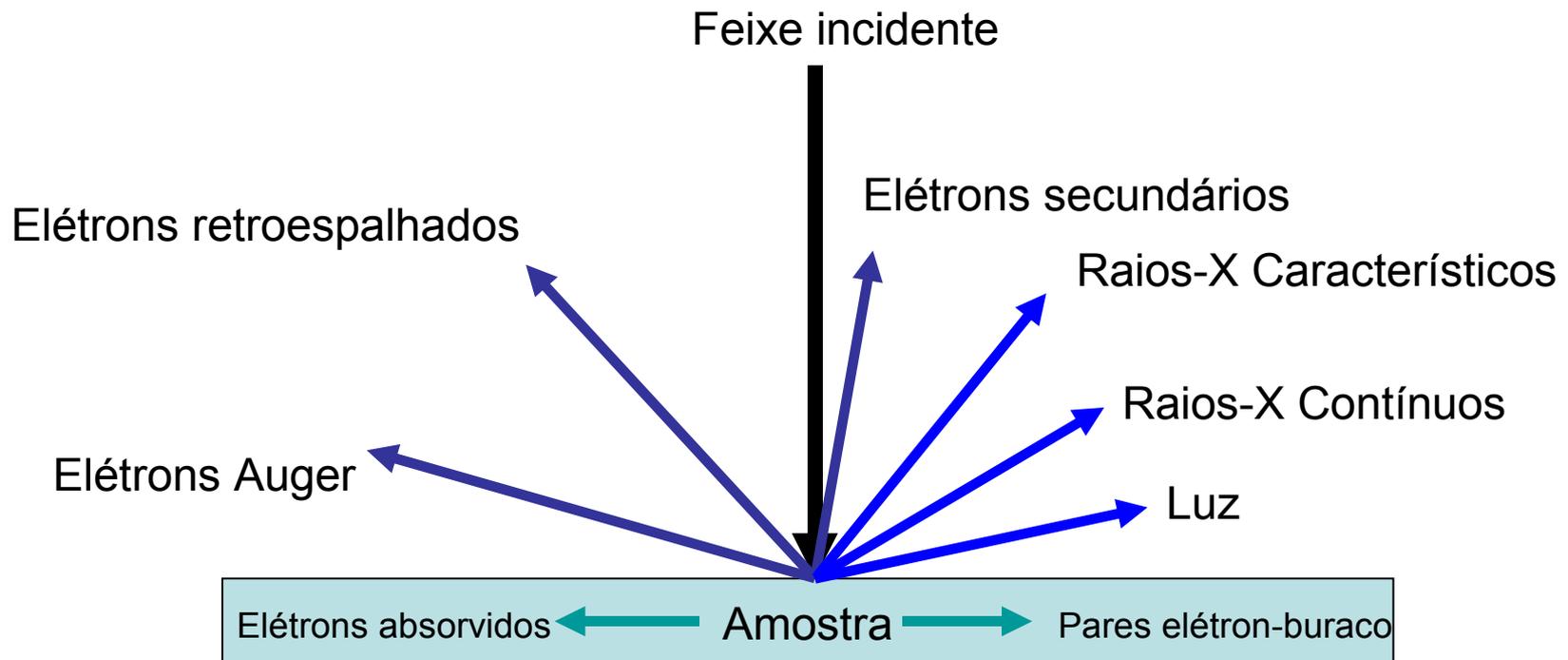


Jeol

O interior de um MEV

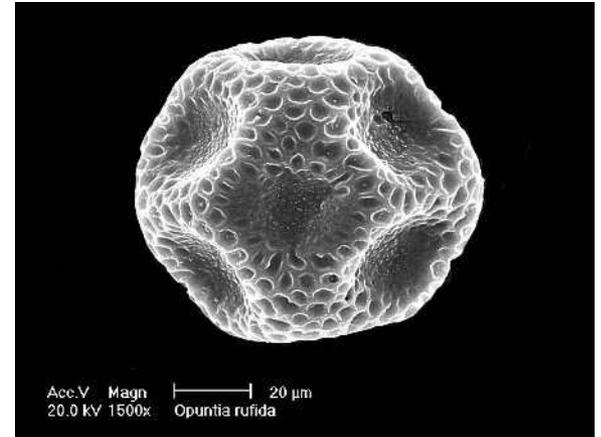


Interação Elétron-Amostra



Principais Sinais

Morfologia



Goldstein

Feixe incidente

Elétrons retroespalhados

Elétrons secundários

Raios-X Característicos

Raios-X Contínuos

Elétrons Auger

Luz

Elétrons absorvidos

Amostra

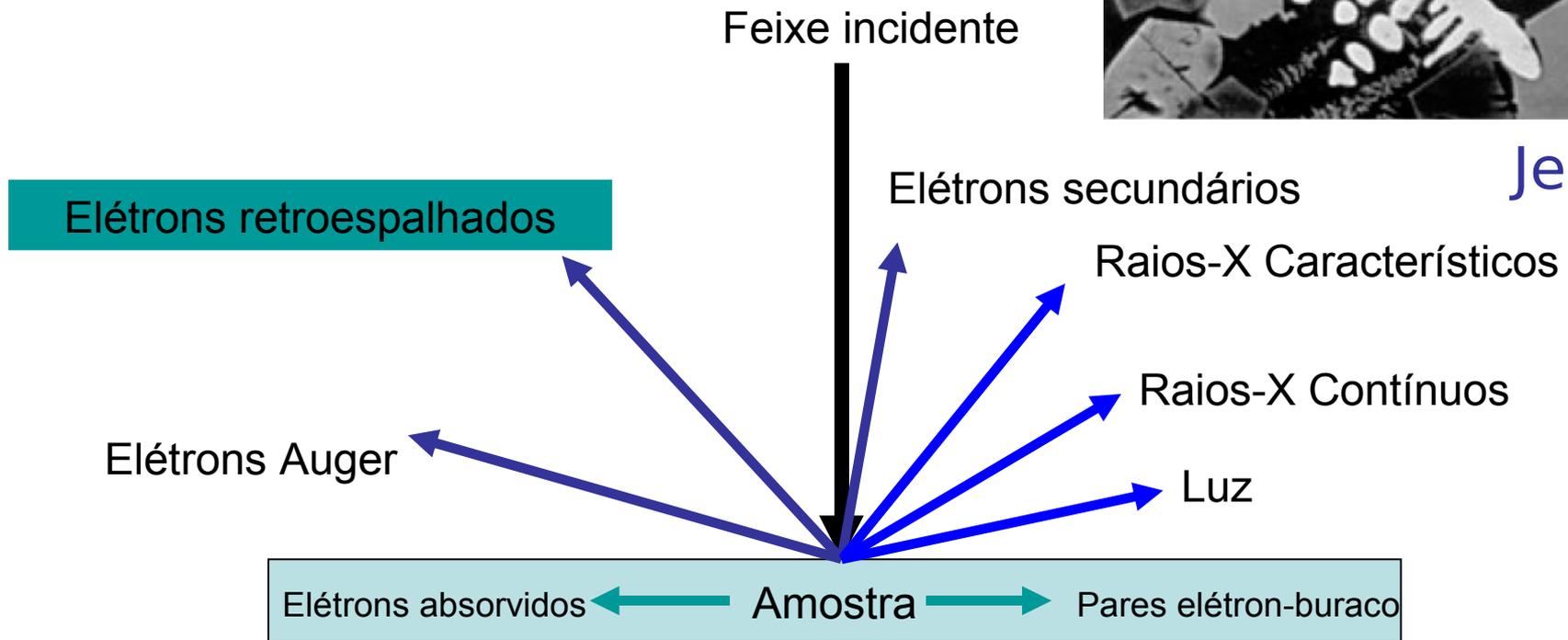
Pares elétron-buraco

Principais Sinais

Contraste de Número Atômico

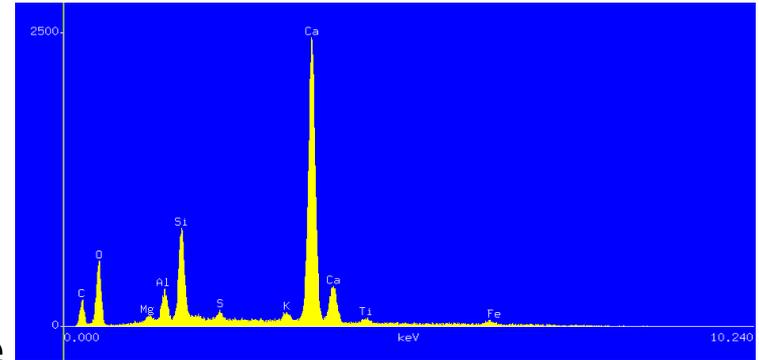


Jeol



Principais Sinais

Composição Química



Feixe incidente

Elétrons retroespalhados

Elétrons secundários

Raios-X Característicos

Raios-X Contínuos

Elétrons Auger

Luz

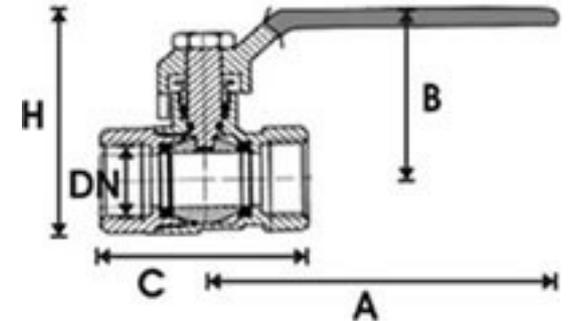
Elétrons absorvidos

Amostra

Pares elétron-buraco

Análise de falha em Regulador de Gás

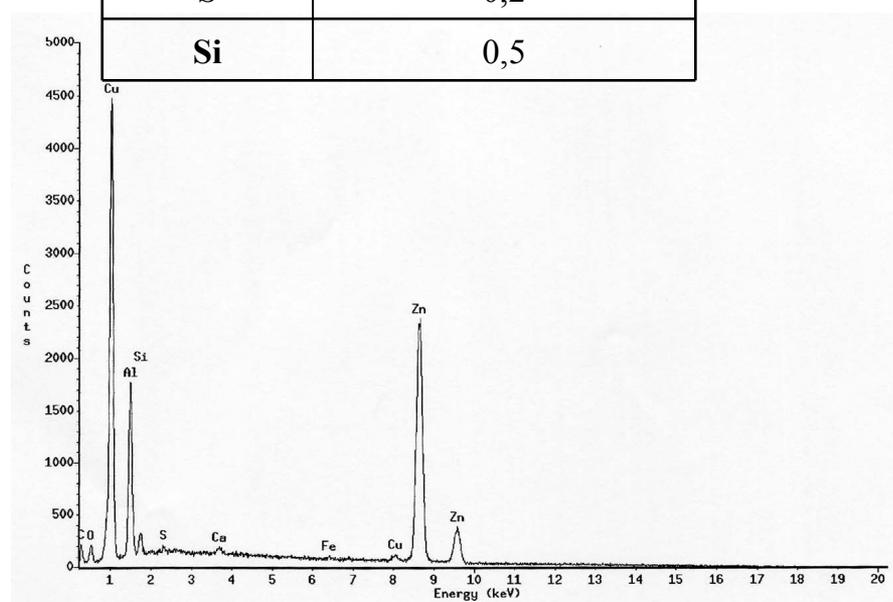
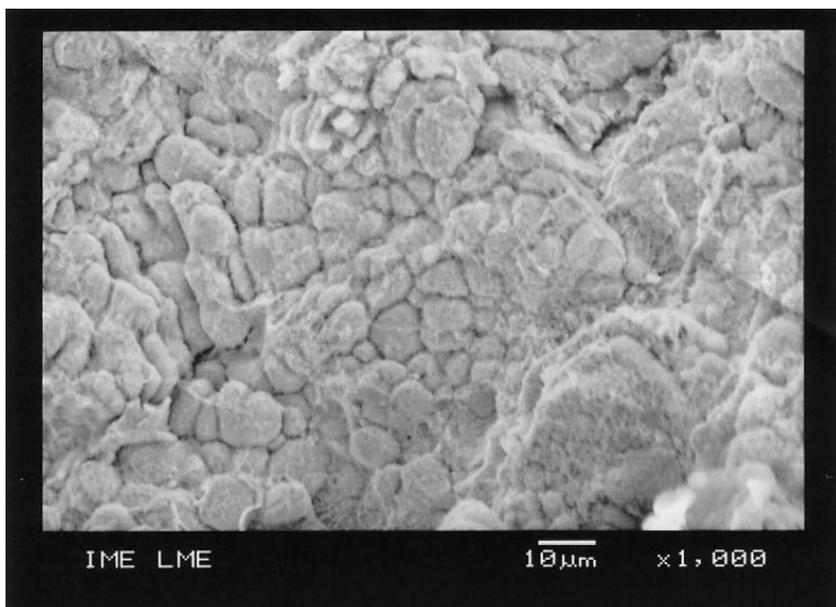
Fratura de válvula de corte queimou seriamente o cozinheiro



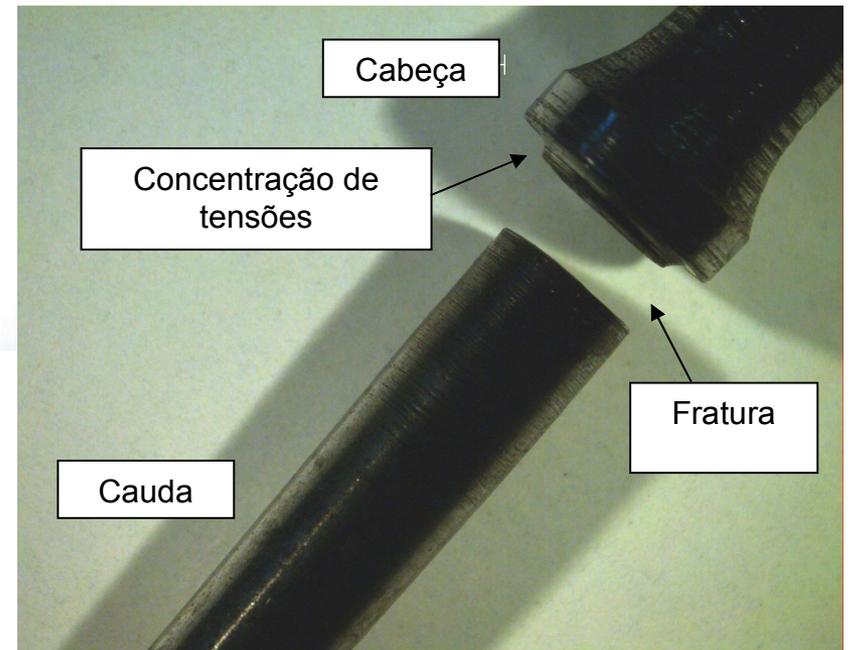
Análise de falha em Regulador de Gás

Fratura frágil da liga de Zn utilizada (Zamak 4), que continha teor elevado de Fe – elemento fragilizante desta liga

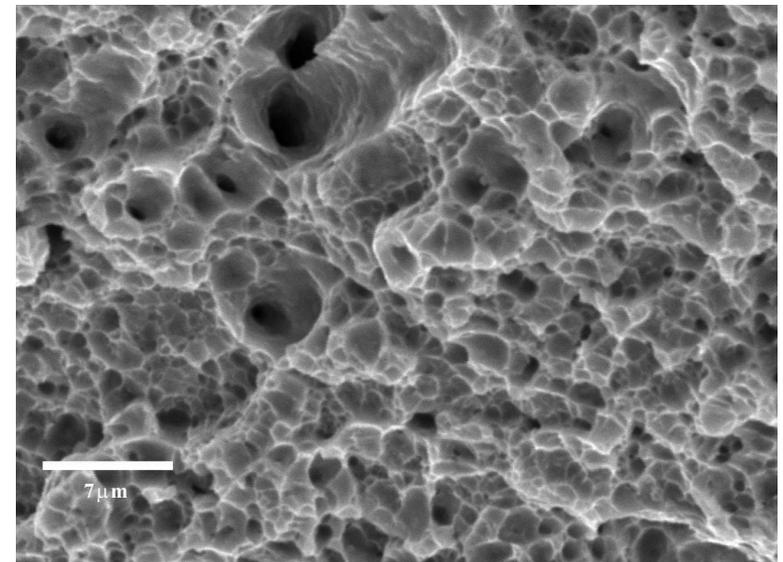
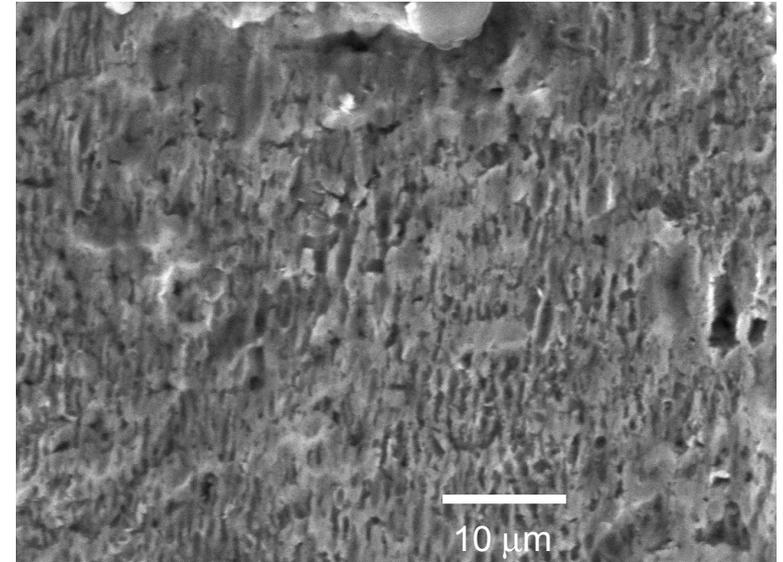
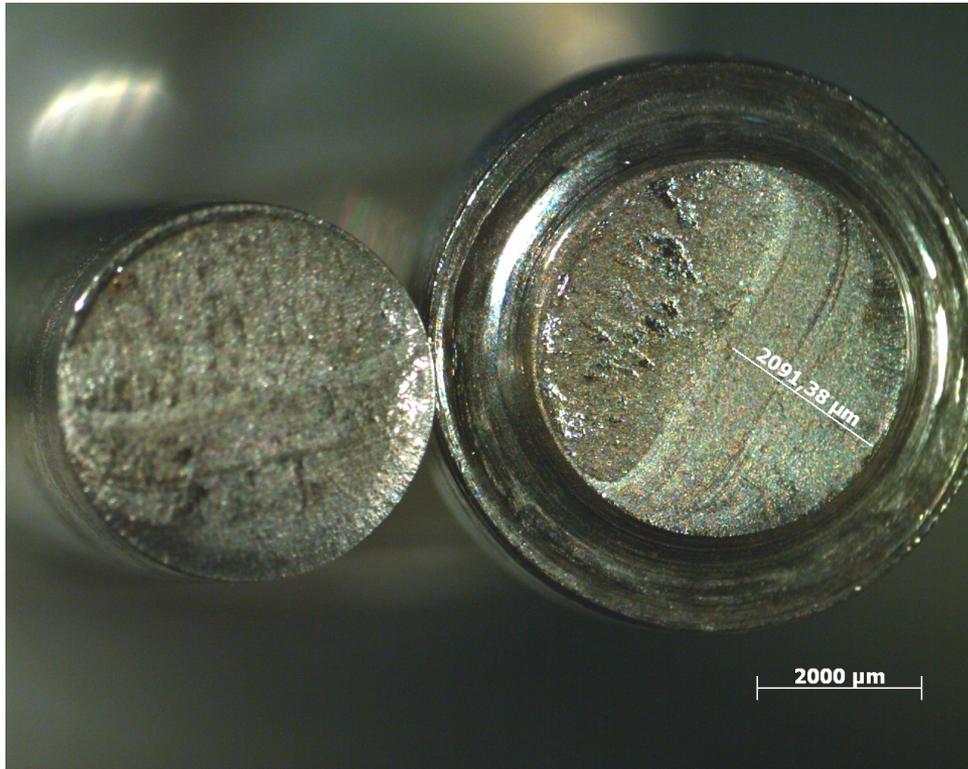
Elemento	Quantidade (% em peso)
Zn	92,5
Al	4,7
Cu	1,6
Fe	0,2
Ca	0,3
S	0,2
Si	0,5



Análise de falha em percussor



Análise de falha em percussor



Estimativa de número de disparos entre 1700 a 2100 compatível com histórico da arma, 1500 tiros

A Microscopia Eletrônica e a Perícia no Brasil

CURSO DE MICROSCOPIA ELETRÔNICA

© Sr. Dr. Estacio de Figueiredo Monteiro frequentou o 1.º Curso de Microscopia Eletrônica lecionado no Brasil durante o segundo semestre do ano de 1947, sob os auspícios do Laboratório de Física-Química da Faculdade Nacional de Filosofia da Universidade do Brasil e do Gabinete de Exames Periciais da Dep. Fed. de Segurança Pública.

Rio de Janeiro, 8 de Janeiro de 1948.

C. C. F. de Sá
Chefe da Seção de Química Legal do G. F. P.

Francisco de Sá
Catedrático de Química Superior e Física Química da F. N. F.

Estacio de Figueiredo Monteiro
Aluno



Ministério da Justiça
Secretaria Nacional de Segurança Pública - SENASP



Rede nacional de laboratórios de microscopia eletrônica que realizava pesquisa em Ciência Forense em conjunto com os serviços de criminalística dos Estados e da Polícia Federal.



Rede Pólvora



**I SEMINÁRIO DE
BALÍSTICA FORENSE
AVANÇADA**



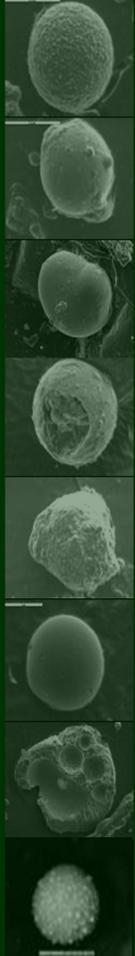
IME
INSTITUTO DE METALURGIA DE SÃO CARLOS

UFRJ
UNIVERSIDADE FEDERAL DO RIO DE JANEIRO

CNPq
CONSELHO NACIONAL DE DESENVOLVIMENTO CIENTÍFICO E TECNOLÓGICO

Ministério da Justiça
Secretaria Nacional de Segurança Pública - SENASP

BRS
UM PAÍS DE TODOS



**I Simpósio
Brasileiro de
Microscopia
Aplicada às
Ciências
Forenses**

Encontro Satélite do
XX Congresso da Sociedade Brasileira
de Microscopia e Microanálise

**I Brazilian Symposium on
Microscopy Applied to
Forensic Sciences**

Joint Meeting of the
XX Congress of the Brazilian Society for
Microscopy and Microanalysis

28-31 de Agosto de 2005/August 28-31, 2005
Hotel Monte Real Resort, Águas de Lindóia - SP
informações:/informations: sbmm_forense@yahoo.com.br
web-page: <http://www.sbmm.org.br/csbmm>

Apoio/Support: SBMM

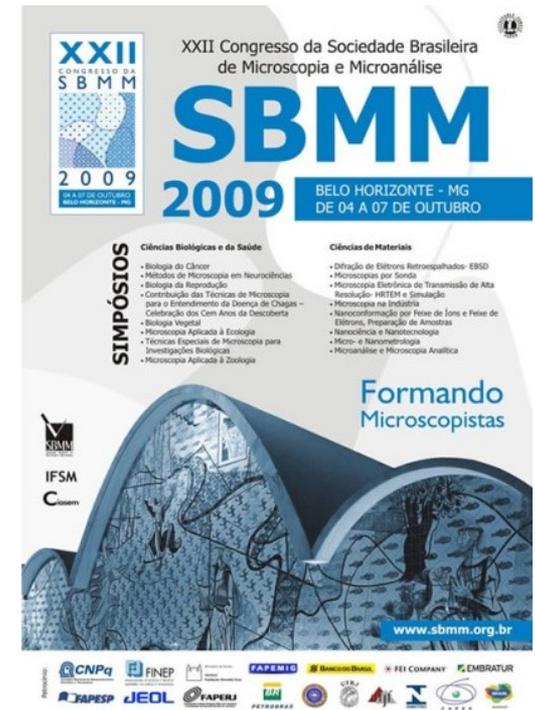
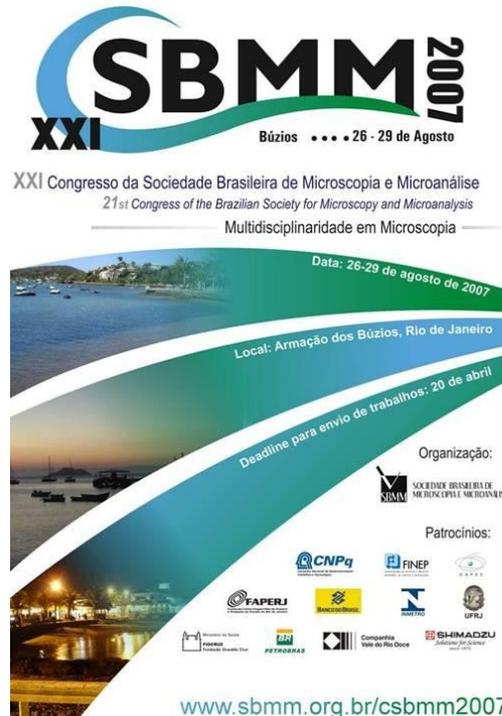


SBMM
BRS
UM PAÍS DE TODOS

O Apoio da SBMM

Participação de vários palestrantes estrangeiros:

- EUA (2)
- Alemanha (3)
- Portugal (1)
- Holanda (1)
- Itália (3)

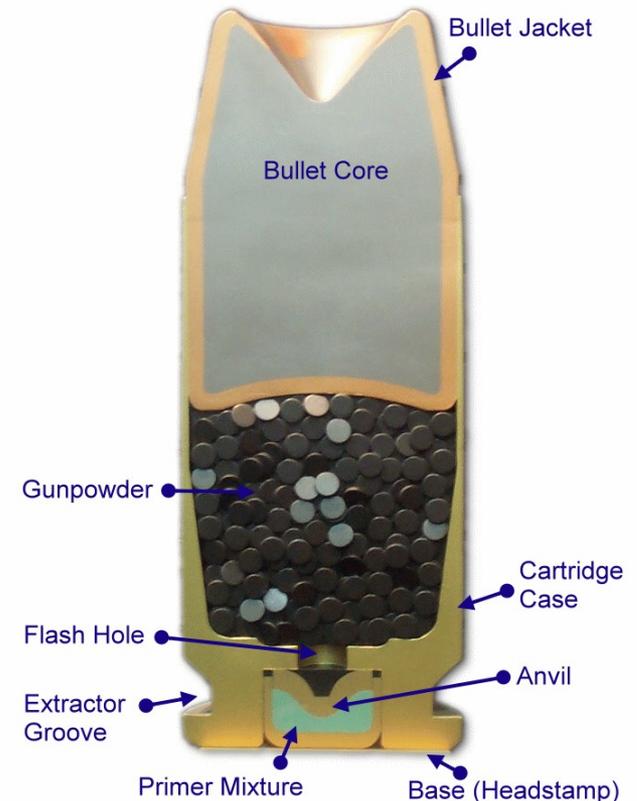


Identificação de GSR

Definição do Problema



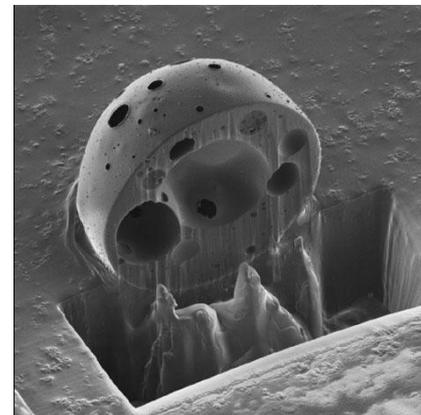
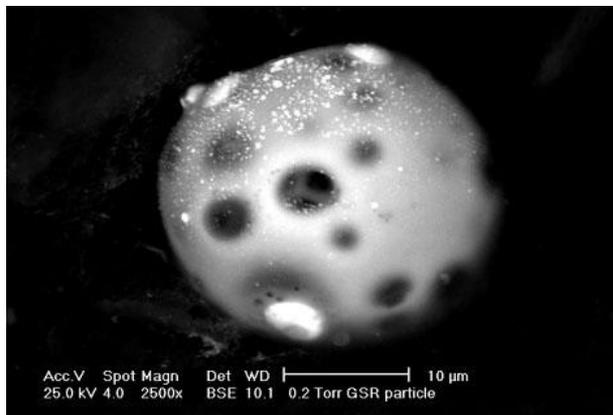
40 S&W Centerfire Cartridge



- Identificação de resíduos de tiro (GSR – “gun shot residue”) sobre superfícies corpóreas ou não.

Resíduos de Tiro (GSR)

- Grãos de pólvora não queimados
- Partículas de aço do cano
- Latão (cobre-zinco) do estojo
- Resíduos do iniciador - estifnato de chumbo, nitrato de bário e sulfeto de antimônio.

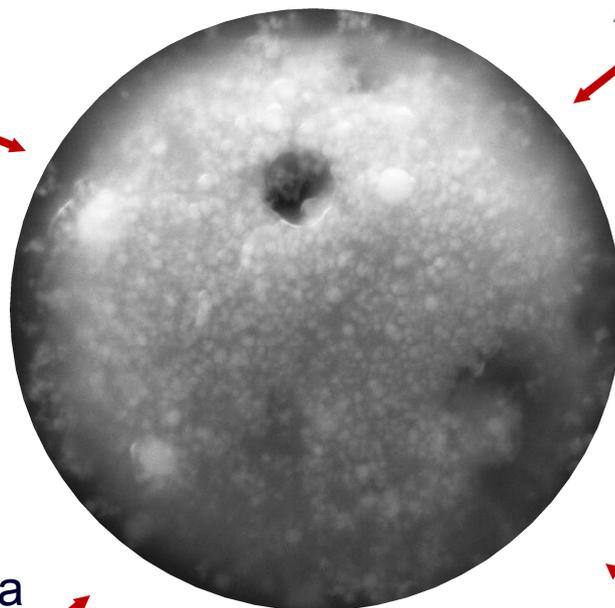




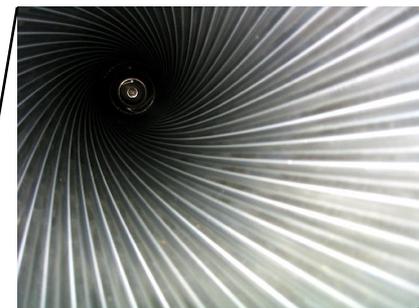
Estojo (CuZn, Ni, etc)



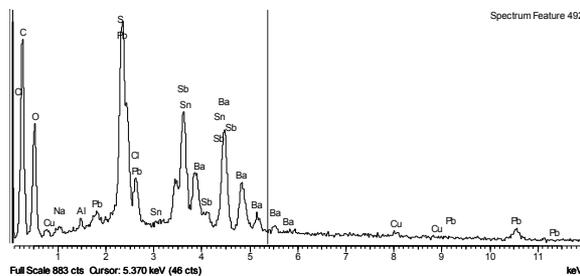
Pólvora (C, N, O, S)



Projétil (Pb, Sb, Ni) e camisa



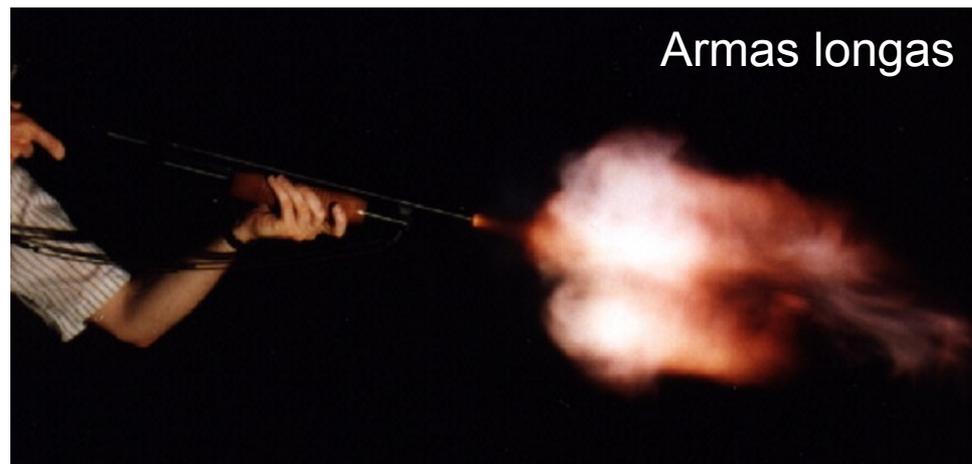
Espoleta (iniciador)



Cano da arma (Fe, FeCr)



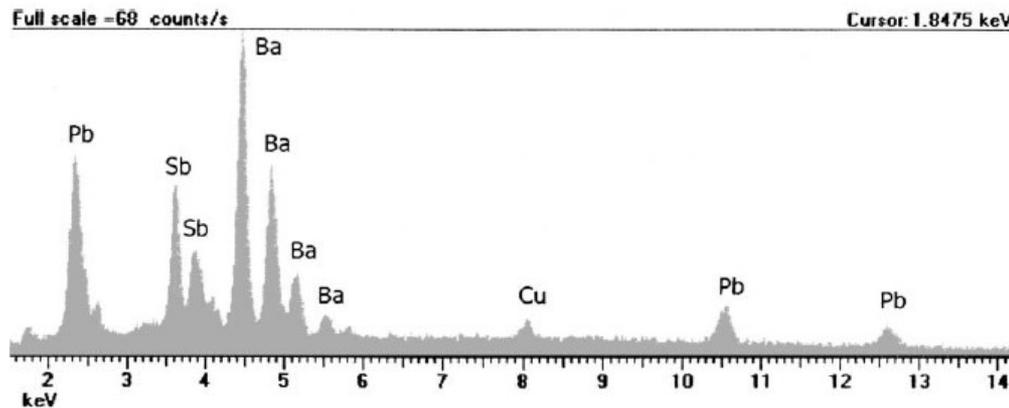
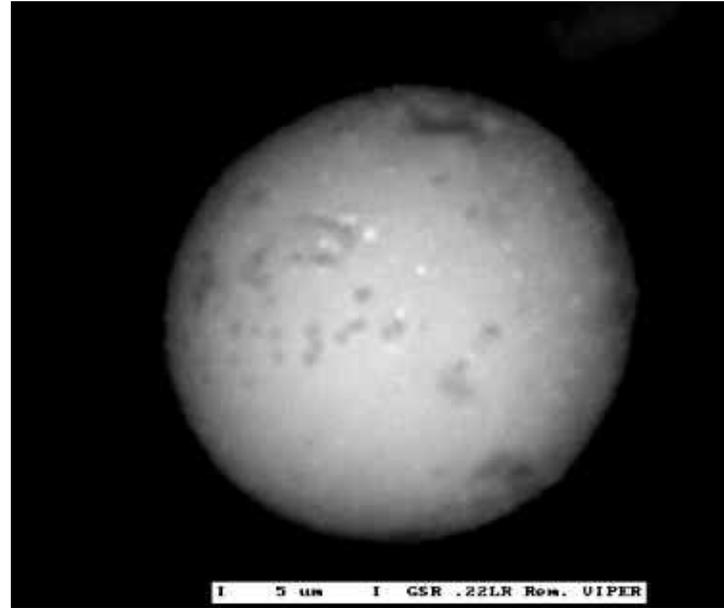
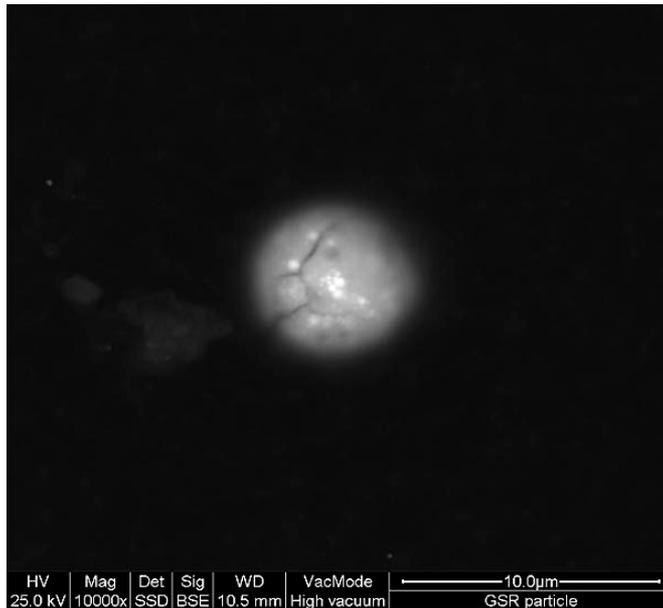
Locais de escape de GSR



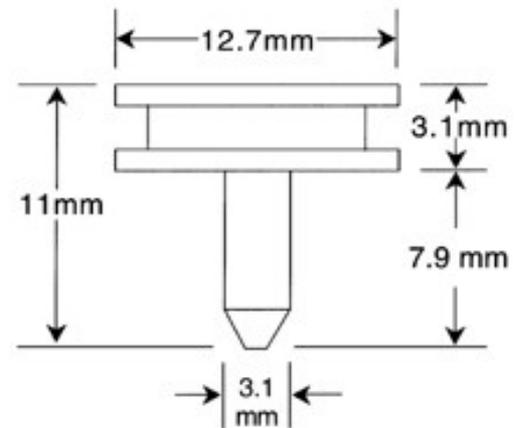
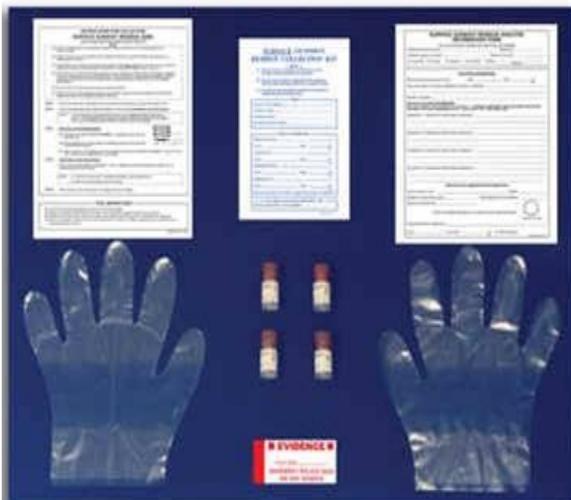
D. Tocchetto

- Revólver TAURUS, calibre .36 Special
Cano com 4"
- Cartucho CBC, .38 SPL (AX0130)
- Projétil ogival, de liga endurecida de chumbo.
- Tiro encostado (papêl)

Resíduo de Tiro GSR



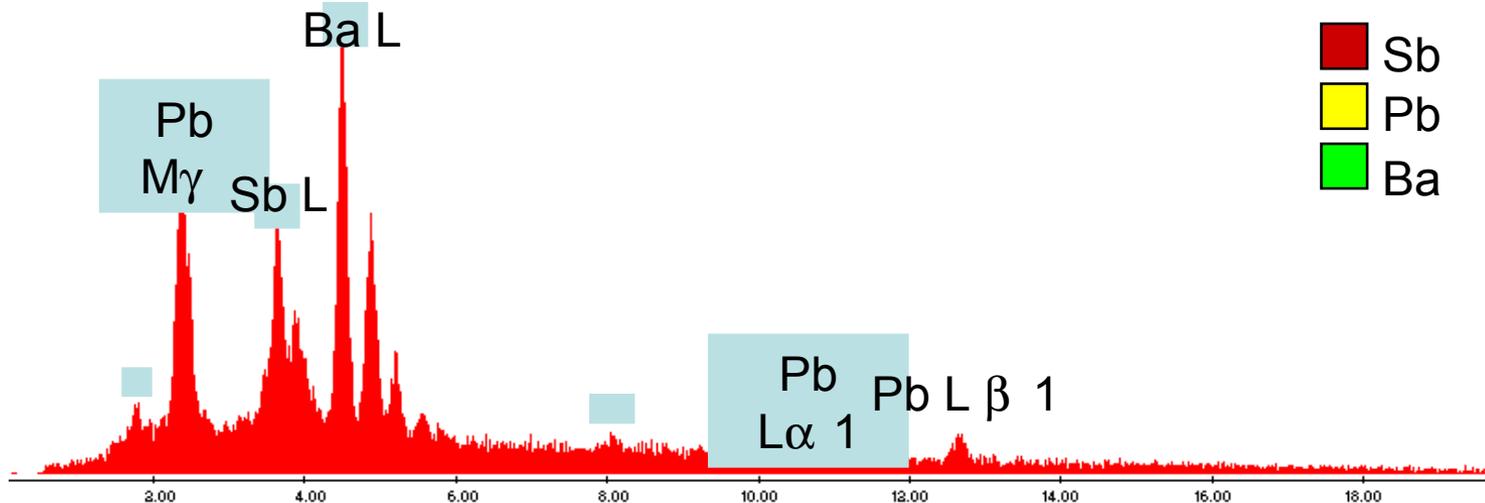
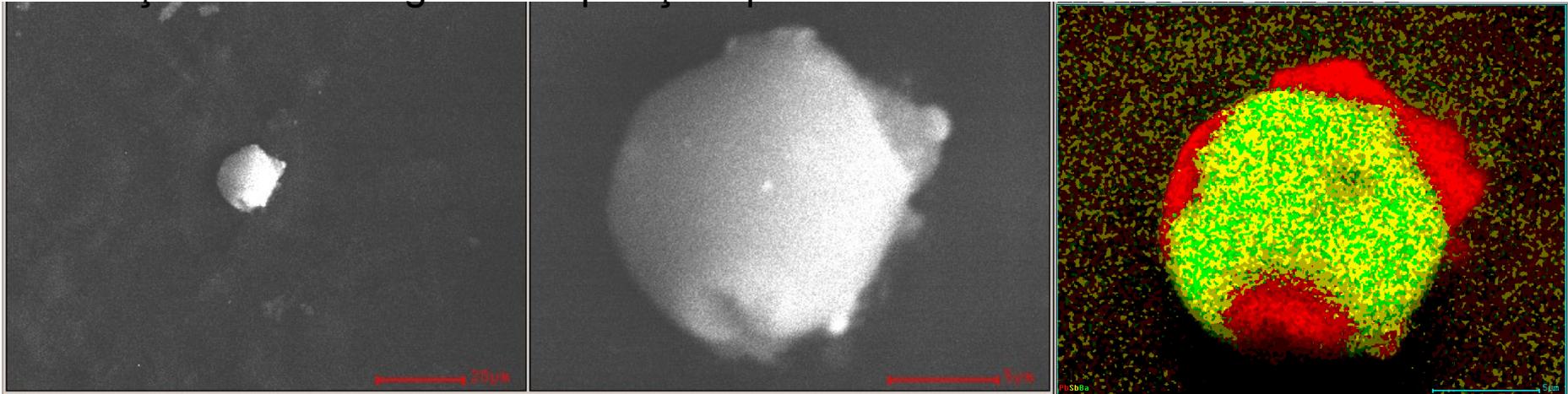
Romolo e
Garofano



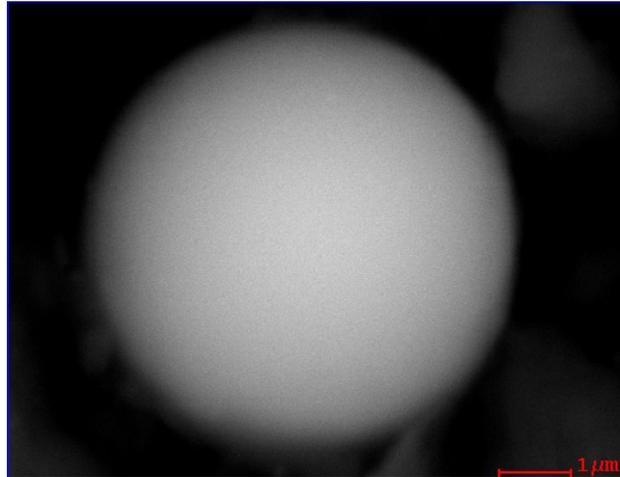
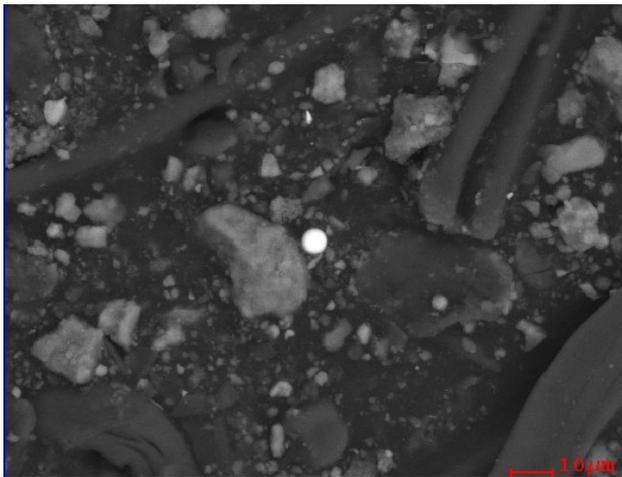
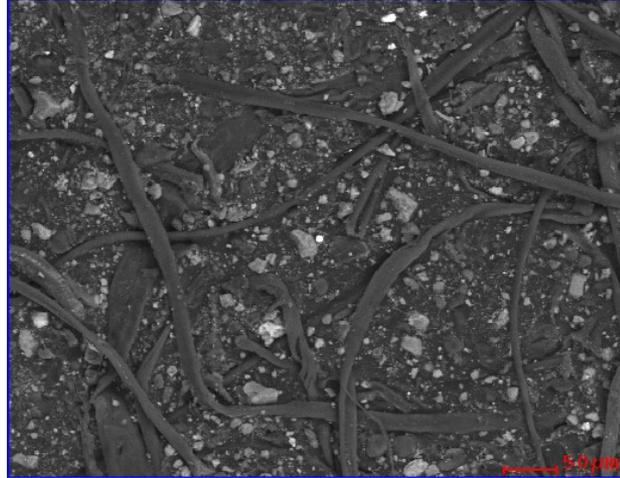
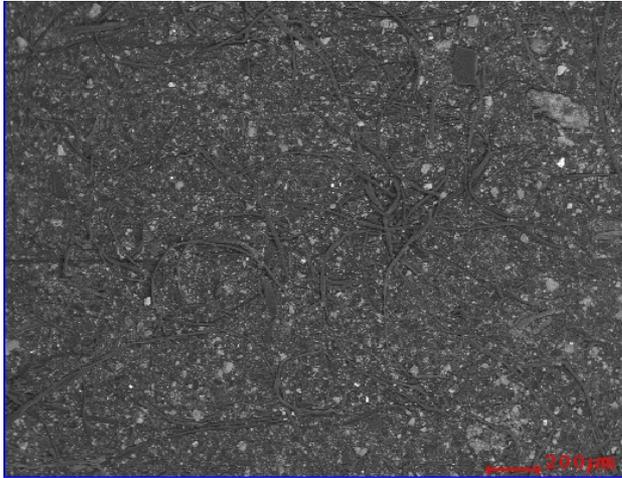
Identificação por MEV/EDS

Identificação Individual

Combinação da morfologia e composição química

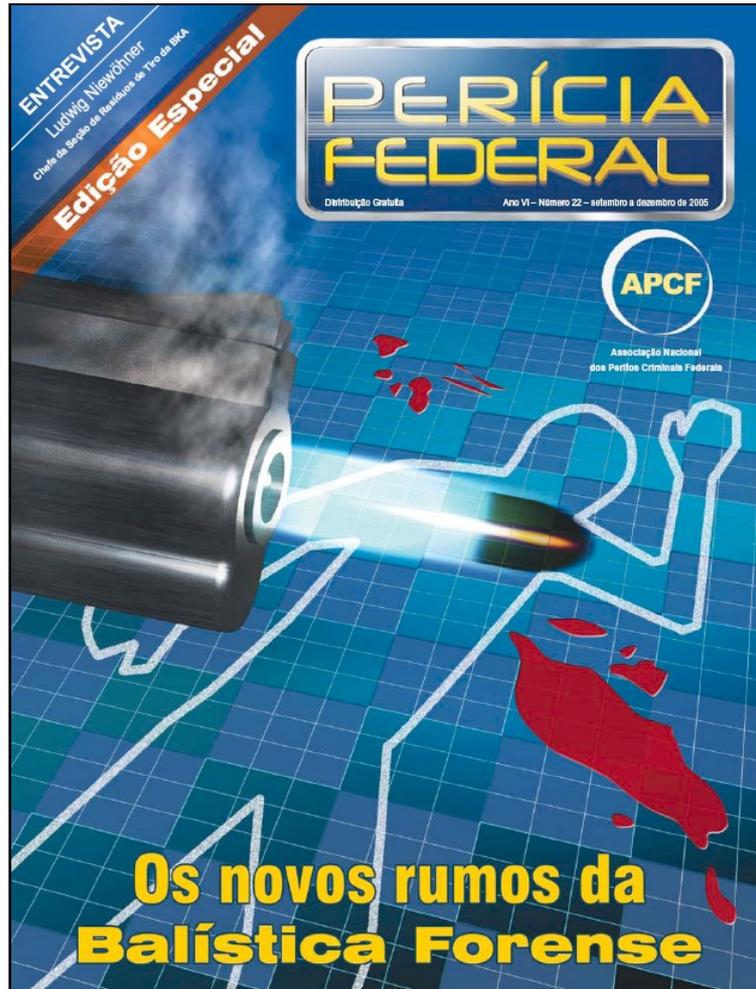


Identificação por MEV/EDS



Alta sensibilidade

Rede Pólvora



ESPECIAL: BALÍSTICA FORENSE: Annel L. Porto e Ângela Marinho - Instituto Malena de Entomologia (ME)

Implantação de uma Rede de Microscopia Eletrônica para análise de provas periciais

Essa revisão descreve a concepção e o histórico de implantação da Rede Pólvora e fornece também uma visão geral da técnica de microscopia eletrônica de varredura utilizada para análise de resíduos de tiro, bem como para outras aplicações forenses

Histórico da Rede Pólvora

No ano de 2000, o então secretário de Ciência e Tecnologia do Estado do Rio de Janeiro, Wanderley de Souza, idealizou um programa de fomento à pesquisa direcionado para a área de segurança pública. Durante dois anos, esse programa, coordenado pela Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado do Rio de Janeiro (FAPERJ), apoiou uma série de projetos. Com a nomeação do Wanderley como secretário executivo do Ministério da Ciência e Tecnologia (MCT) em 2003, foi implementado um programa semelhante, em nível nacional, em parceria com o Ministério da Justiça. Um dos principais objetivos desse programa é estabelecer ações de cooperação e atuação integrada entre a comunidade científica e tecnológica brasileira, localizada principalmente nas universidades e centros de pesquisa, e as equipes de serviços periciais federais e estaduais, programa este que vem sendo financiado pelo MCT através do CNPq.

A coordenação da rede e o incentivo ao projeto pelo MJ coube ao perito criminal da Polícia Civil do DF Edson Wagner Barroso, à época o coordenador de Planejamento Estratégico e Projetos Especiais da SENASP-MJ. A partir de 2004 até o presente essa coordenação é feita pelo PCF Paulo Roberto Fagundes, coordenador de planejamento estratégico e projetos especiais da SENASP-MJ. A coordenação do projeto no MCT é feita pelo coordenador da Secretaria Técnica dos Fundos Setoriais, Aldo Pinheiro da Fonseca.

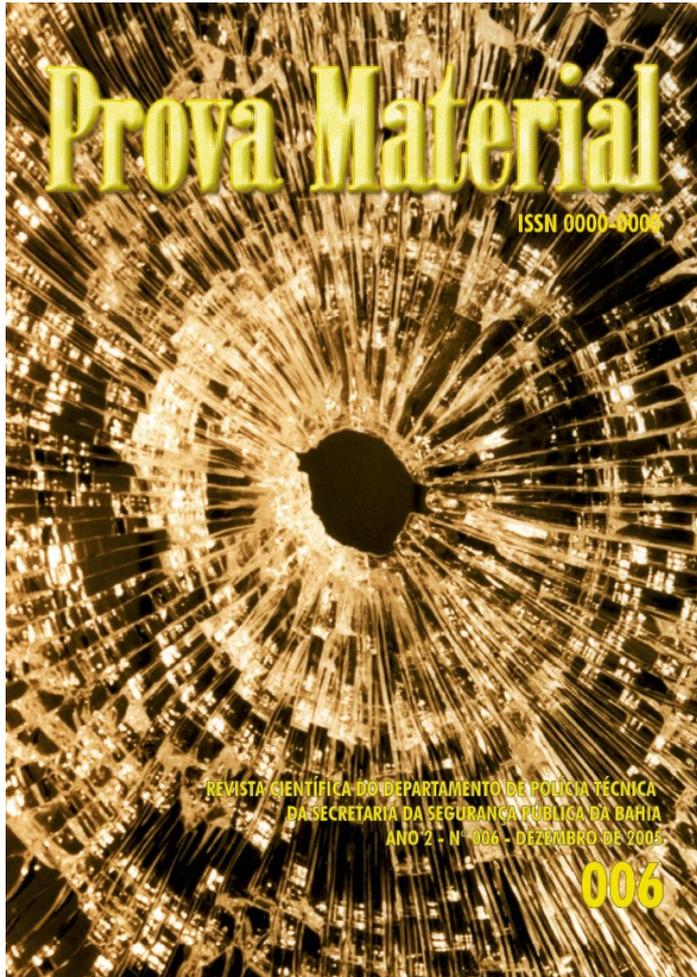
O programa foi inicialmente dividido em três áreas: genética forense, entomologia forense e balística forense, essa última visando a implantação de uma rede nacional de laboratórios de microscopia eletrônica para análise de resíduos de tiro. Os laboratórios participantes dessa rede são voluntários e passam a ser centros de referência regionais, devendo cumprir atividades de treinamento de pessoal para as unidades da Federação circunvizinhas, além da realização de pesquisa e desenvolvimento das tecnologias e

metodologias a serem introduzidas no ambiente forense. Com isso, objetiva-se o surgimento de uma estreita colaboração entre as comunidades forense e universitária, desenvolvendo atividades de caráter acadêmico e de pesquisa em conjunto. O objetivo final é que os Estados montem seus próprios laboratórios de DNA, entomologia e microscopia eletrônica e passem a realizar esses exames de rotina.

No que tange à área de balística forense, informalmente denominada de Rede Pólvora, foram investidos no ano de 2004 R\$ 875 mil divididos por 15 grupos. Cada laboratório da Rede recebeu fomento no valor de R\$ 25 mil para manutenção de equipamento e/ou consumo. Além disso, uma reserva orçamentária foi disponibilizada para concessão de bolsa de estudo/ajuda de custo para os profissionais de perícia envolvidos nas atividades de pesquisa e desenvolvimento e para apoio a eventos.

A extensa malha das unidades periciais de balística forense no Brasil ainda emprega testes resíduográficos de revelação colorimétrica, pouco sensi-

Métodos de Coleta



AVALIAÇÃO DE UM PROCEDIMENTO ALTERNATIVO PARA COLETA E ANÁLISE POR MEV/EDS DE RESÍDUOS PROVENIENTES DE DISPARO DE ARMA DE FOGO

ANDRÉ LUIZ PINTO
Instituto Militar de Engenharia
Engenheiro Metalúrgico

ANDREA MARTINY
Instituto Militar de Engenharia
Biomédica

LADÁRIO DA SILVA
Escola Naval, Marinha do Brasil
Físico

JORGE BORGES DOS SANTOS
Coordenação de Química,
Laboratório Central - DPT-BA
Perito Criminal

MAGALI LIMA BRITO
Instituto de Criminalística Afrânio Peixoto
Perita Criminal

RITA C.S. PEÇANHA
Universidade Estadual do Norte Fluminense
Dentista

FLÁVIO COSTA MIGUENS
Universidade Estadual do Norte Fluminense
Biólogo

Artigo Original

RESUMO

Nesse trabalho é descrita uma metodologia para coleta e análise de resíduos de tiro utilizando moldes de alginato. O alginato é um hidrocolóide derivado de algas marinhas *Phaeophyceae* e rotineiramente utilizado na obtenção de moldes odontológicos. Foram testadas quatro resinas comerciais, analisadas em MEV Jeol JSM-6460LV. AvaGel e Jeltrate apresentaram os melhores resultados e foram escolhidas para coleta de resíduos de tiro. Todos os moldes de alginato são condutores e estáveis sob o feixe de elétrons mesmo em condições de alto-vácuo. A análise química dos moldes revelou que elementos característicos do *primer* (Pb, Ba e Sb) e do estojo (Cu, Zn) não encontram-se presentes na composição dos alginatos. Essa metodologia eficiente para coleta de partículas de resíduos de tiro independente do calibre testado. Os resultados apresentados mostram a viabilidade de se coletar e analisar resíduos de tiro utilizando moldes de alginato.

PALAVRAS-CHAVE

Resíduos de tiro, fita daph-face, alginato, microscopia eletrônica de varredura, microanálise por raios-X.

ABSTRACT

Here we describe a new methodology suitable for recovery and analysis of GSR using alginate molds. Alginate is an irreversible hydrocolloid derived from *Phaeophyceae* brown algae and commonly used to obtain odontological molds. We tested four alginate resins commercially available, analyzed in a SEM Jeol JSM-6460LV. AvaGel and Jeltrate alginates presented the best results and were chosen for the GSR sampling. All alginate molds presented conductive pro-

perties and were stable under the electron beam even in high high-vacuum conditions. The chemical analysis of the molds revealed that elements of the *primer* (Pb, Ba and Sb) and from the cartridge case (Cu, Zn) are absent from the alginate composition. This methodology was efficient for recovery of GSR particles whatever caliber was tested. Results of the present study show that it is feasible to collect and analyze GSR particles from alginate-based molds.

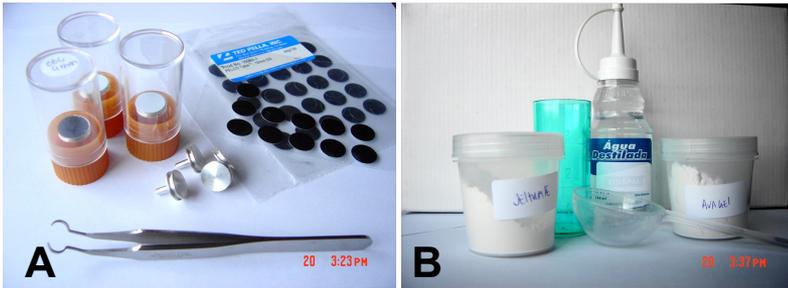
KEY WORDS

Gaushot residues, double-face tape, alginate, scanning electron microscopy, X-ray microanalysis

INTRODUÇÃO

O aumento no número de crimes envolvendo armas de fogo é um problema mundial. A detecção de resíduos de tiro (GSR) nos Institutos de Criminalística no Brasil ainda é realizado por testes químicos (via-íonida) para detecção de resíduos orgânicos, especialmente o método de Griess (revelação de nitratos oriundos da pólvora combusta), ou inorgânicos para detecção de chumbo (redução de sódio), chumbo e bário (iodeto de trifluormetilarsênio) e cobre (diato-oxamida). Embora eficientes, estes métodos não garantem que a natureza dos elementos químicos detectados seja proveniente de disparo de arma de fogo, uma vez que estes são facilmente gerados por diversas atividades ocupacionais. Em países desenvolvidos, a análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV/EDS) é um método rotineiro, mas no Brasil praticamente não é utilizada. A detecção de GSR por MEV/EDS baseia-se na análise da morfologia esférica característica e da composição química (presença de Pb, Ba e Sb) da partícula. Esse tipo de análise

Métodos de Coleta



- (A) Método tradicional de “stub” e fita condutora dupla face e
(B) material para luva de resina poliéster

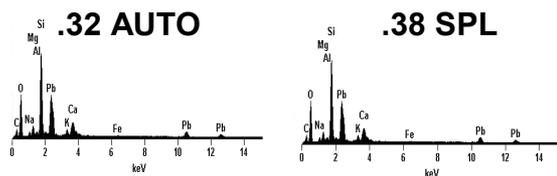
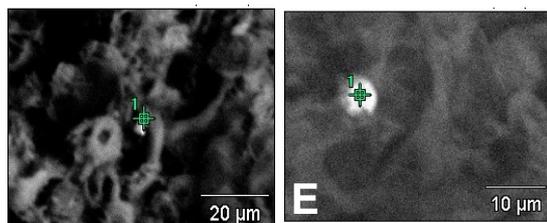
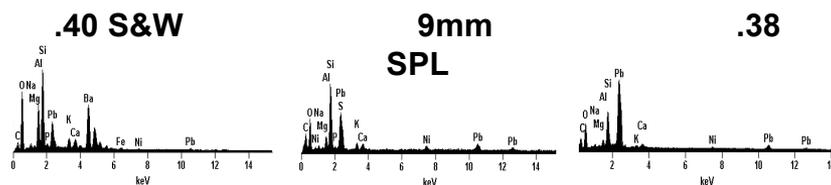
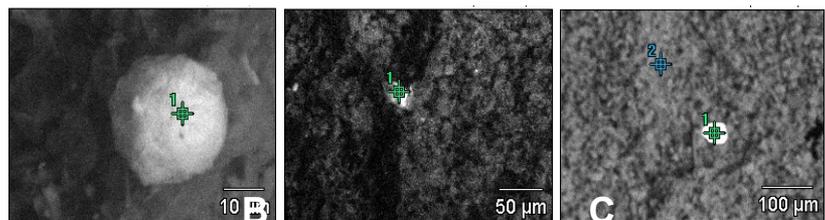


Luva confeccionada com alginato



PINTO, A. L., Martiny, A., Silva, L., Santos, J. B., Brito, M. L., Peçanha, R. C. S., Miguens, F. C. **Avaliação de um procedimento alternativo para coleta e análise por MEV/EDS de resíduos provenientes de disparo de armas de fogo.** Prova Material, v.2, (2005) p.7 - 11,

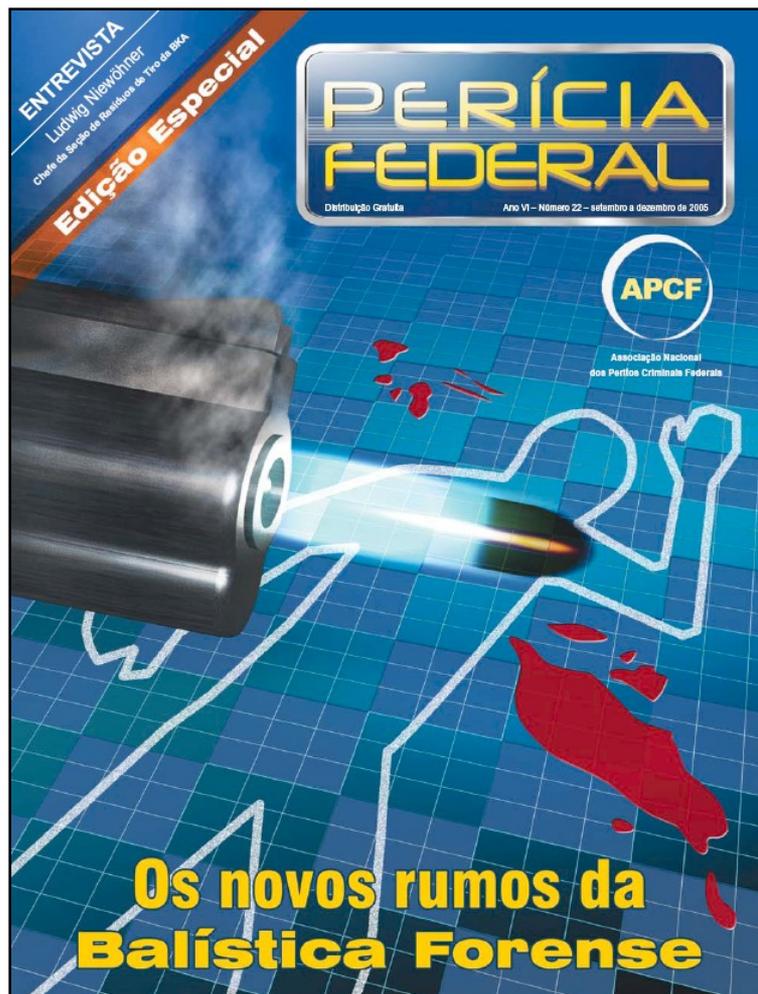
Métodos de Coleta



Diferentes coletas em alginato

PINTO, A. L., Martiny, A., Silva, L., Santos, J. B., Brito, M. L., Peçanha, R. C. S., Miguens, F. C. **Avaliação de um procedimento alternativo para coleta e análise por MEV/EDS de resíduos provenientes de disparo de armas de fogo.** Prova Material, v.2, (2005) p.7 - 11,

Utilização do MET na análise de Resíduo de Tiro



ESPECIAL: ESTUDO DE RESÍDUOS DE TIRO: ANITA FERREIRA COSTA (Inst. de Criminalística Carlos Euzébio), SOLANGE, L.G. (FUCIRJ) e ROSELI L. PAIRO (ME)

Estudo de resíduos de tiro via microscopia eletrônica de transmissão (MET)

Neste trabalho, a MET é utilizada para caracterizar resíduos de tiro (Gunshot Residue - GSR). Partículas isoladas e aglomeradas foram observadas, de diferentes formas, com tamanhos diversos variando de três ordens de grandeza a partir de 2 nm

Introdução

A determinação da presença de resíduos de tiros é fundamental para uma investigação eficaz e conclusiva. GSR são indícios importantes em crimes violentos e podem ser encontrados nas mãos de um indivíduo ou em objetos próximos ao disparo [1]. GSR têm sido amplamente estudados [2], e há um consenso de que a maioria das partículas formadas são esféricas, de diâmetro variando entre 1 e 10 μm . Porém, partículas menores, e características de GSR, são detectadas. Uma partícula é identificada como oriunda de um tiro se nesta são encontrados os elementos Pb, Ba e Sb. A técnica mais utilizada nesse tipo de pesquisa é a Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV). Poucos estudos foram realizados utilizando MET [3,4]. Estes relatam que é possível caracterizar partículas típicas de um GSR com dimensões de até 2 nm, não podendo ser observadas

através da técnica padrão que utiliza a MEV. Dentro desse contexto, foi iniciado o estudo de nanopartículas GSR via MET combinada com a Espectroscopia de Energia Dispersiva de Raios-X (XEDS), no intuito de formular exame padrão para determinar se houve produção de tiro, bem como identificar o tipo de munição utilizada.

Procedimento Experimental

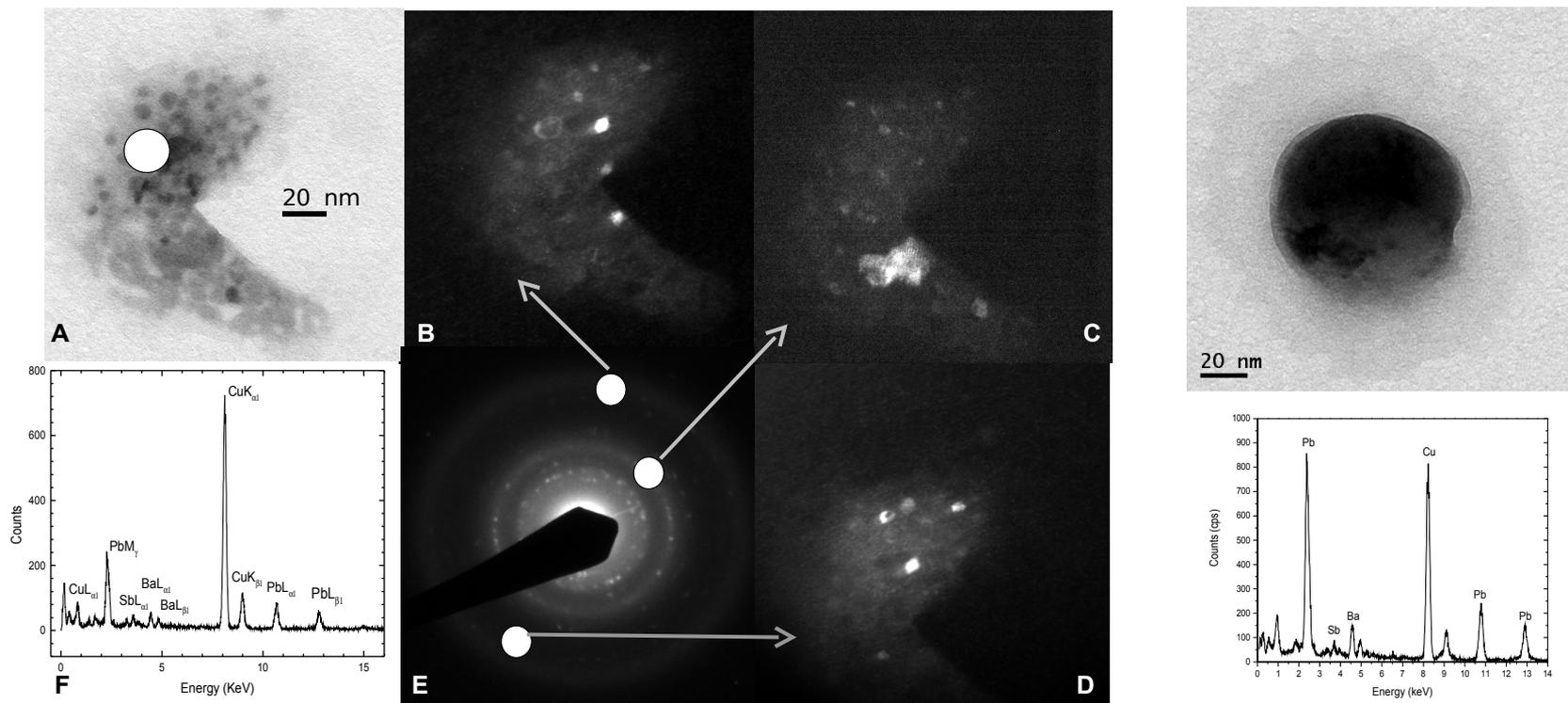
As amostras foram coletadas numa grade com um diâmetro de 3 mm, disposta na mesma altura do atirador, perpendicular à linha de tiro, estando a superfície dessa grade perpendicular ao plano do piso. A distância da grade até o atirador é um parâmetro variável: do mais próximo possível, ou seja, da distância na qual a grade não sofre deformações devido à nuvem gasosa que se forma no momento do tiro, até uma distância mais afastada na qual ainda seja possível observar uma densidade razoável de partículas. A de-

terminação dessas distâncias depende do tipo de munição utilizada. Após a coleta, as amostras foram observadas em um Microscópio Eletrônico de Transmissão JEOL 2010, operando a 200kV. Imagens em campo claro e em campo escuro foram obtidas por uma câmera COD da marca Gatan. A figura de difração foi registrada diretamente em um negativo. A composição das partículas foi determinada no sistema XEDS acoplado ao microscópio.

Resultados

Várias partículas de diferentes formas e tamanhos foram observadas, confirmando a existência de partículas GSR com diâmetro inferior a 1 μm . A Figura 1 exibe duas partículas, designadas A e B. Essas partículas são, na verdade, aglomerados. Partícula A, exibida nas figuras 2a e 2b (campo claro e campo escuro, respectivamente) é um exemplo de partícula que não apresenta uma forma esférica.

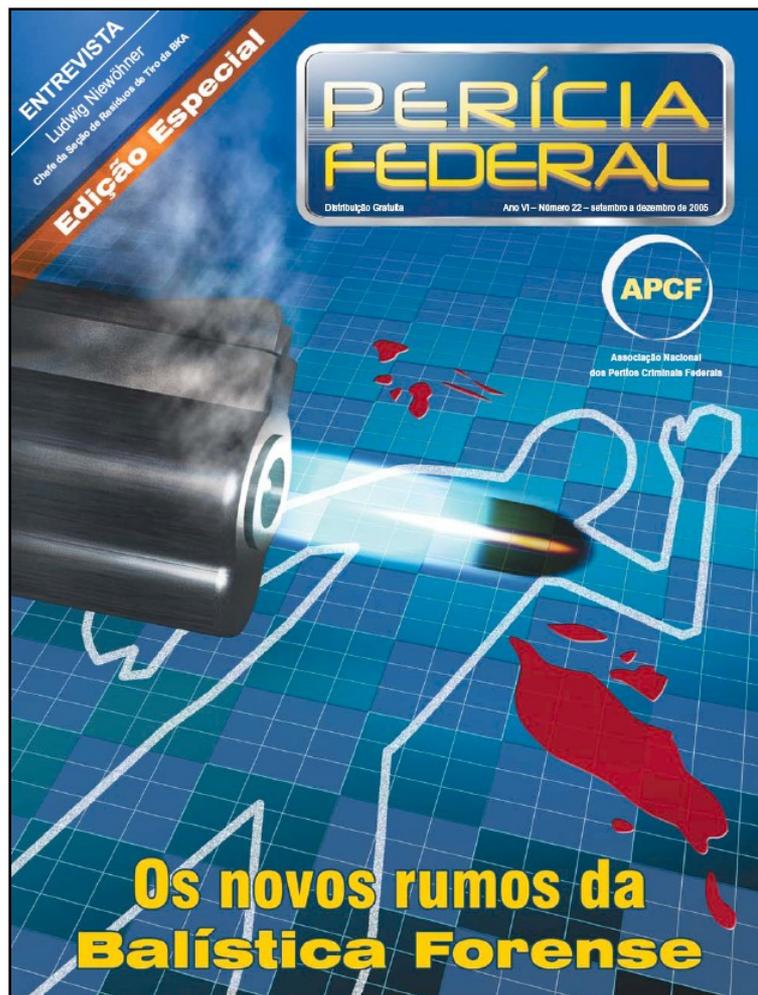
Utilização do MET na análise de Resíduo de Tiro



Partículas de GSR são vistas ao MET como aglomerados de nano-partículas

Campos, A. P. C., Solórzano, I. G., PINTO, A. L.. **Estudo de resíduos de tiro via microscopia eletrônica de transmissão (MET)**. Perícia Federal. v.22 (2005) p.27 – 28.

Resíduo de Freio: Interferência Ocupacional?



ESPECIAL BALÍSTICA FORENSE: ANDREA MARTINI^{1,2}, ANDRÉ L. PIRO³, LACIANO DA SILVA⁴, ANDREA PORTO CARREIRO⁵, JORGE B. DOS SANTOS⁶, MARCELO SASSO⁷, FLAVIO C. MUSELLI⁸

Estudo preliminar por MEV e microanálise por raios-x de partículas do tipo GSR oriundas de pastilhas de freio nacionais

Resíduos derivados de pastilhas de freio automotivas pela fricção durante a frenagem podem levar a falsos positivos em exames residuográficos



A detecção e identificação de resíduos de tiro (GSR ou "gunshot residues") nas mãos de suspeitos ou em objetos sempre representaram uma importante informação na investigação criminal. GSR são compostos de partículas combustas ou parcialmente combustas de pólvora e da carga propulsora, além de fragmentos do projétil, do cartucho e do cano da arma. No entanto, a composição elemental de GSR está fortemente associada à carga iniciadora, normalmente composta de estifnato de chumbo (iniciador), nitrato de bário (oxidante) e sulfeto de antimônio (combustível). As condições únicas de temperatura e pressão no momento do disparo contribuem para a formação de agregados metálicos com morfologia característica, podendo estes se depositar, na forma de aerossol, nas mãos, face, vestes e objetos próximos. A compreensão da origem e do mecanismo de

formação de GSR é fundamental para a correta distinção entre esses resíduos e partículas de origem ambiental e/ou ocupacional. Resíduos derivados da manipulação de motores, baterias, tintas, hardware, derivados de petróleo, ferramentas industriais, fogos de artifício, além de atividades que envolvem a indústria automobilística podem apresentar composição semelhante à GSR, podendo levar a erros na interpretação de evidências, caso não se tenha conhecimento prévio da morfologia e do ambiente. Materiais de fricção utilizados na produção de pastilhas de freio muitas vezes apresentam chumbo, sulfeto de antimônio e sulfato de bário em diferentes composições. Durante o processo de frenagem, a fricção entre as pastilhas e o disco de freio eleva a temperatura interna, podendo exceder a 600°C, e às

vezes chegar até 1.200°C [1]. A combinação calor e atrito mecânico desgasta a pastilha e pulveriza partículas compostas pela fusão entre os componentes, liberando resíduos microscópicos com composição similar a GSR. Estudos anteriores mostraram que partículas de composição semelhante (determinantes e/ou indicativas) a GSR podem ser encontradas em amostras de pastilhas de freio [2, 3]. No entanto, esses estudos foram centrados em modelos de automóvel e não em marcas e modelos de pastilhas.

Neste trabalho foi testada a presença de partículas consistentes com GSR em pastilhas de freio comercialmente disponíveis no Brasil, visando a confecção de um banco de dados para ser disponibilizado aos institutos de criminalística do país. Foram utilizadas pastilhas de freio usadas, cole-

Resíduo de Freio: Interferência Ocupacional?

Foto: Arquivo pessoal das autoras



Figura 1A-C: Imagem de uma pastilha de freio produzida no Brasil (A). As pastilhas localizam-se em lados opostos do disco de freio. Durante a frenagem, a fricção com este reduz a rotação do disco. Esse processo envolve aquecimento e desgaste do material de fricção gerando resíduos que ficam impregnados por toda a roda e são liberados na atmosfera na forma de aerossol. (B-C) Coleta dos resíduos da superfície da pastilha de freio para análise por MEV/EDS, utilizando *stub* com fita dupla-face de carbono

Resíduo de Freio: Interferência Ocupacional?

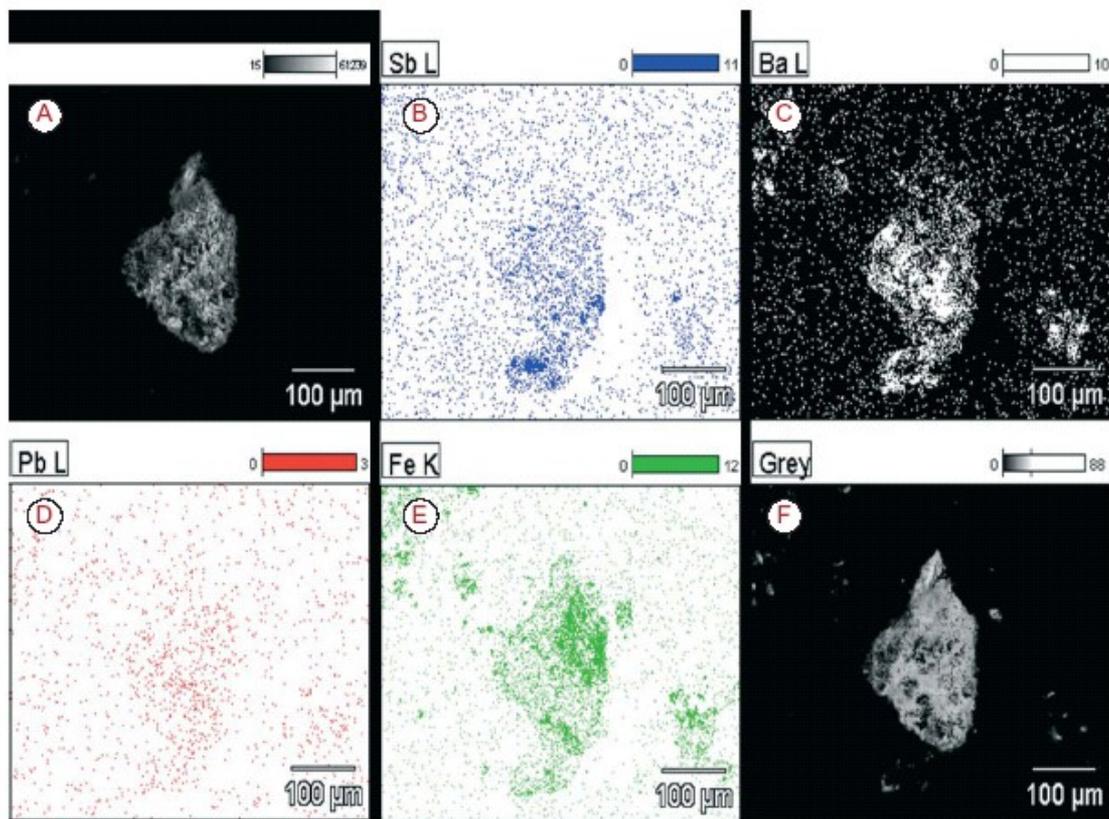


Figura. 2A-F: Imagem de elétrons retroespalhados (A) e mapa de elementos (B-F) de uma partícula encontrada nos resíduos de pastilha de freio Fras-Le PDI/42. Antimônio (B), bário (C), chumbo (D) e ferro (E)

Martiny et al., **Estudo preliminar por MEV de microanálise por raios-X de partículas do tipo GSR oriundas de pastilhas de freio nacionais**. Perícia Federal, v.22, (2005) p.23 - 26.

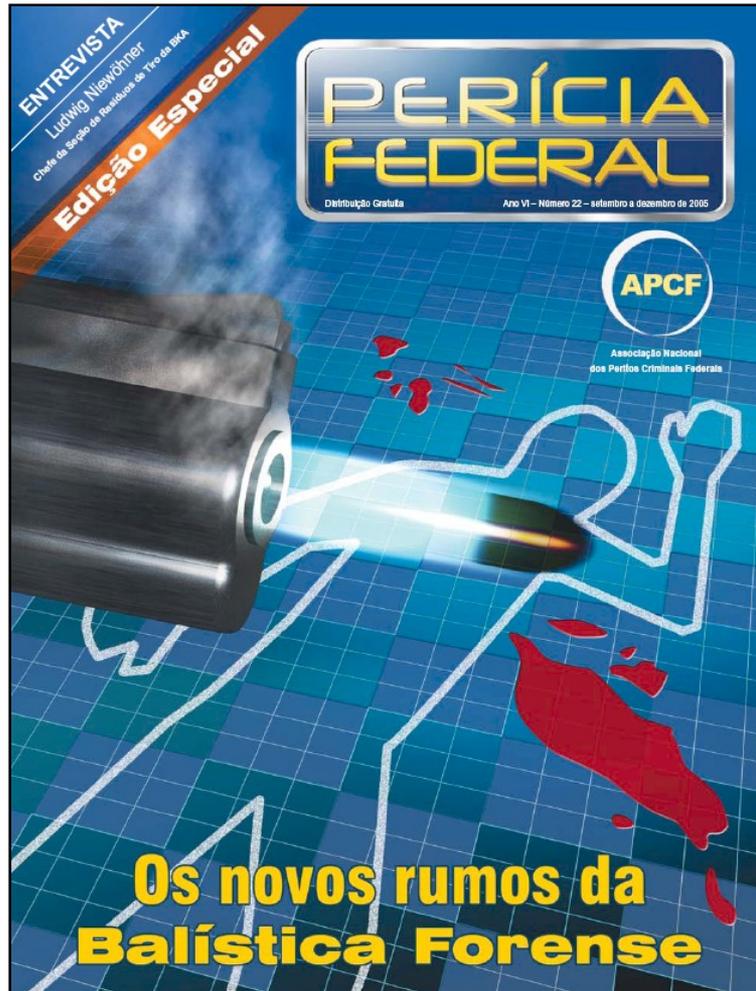
Resíduo de Freio: Interferência Ocupacional?

Fabricante	Modelo	Montadora	Composição das Partículas
Fras-Le	PD/23	VW	Ba, BaFe
	PD/25	FIAT	BaFeCuZn; BaFeZn; BaFeCu; BaFe; Ba; BaSb; Sb
	PD/28	FORD	Pb; PbFe; SbFe; PbSbFe
	PD/42 (2)	GM	Ba; BaFe; Fe; PbBaSbFe
	PD/48	FIAT	PbFe; PbFeCuZn; Pb; Sb; PbSbFe
	PD/54	GM/VW	Pb; PbFe; PbSbFe; SbFe; SbZn
	PD/55	FORD	BaFe
	PD/958	VW	BaFe; PbFeCuZn
Cobreq	CO-720		FeCu; FeCuZn
	CO-733 (4)		FeCu; BaFe; BaFeZn; BaZn; PbBaFeZn; PbBaSb; SbBa; PbSb; Sb; Ba; Pb; FeCuZn
	N-534	FIAT	BaPbFe; Ba; BaFe; BaFeCu
	NADP-721	VW	BaFe; FeCu; FeCuZn; BaFeCu
	NADP-477	GM	FeCu; BaFe; BaFeCu
ATE Freios	20.5100 8076 (2)	FIAT	PbBaFeZn; BaFe; BaFeZn; Ba; Pb
	20.5100 7787.3 (2)		BaFeCu; BaPbFeCuZn; BaPbFeCu; BaFeCuZn
Tecpads	F0 (3)		FeBaPb; FeZnSbBaPb; FeCuBaPb; FeSrSbBaPb; FeCuSbBaPb; FeSbBa; FeSbBaPb
Minaço	B220 (1)		BaFe

Tabela 1: Elementos comuns a GSR encontrados em algumas pastilhas de freio nacionais

Martiny et al., **Estudo preliminar por MEV de microanálise por raios-X de partículas do tipo GSR oriundas de pastilhas de freio nacionais**. Perícia Federal, v.22, (2005) p.23 - 26.

Munição Ambiental



ANÁLISE DE RESÍDUOS DE TIRO oriundos de munição sem chumbo por MEV/EDS

Munições ambientais – sem chumbo – já se encontram à venda em vários países do mundo. No Brasil, a munição CleanRange®, produzida pela CBC, ainda não é comercializada. Caso se torne comum em território nacional, a composição atual da espoleta torna sua detecção praticamente impossível

A detecção e identificação de partículas derivadas de disparo por arma de fogo constituem uma importante ferramenta em investigações criminais. A metodologia para detecção de partículas de resíduos de tiro sofreu grande evolução. No passado buscavam-se compostos nitrogenados da pólvora. Atualmente detectam-se resíduos derivados da carga iniciadora, cuja composição mais usual apresenta chumbo (Pb), bário (Ba) e antimônio (Sb) derivados do estinato

de chumbo, nitrato de bário e sulfeto de antimônio. O rodizonato de sódio surgiu no fim da década de 60, para detecção de Pb e Ba. No entanto, esse método, ainda utilizado rotineiramente nos serviços periciais brasileiros, não permite distinguir resíduos de tiro de resíduos ocupacionais/ambientais. Diferentes métodos analíticos se prestam a esse tipo de análise, mas a presença dos três elementos em uma grande variedade de ocupações rotineiras levou ao uso da microscopia eletrônica

de varredura acoplada a um espectrômetro por dispersão de energia como a melhor ferramenta para identificação de resíduos de tiro. O uso dessa técnica começou a se difundir nos Estados Unidos nos anos 80 e é tão aceito no meio forense mundial que há uma norma estabelecida para análise de resíduos de tiro por MEV/EDS pela ASTM.

Há alguns anos, uma preocupação crescente com a saúde de policiais, militares e atiradores, constantemente expostos a uma atmosfera rica em

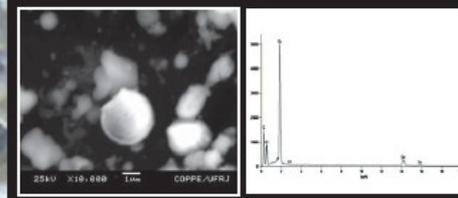


Fig. 1: Resíduos de tiro de munição CBC CleanRange e respectivo espectro EDS

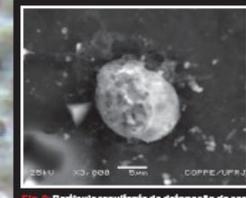


Fig. 2: Partícula resultante da detonação de car 5mm e espectro de EDS

Munições Ambientais

Marca	País	GSR
CCI Lazer LeadFree	EUA	Sr
Federal Cartridge Company	EUA	Ca, Si
Fabrique Federale de Munitions	Suíça	Zn, Ti
Fiocchi	Itália	Sb, Cu, Zn, Sr
Hirtenberger-Patronen	Áustria	Sr
Speer Lawman CleanFire™	EUA	Sr, O, Al, Cl (Cu, Zn, Ni)
Geco Sintox™	Alemanha	Zn, Ti
Federal BallistiClean™	EUA	Ba, Si, Al (Cu, Zn)
Winchester WinClean™	EUA	K, Zn (Al, Cu, S, Zn)
Winchester Super Unleaded	EUA	K, Sr
Companhia Brasileira de Cartuchos CBC CleanRange® (MagTech) ou NTA	Brasil	Sr (1ª geração) Al, Ca, Si, K (2ª geração)

Munições Ambientais: CBC CleanRange®

Composição do primer produção entre 1998-2002:

- Diazol
- Nitrato de estrôncio → Sr
- Pólvora
- Tetrazeno

Composição do primer produzido a partir de 2002:

- Diazol
- Tetrazeno
- Nitrato de potássio → Al, Si, K, Ca
- Nitrocelulose
- Vidro em pó
- Alumínio em pó



Fonte: Companhia Brasileira de Cartuchos e MagTech Inc.

Munição Ambiental

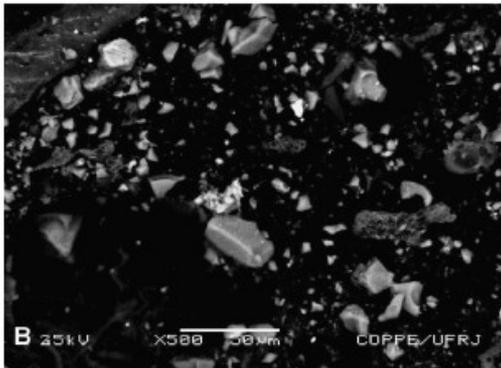
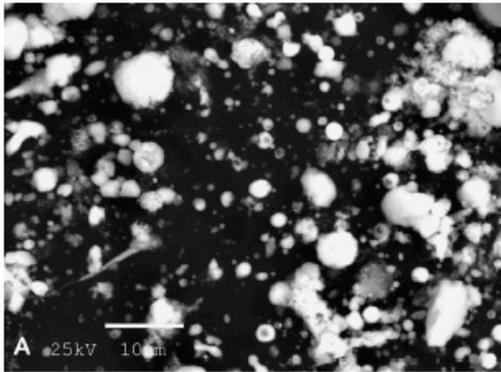


Fig. 2. General view of manually ignited 9 mm Luger primer from CleanRange[®] first (A) and second (B) generation ammunition collected onto double-face carbon tape pin mounts.



Available online at www.sciencedirect.com



Forensic Science International 177 (2008) e9–e17

Forensic
Science
International

www.elsevier.com/locate/forensint

Short communication

SEM/EDS analysis and characterization of gunshot residues from Brazilian lead-free ammunition

Andrea Martiny^{a,1}, Andrea P.C. Campos^b,
Marcia S. Sader^c, Maj André L. Pinto^{a,*}

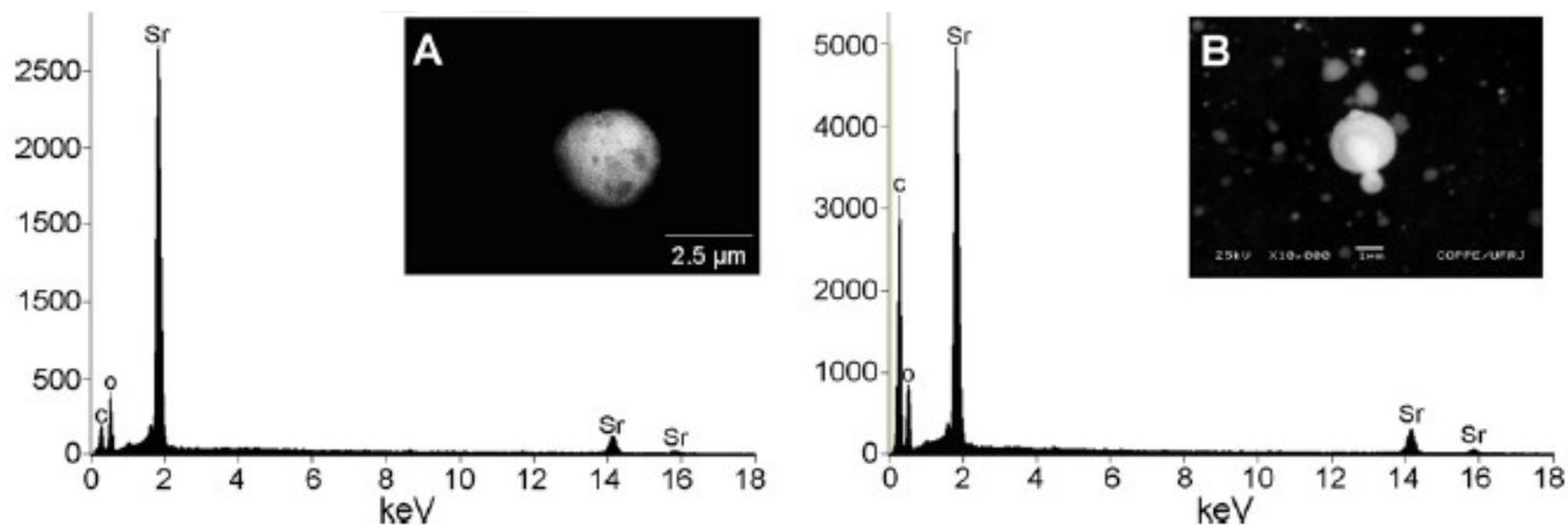
Table 2

Composition of primer and plume from CBC CleanRange[®] ammunition

Generation produced	Caliber	Primer	Major elements	Plume	Shooters' hands
		Composition		Major elements	Major elements
1	9 mm Luger CR	Sr, N, Na, K	Sr	Sr	Sr, Na, K, Fe
	9 mm Luger CR	Al, Si, K, Ca, Na, S, Mg		Al, Si, Ca	Al, K, Si, Ca, Fe
2	.40 S&W CR	Al, Si, K, Ca, Na, S, Mg	Al, Si, K	Al, Si, Ca	Al, K, Si, Ca, Fe
	.380 AUTO CR	Al, Si, K, Ca, Na, S, Mg		Al, Si, K, Ca, Na	Al, K, Si, Ca, Fe
	.38 SPL CR	Al, Si, K, Ca, Na, S, Mg		Al, Si, Ca	Al, K, Si, Ca, Fe, S

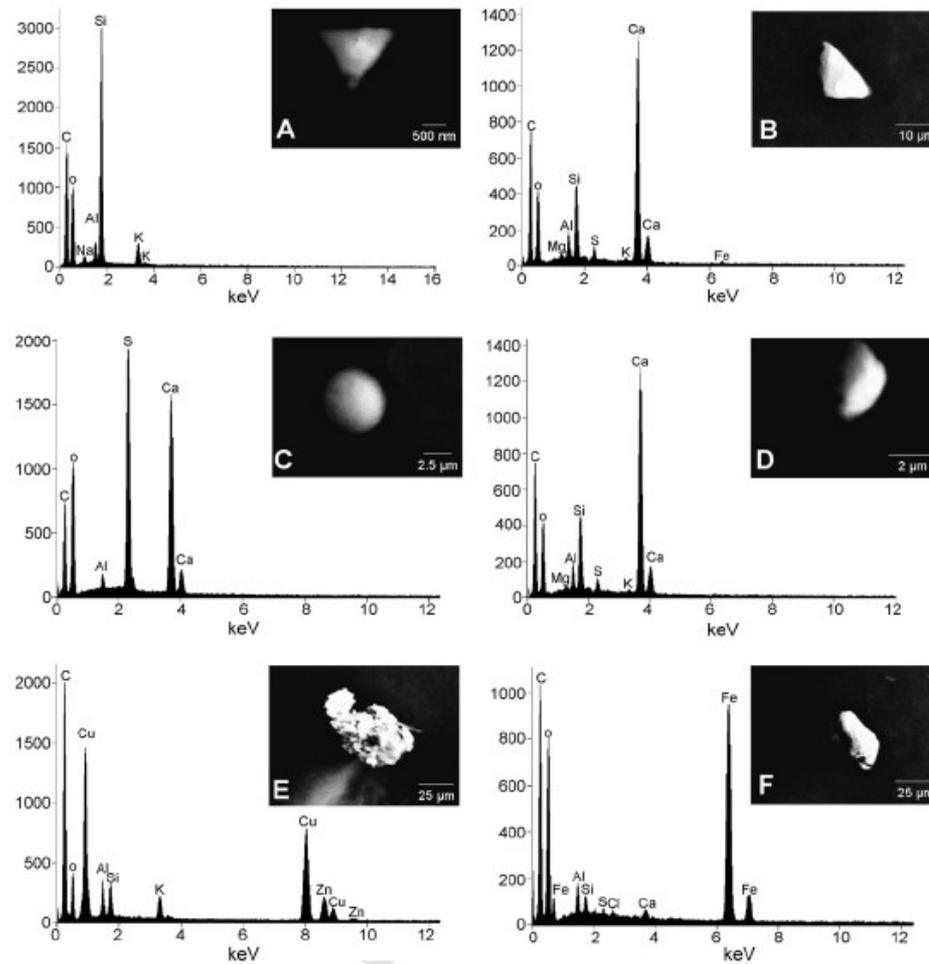
Data obtained from EDS analysis of particles collected from ignited primer, plume and from the shooters' hands after firearm discharge with the ammunition indicated.

Munições Ambientais: CBC CleanRange®



CBC CleanRange® 9mm Luger (1ª geração) – vendida na Europa

Munições Ambientais: CBC CleanRange®



Cenário Mundial

26 países possuem MEVs em Instituições Forenses:

África do Sul, Alemanha, Austrália, Áustria, Bélgica, Brasil, Canadá, Croácia, Dinamarca, Eslováquia, Espanha, Estados Unidos, Estônia, Finlândia, França, Inglaterra, Irlanda, Israel, Itália, Holanda, Letônia, Polônia, Portugal, Suécia, Suíça, Republica Tcheca.

Total: 221 MEVs, 139 dedicados para GSR

Estados Unidos: Dos 50 estados americanos, 35 possuem MEVs – 70%
(total = 117 equipamentos)

26 estados possuem MEVs dedicados para GSR
(total = 72 equipamentos)

MEVs na Perícia Brasileira

- ✓ 1993: Instituto de Criminalística (São Paulo, SP) – MEV Camscan (instalado na Seção de Física sob a responsabilidade do perito Adilson Pereira)



MEVs na Perícia Brasileira

- 2005/2006: Instituto Nacional de Criminalística – Departamento de Polícia Federal (Brasília, DF) – Quanta 3D SEM FEI Company (instalado na Seção de Balística sob a responsabilidade da perita Sara Lais Lenharo).



CUSTOMER SUCCESS STORY

FEI COMPANY™

Brasília's Instituto Nacional de Criminalística

Brazil Solves Big Crimes with Microscopic Images

DualBeam™ system plays vital role in providing critical forensic evidence

"We chose FEI equipment for its versatility...we can use low or environmental vacuum without any preparation on uncoated samples."

— Sara Lais Rahal Lenharo
lab supervisor and crime investigator

The Microscopic Analysis Laboratory in Brasília is part of the Ballistic Service of the National Criminalistic Institute (INC) of the Federal Police Department. As a branch of the Ministry of Justice, INC has jurisdiction over violations of federal crimes in Brazilian territory.

www.dpf.gov.br

Brasília's Instituto Nacional de Criminalística (INC/National Criminalistic Institute) Microscopic Analysis Lab is the central crime lab for Brazil's Federal Police Department. The lab is responsible for forensic activities including collection, analysis, and interpretation of crime evidence. The lab's mission is to rapidly characterize evidence found at crime scenes. To help solve crimes at the microscopic level, the lab acquired the FEI Quanta 200 3D DualBeam™ system and micro X-ray diffraction equipment to:

- Collect, evaluate, and interpret crime scene evidence
- Produce results quickly to protect public safety
- Preserve evidence through non destructive analysis methods

The Challenge

Before acquiring the Quanta 200 3D system, the lab did not have any SEMs (scanning electron microscopes) at the Federal Police facilities. When special crime cases came their way, the lab was forced to buy outside services to examine samples. "Before the Quanta acquisition, we had to find available equipment and hire it. Sometimes we had to travel to another city. We could not spend a lot of time analyzing detailed aspects. Nowadays, it is the opposite, we collaborate with the federal University of Brasília and federal research institutes analyzing their materials," says Sara Lais Rahal Lenharo, lab supervisor and crime investigator at the Instituto Nacional de Criminalística of the Polícia Federal.

Why FEI?

The Quanta offered two key features considered essential for evaluating the forensic samples: the low vacuum capability and the combination of a SEM with a FIB (focused ion beam). The Quanta's ultra low specimen chamber vacuum enables characterization at different humidity levels and temperatures. "We chose FEI equipment because of its versatility. It allows us to work in low and environmental vacuum conditions along with the FIB. We also knew FEI from previous experience. We contacted FEI technicians; several times while working at other research institutes. These previous contacts with FEI contributed to our decision," says Lenharo.

MEVs na Perícia Brasileira

- 2008: Departamento de Polícia Técnica (Salvador, BA) – Quanta 400 SEM FEI Company (instalado na Seção de Química sob a responsabilidade do perito Jorge Borges dos Santos)



Outras Possíveis Aplicações



Determinação da trajetória

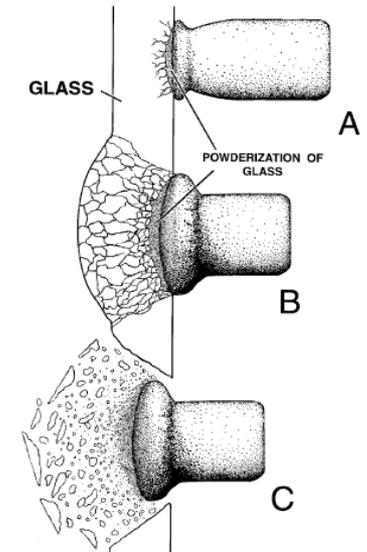
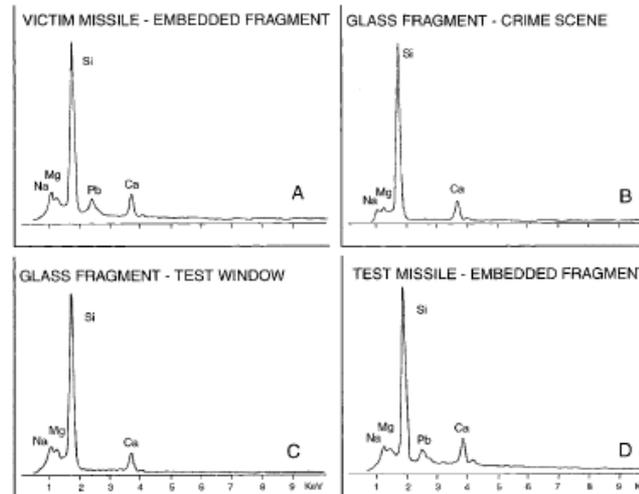
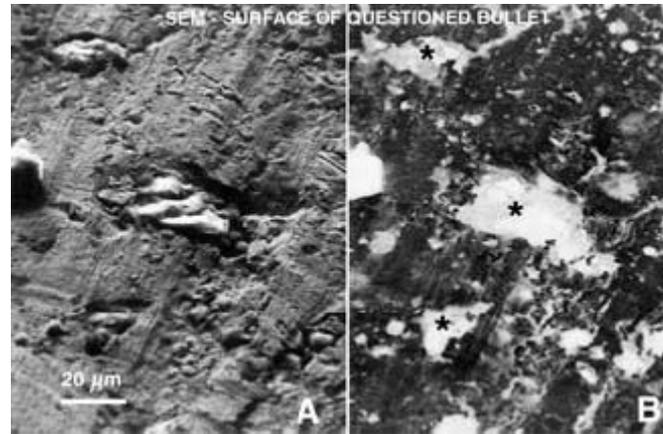
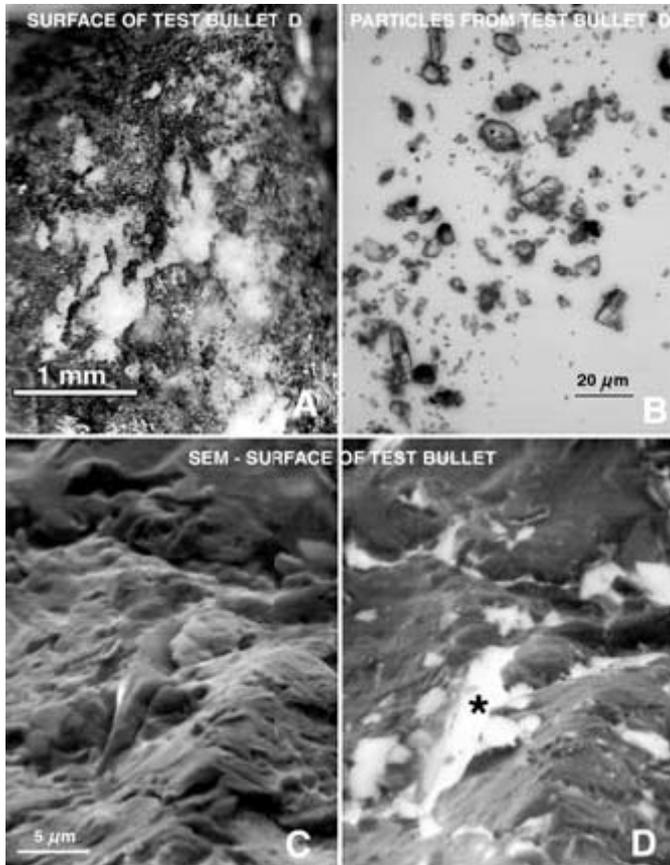


FIG. 7—Proposed sequence of events when a .22 bullet hits window glass. A: Early in the contact of the bullet with the glass. Simultaneous with the start of mushroom growth is the generation of fine glass fragments associated with the mushroom. B: The bullet at completion of mushroom formation and glass failure. C: The bullet breaking through the glass with the generation of large glass fragments. Not to scale.

Confronto Balístico



Confronto Balístico



Analisa-se as marcas do percussor e do extrator para identificar a arma que realizou o disparo.

Suportes para confronto balístico

para estojos e projetis



Inmetro

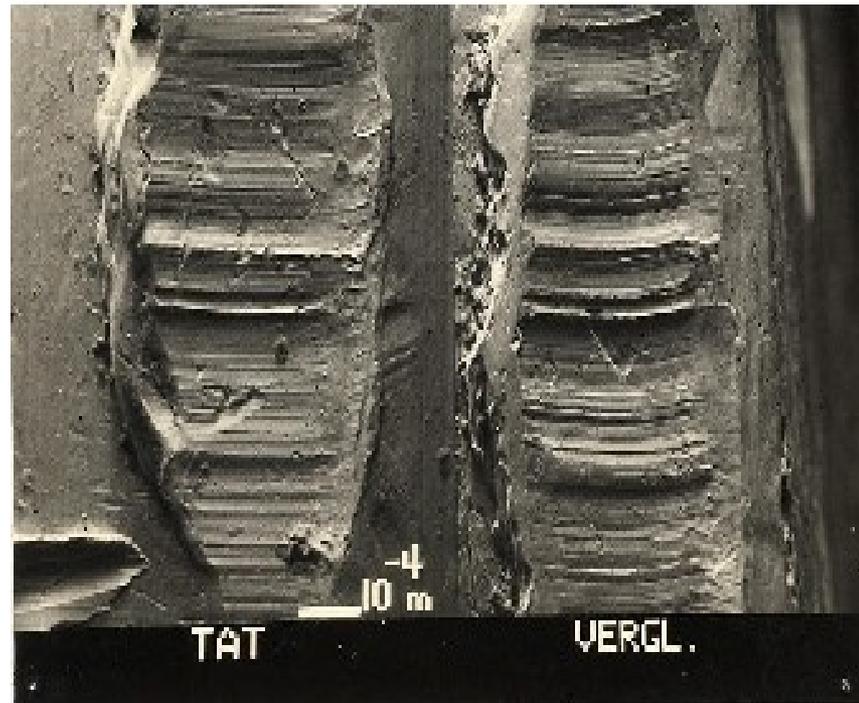
Marca de extrator



1 mm

evidência

padrão



100 μm

Niewohlner, L.



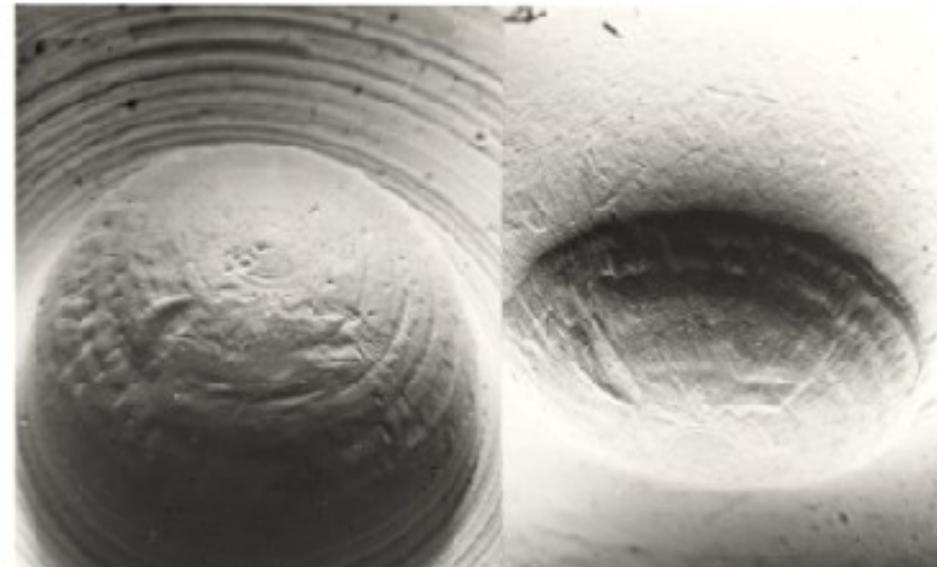
100 μm

evidência

padrão

evidência

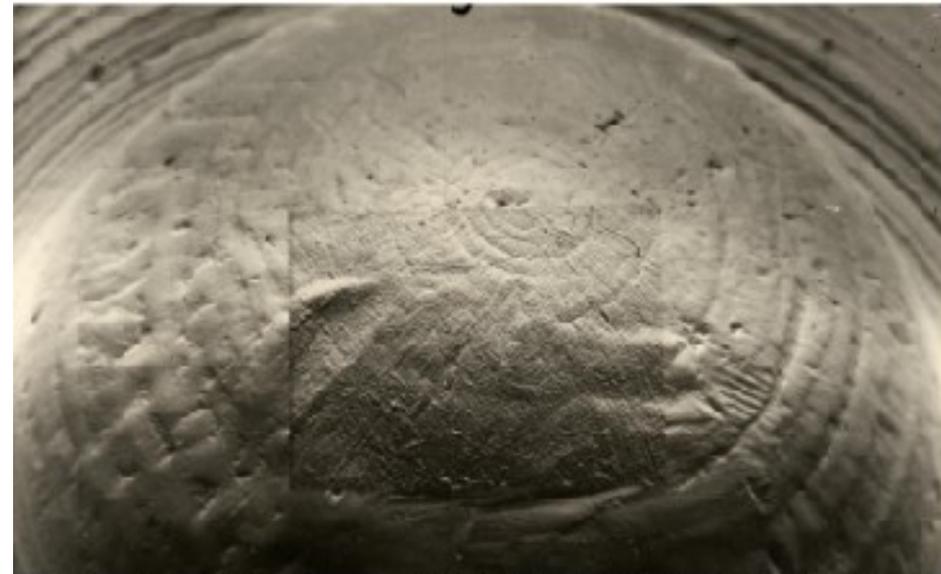
Marca de percussão



200 μ m

Firing Pin (9 mm Makarov)

Firing Pin Impression

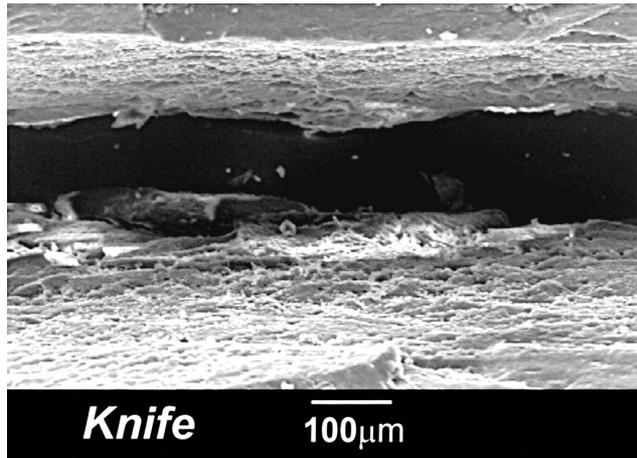


Firing Pin 100 μ m

Pin Impression (in the frame)

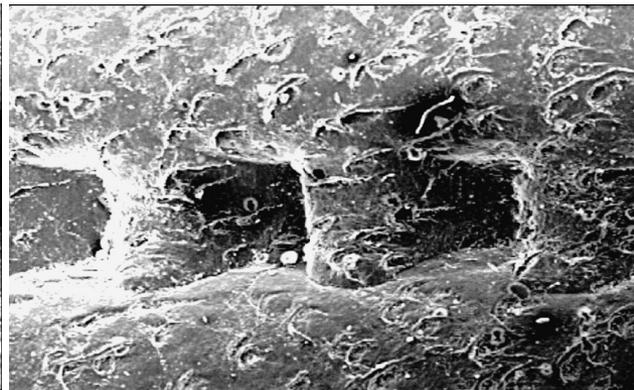


Melhor resolução de traumas causados por ferramentas



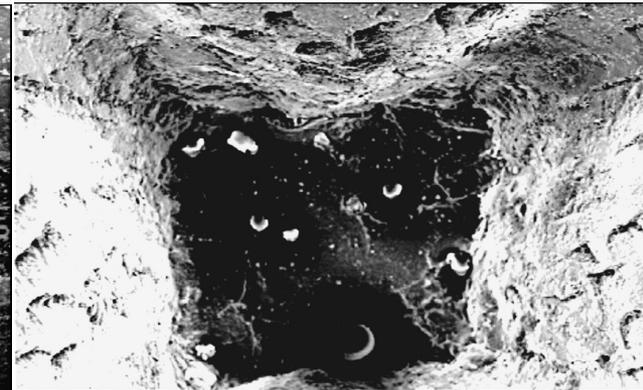
Knife

100 μ m



Saw

500 μ m



Phillips Screwdriver

500 μ m



Rawson RB, Starich GH, Rawson RD. Scanning electron microscopic analysis of skin resolution as an aid in identifying trauma in forensic investigations. *J Forensic Sci* 2000;45(5): 1023–1027.

Correlação entre arma e trauma em superfície óssea

Superfície da Arma

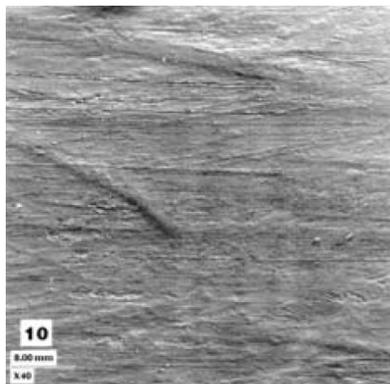


FIG. 5—Digital micrograph of Axe 1 weapon edge (40X).

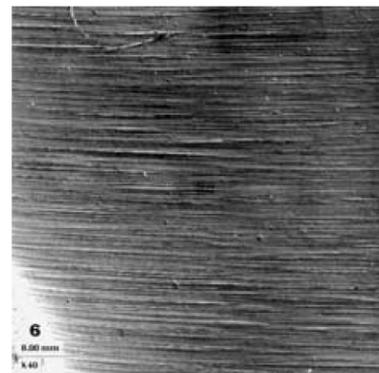


FIG. 1—Digital micrograph of Cleaver 2 weapon edge (40X).

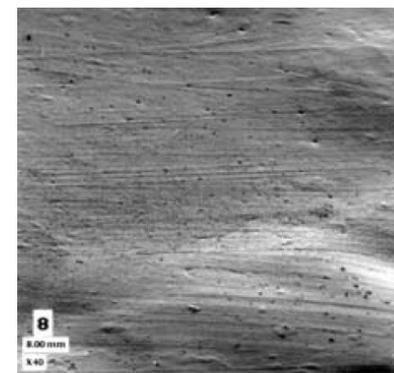


FIG. 3—Digital micrograph of Machete 2 weapon edge (40X).

Trauma ósseo

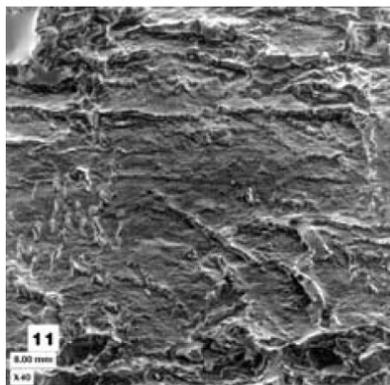


FIG. 6—Digital micrograph of Axe 1C cut bone surface (40X).

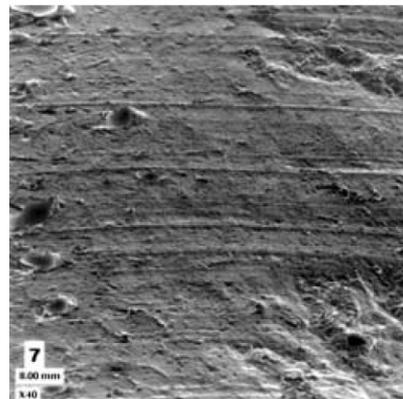


FIG. 2—Digital micrograph of Cleaver 2C cut bone surface (40X).

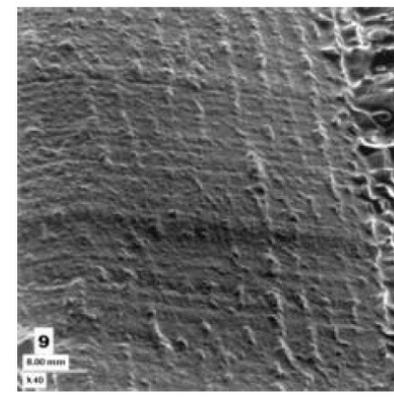


FIG. 4—Digital micrograph of Machete 2C cut bone surface (40X).

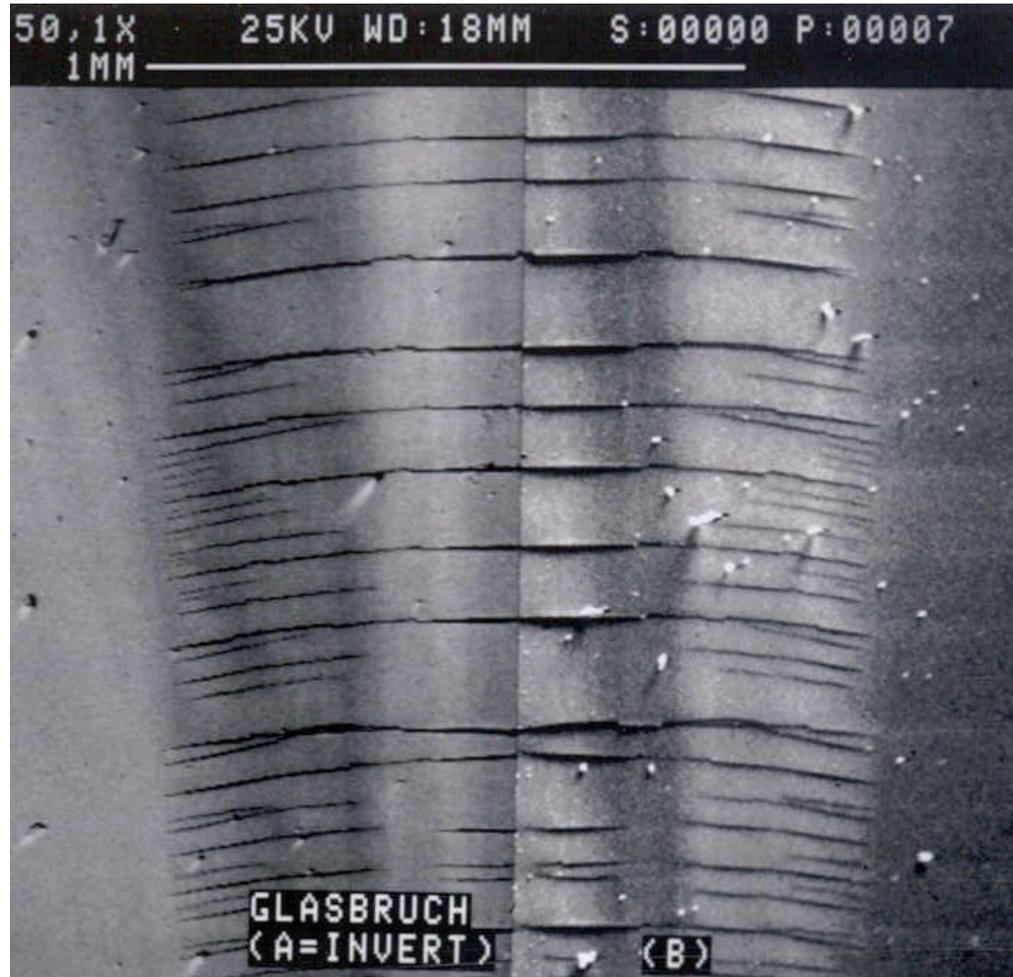
Tucker BK, Hutchinson DL, Gilliland MFG, Charles TM, Daniel HJ, Wolfe LD. Microscopic characteristics of hacking trauma. *J Forensic Sci* 2001;46(2)234–240.

Microcomparação em amostras de vidro

Marcas de fratura no vidro são características



Evidência coletada em outro local: suspeita



Evidência coletada na cena do crime

Microcomparação em farol de automóvel

Lanterna de veículo envolvido em acidente de trânsito



Evidência
questionada
1 (coletada
dentro do
veículo)

Evidência
questionada
2 (coletada
dentro do
veículo)



Microcomparação em farol de automóvel

Lanterna de veículo envolvido em acidente de trânsito

Padrão
(local de
crime)

Questionado 1
(dentro do
carro)



Padrão
(local de
crime)

Questionado 2
(dentro do
carro)



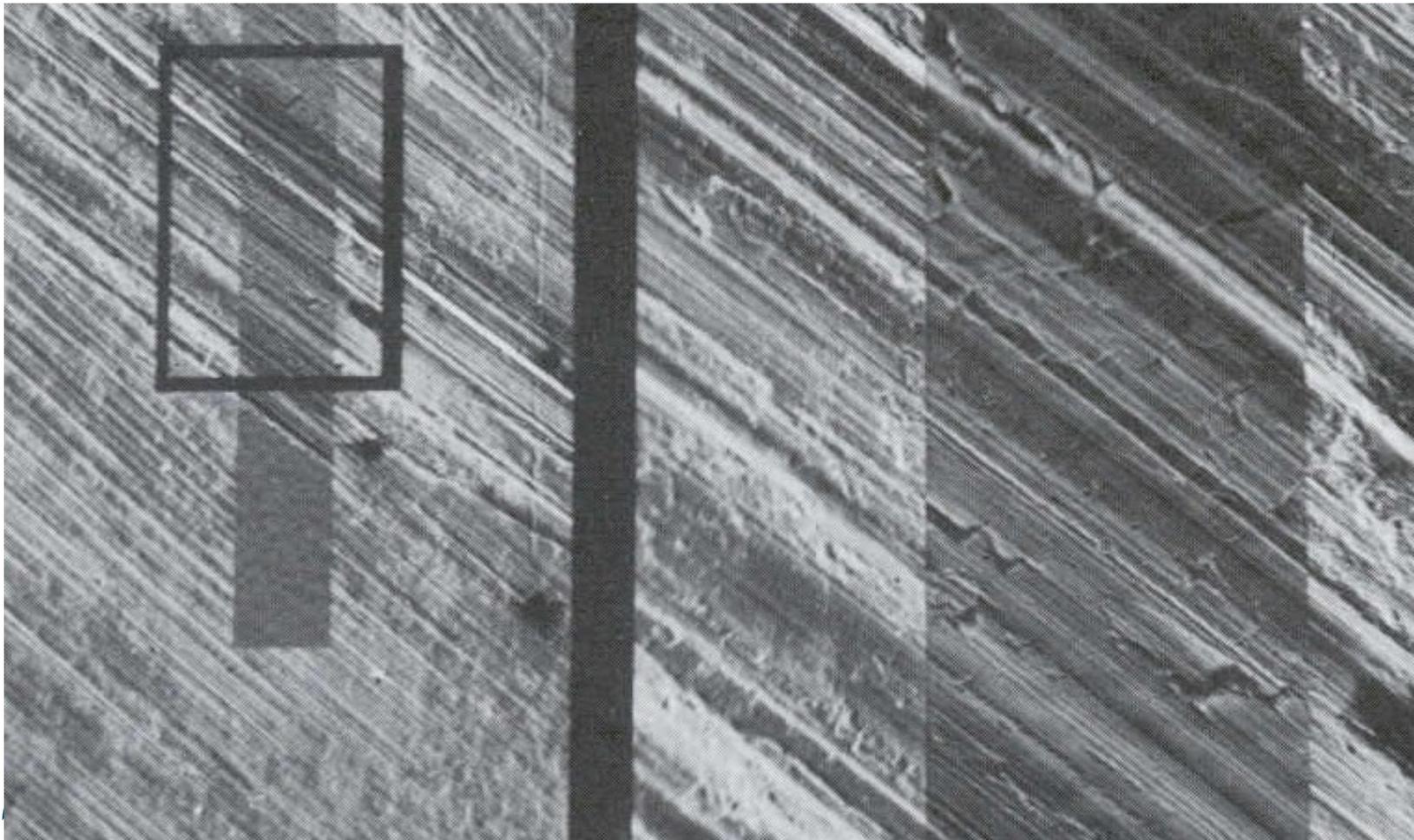
“Toolmarks”: marca de chave de fendas em superfície metálica

área analisada

evidência

padrão

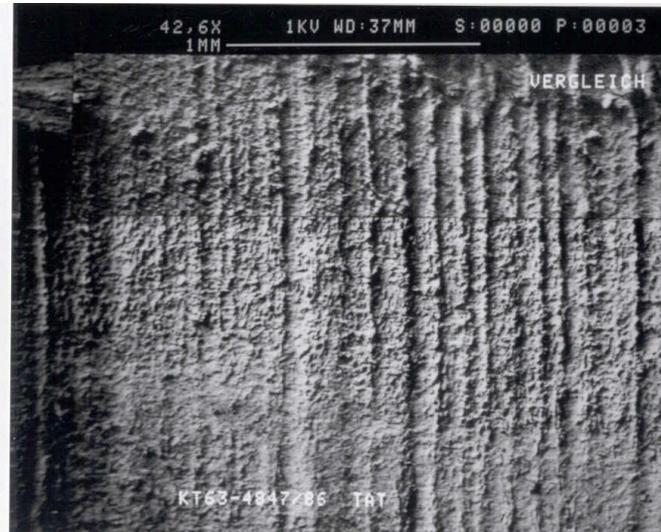
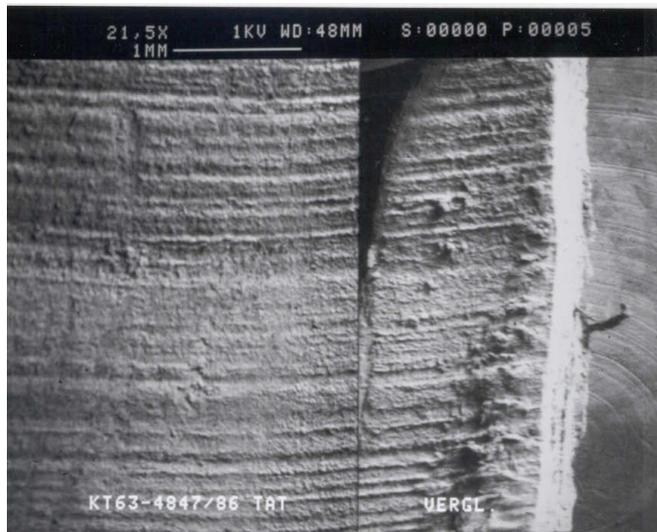
evidência



Microcomparação em evidências biológicas: unha

**Evidência
coletada
da cena do
crime
(questionado)**

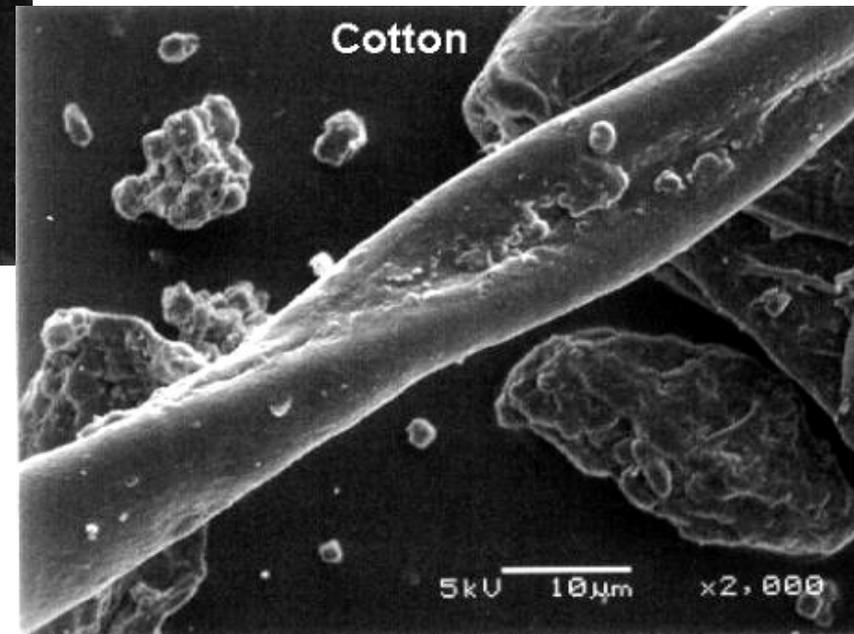
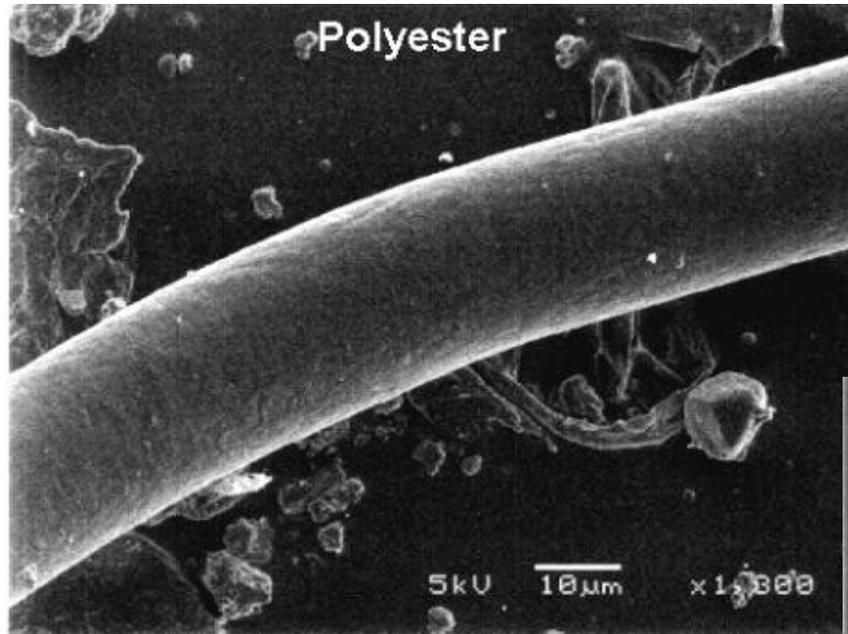
**Amostra do
suspeito
(padrão)**



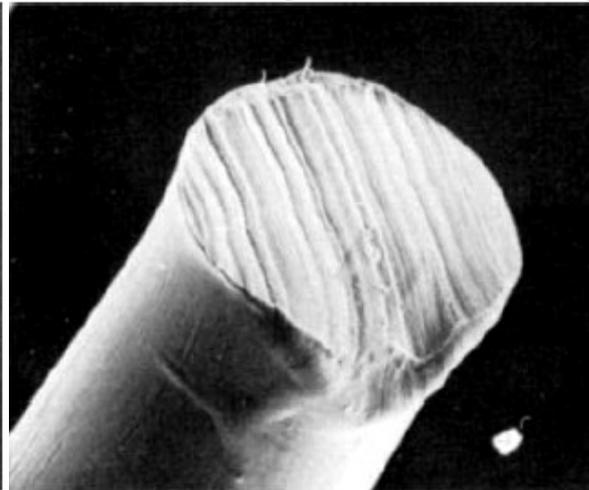
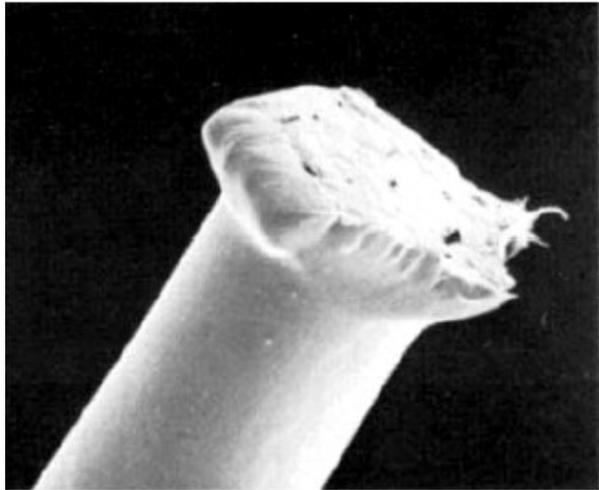
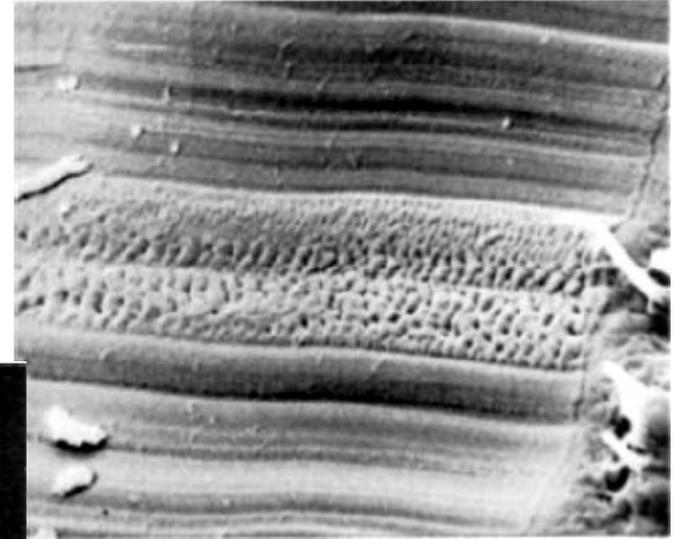
**Amostra do
suspeito
(padrão)**

**Evidência
coletada
da cena do
crime
(questionado)**

Fibras: formato e rugosidade podem indicar sua origem

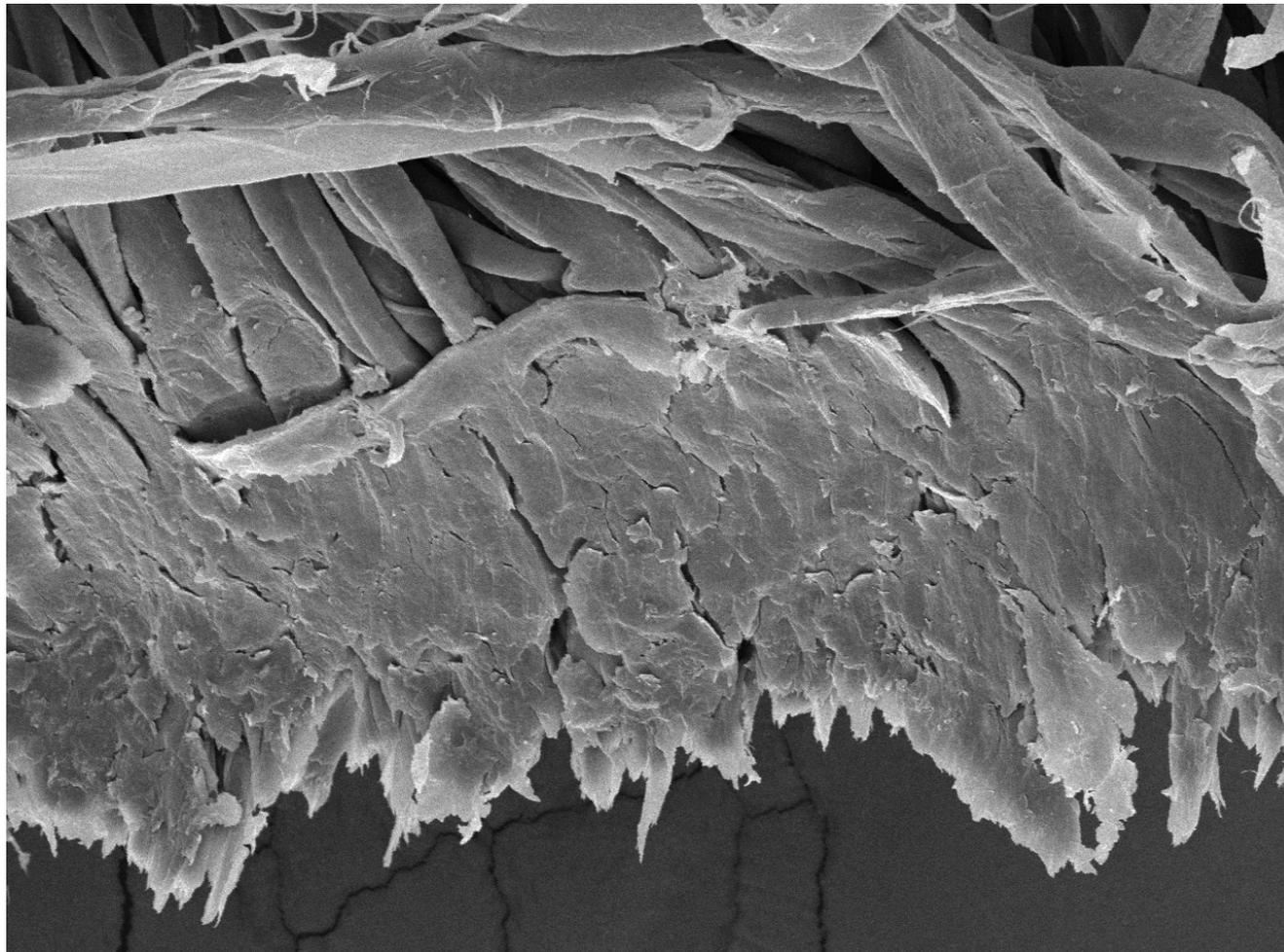


Observação de danos em materiais têxteis: fibra de nylon

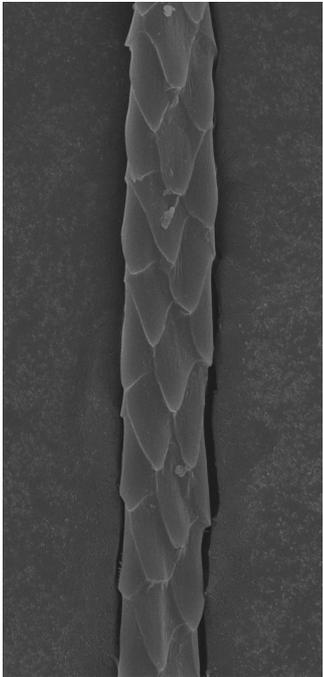


Fibra de nylon cortada com tesoura e navalha

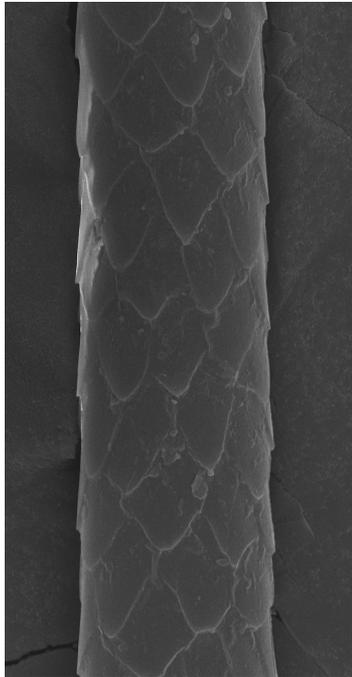
Observação de danos em materiais têxteis: ação do calor



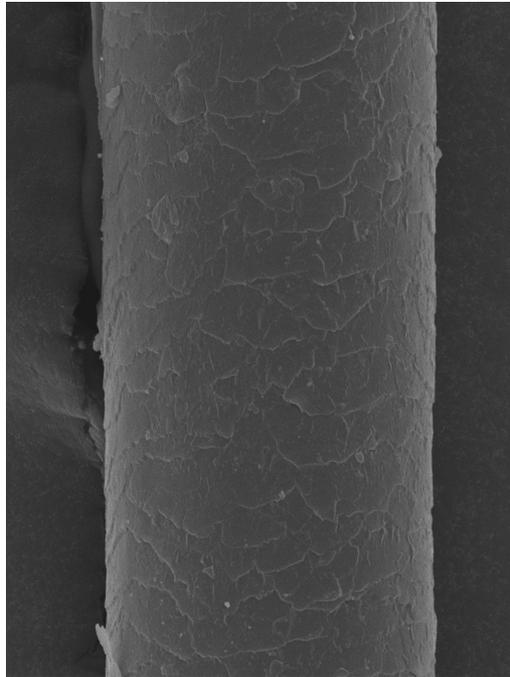
Identificação de pêlos



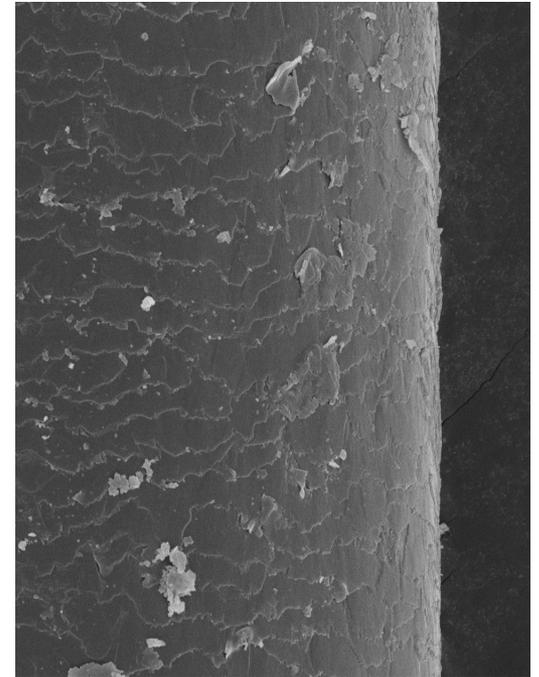
Gato persa



gato siamês



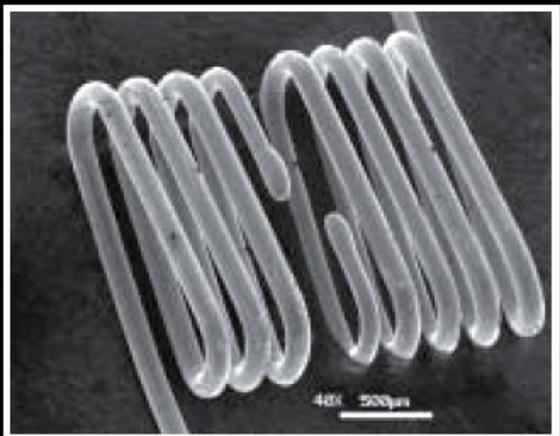
cão pit-bull



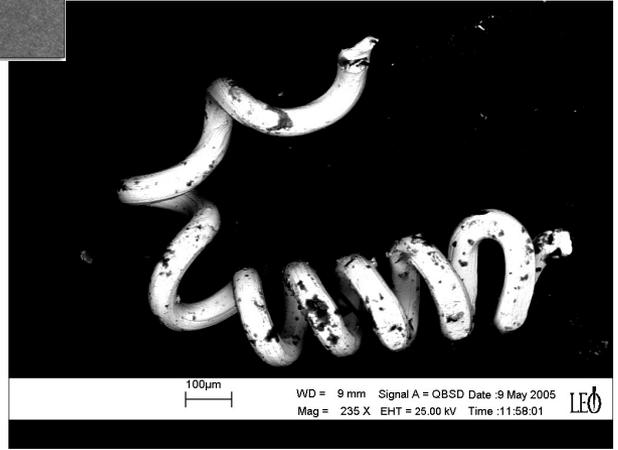
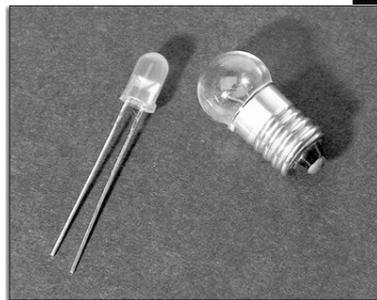
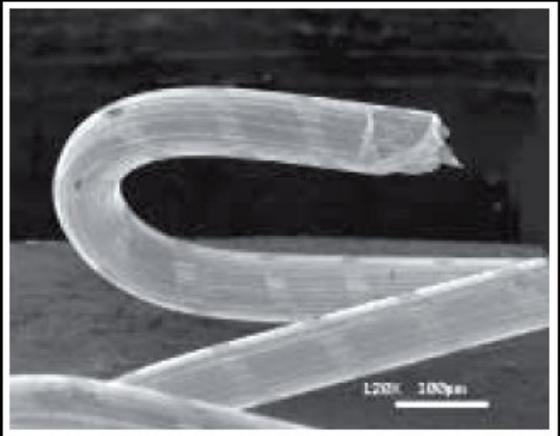
cavalo

Lâmpada de farol rompida antes ou depois de acidente automobilístico?

The melted ends of a hot filament break indicate that the headlights were on when an accident occurred.

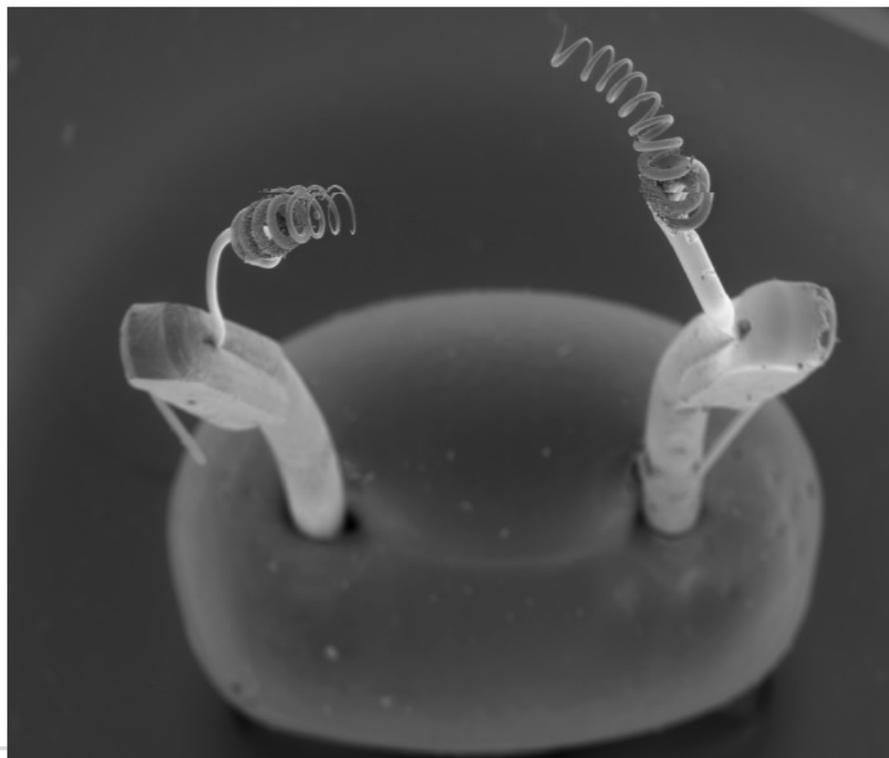


The sharp ends of a cold filament break indicate that the headlights were off when an accident occurred.

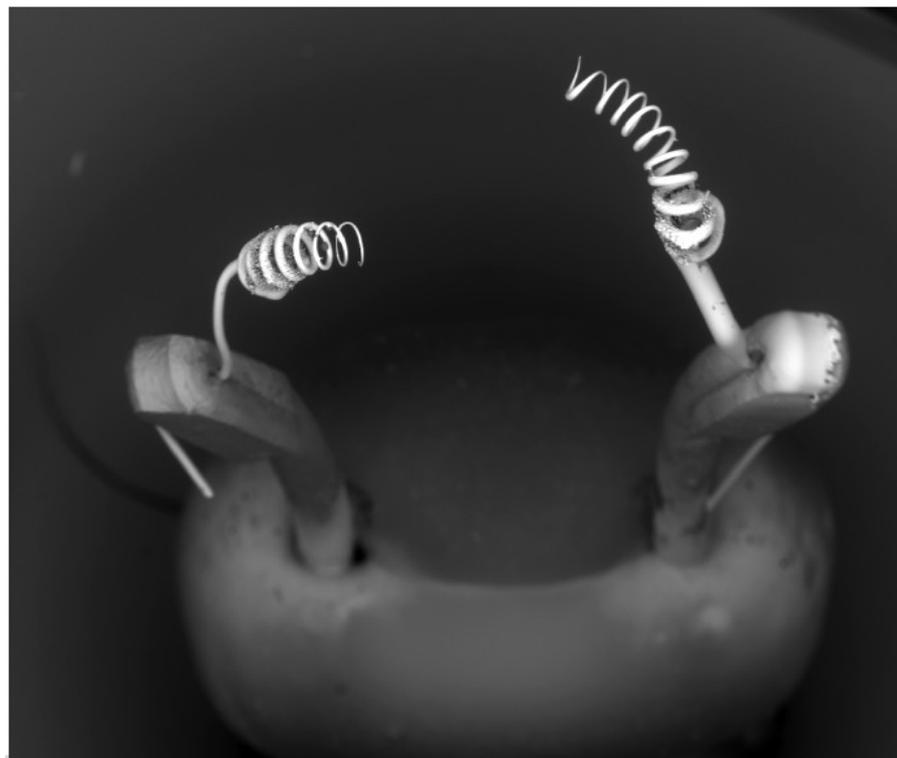


Fonte: Jeol e Fátima Machado, Polícia Judiciária, Portugal

Lâmpada de farol rompida antes ou depois de acidente automobilístico?

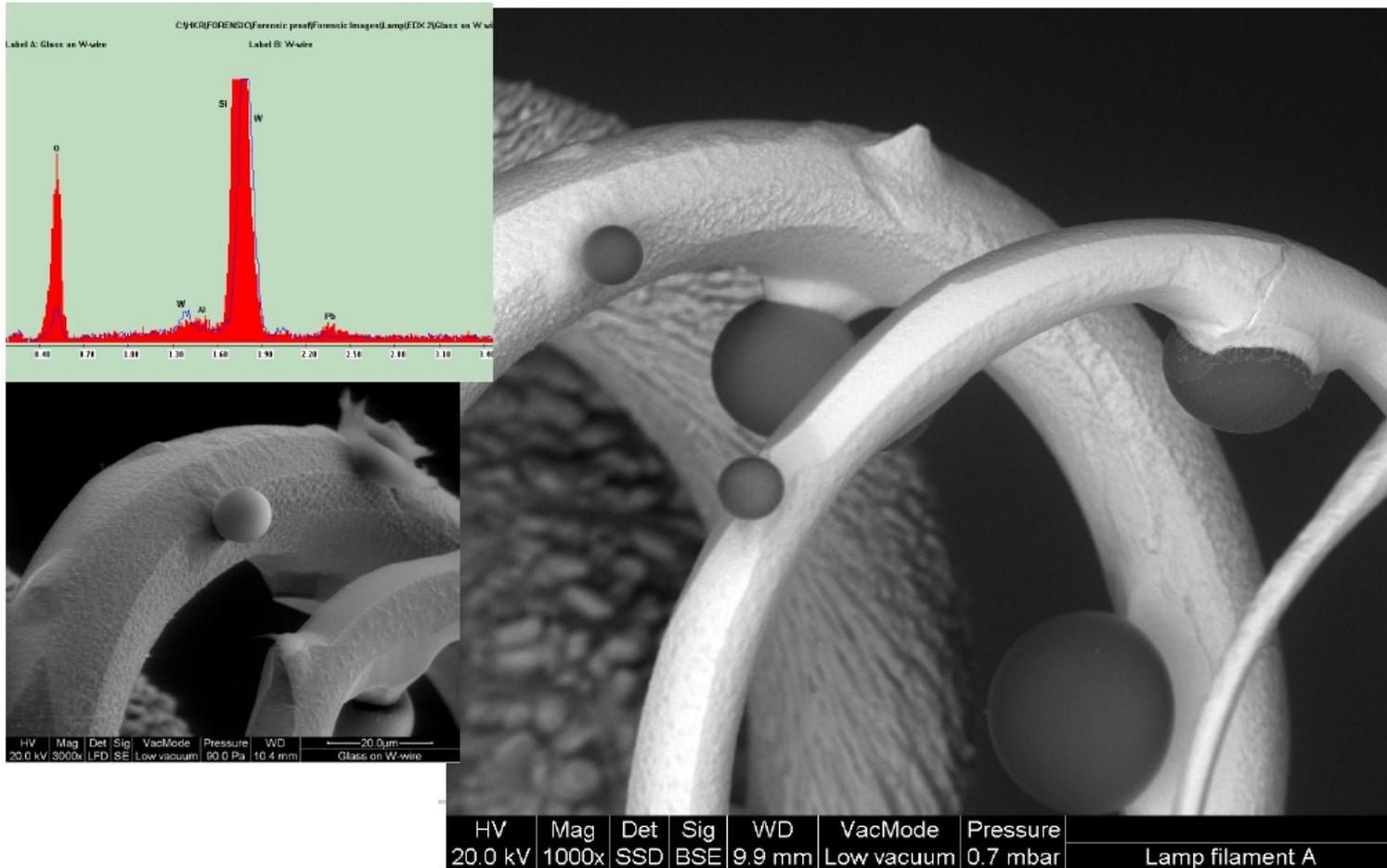


HV	Mag	Det	Sig	WD	VacMode	Pressure	
20.0 kV	80x	LFD	SE	9.9 mm	Low vacuum	0.5 mbar	Lamp filament A



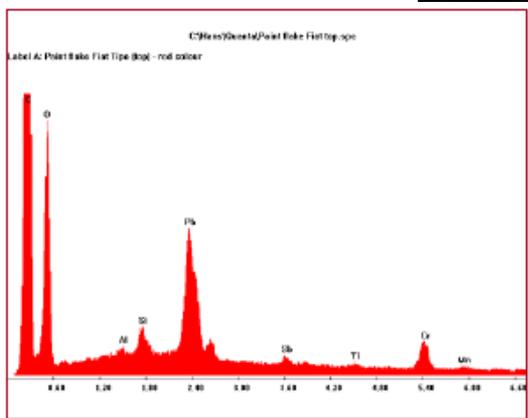
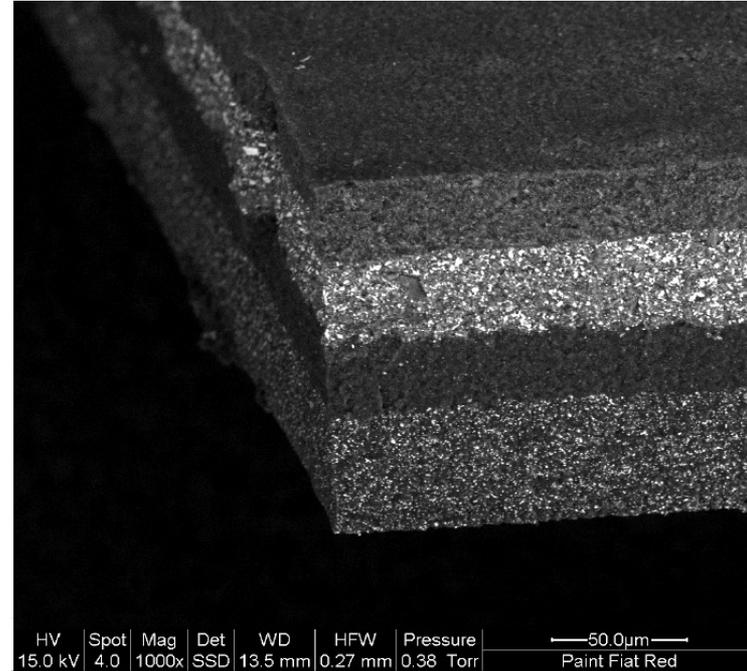
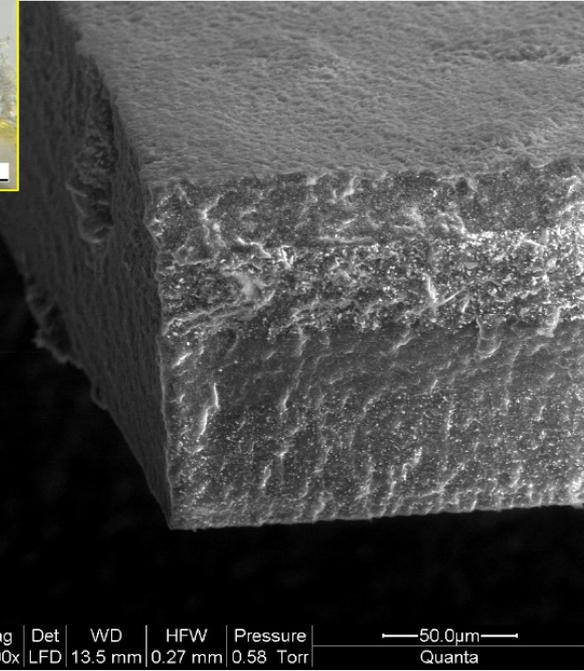
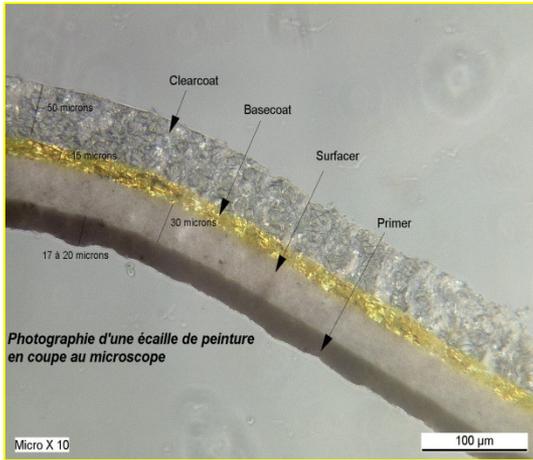
HV	Mag	Det	Sig	WD	VacMode	Pressure	
20.0 kV	80x	SSD	BSE	9.9 mm	Low vacuum	0.5 mbar	Lamp filament A

Lâmpada de farol rompida antes ou depois de acidente automobilístico?



Tintas: automóveis

- Espessura do chip
- Número, espessura e composição química das camadas

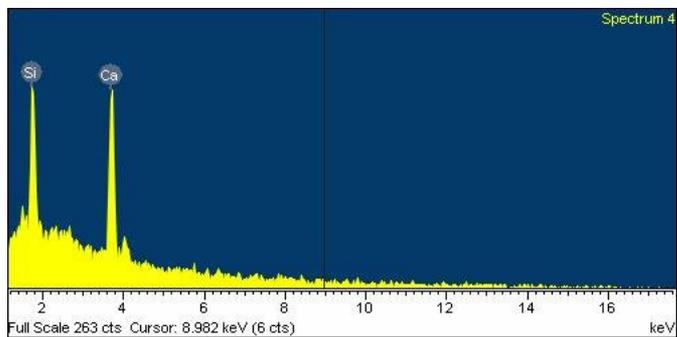
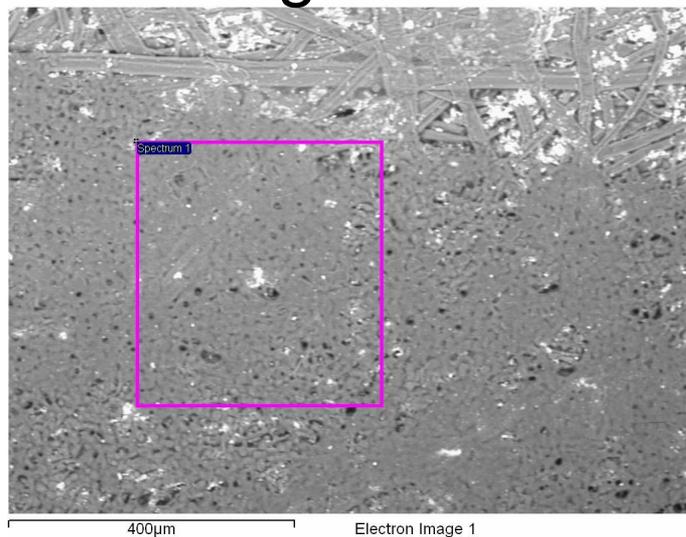


Mag Det WD HFW Pressure
15.0 kV | 4.0 | 1000x | LFD | 13.5 mm | 0.27 mm | 0.58 Torr

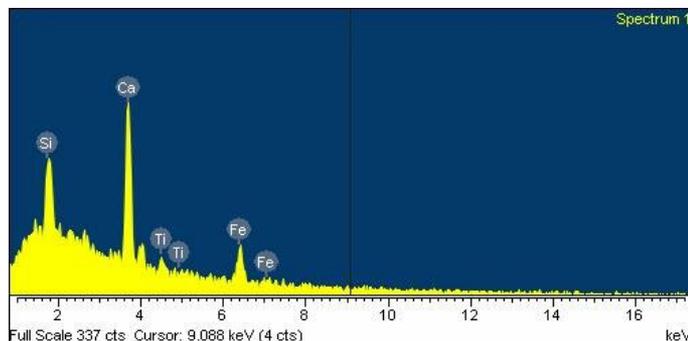
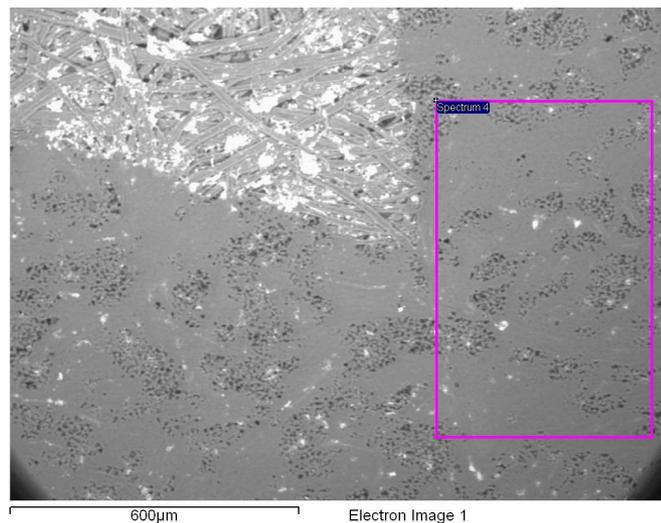
HV Spot Mag Det WD HFW Pressure
15.0 kV | 4.0 | 1000x | SSD | 13.5 mm | 0.27 mm | 0.38 Torr

Tintas: comparação química

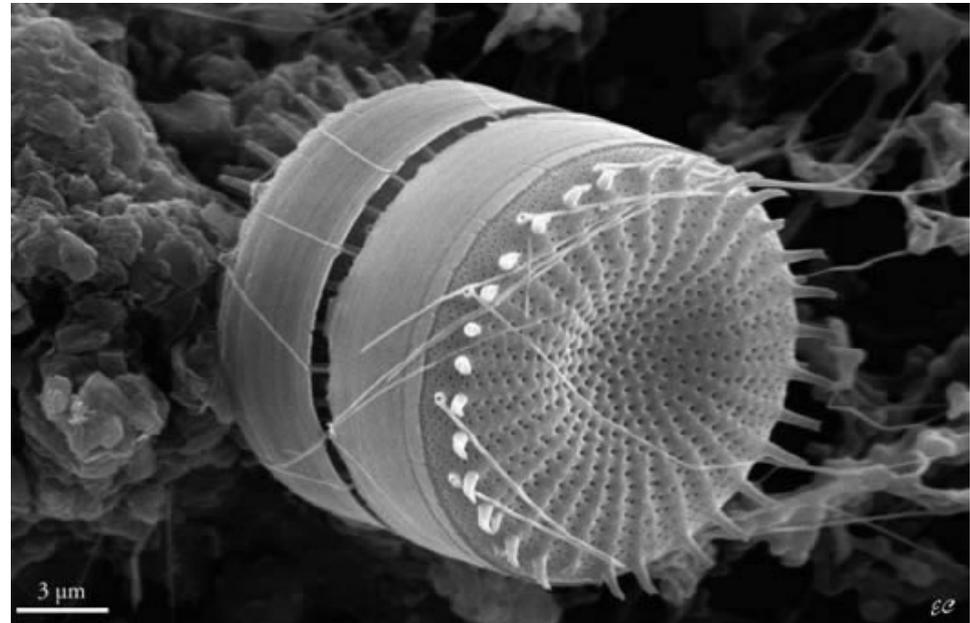
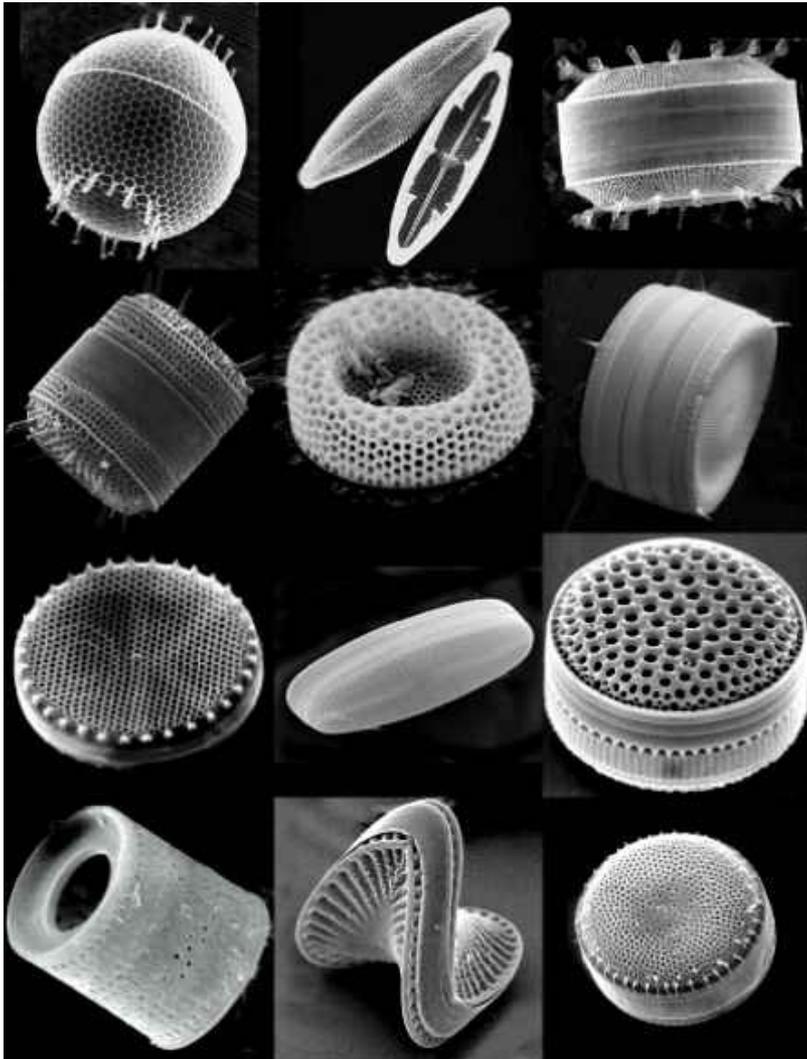
Toner não magnético



Toner magnético



Local de afogamento: população de diatomáceas



Jeol

Conclusão

- A Microscopia Eletrônica é uma poderosa ferramenta para a ciência forense.
- O MET permanece como território praticamente inexplorado na Ciência Forense.
- Efeitos da Rede Pólvora:
 - A PF adquiriu e instalou um MEV em 2006
 - O Estado da Bahia adquiriu e instalou um MEV em 2008
 - O Estado de São Paulo decidiu investir na recuperação de seu MEV parado a vários anos
 - O Estado do Rio de Janeiro está tentando obter recursos para adquirir um MEV
 - Conexões entre os mundos acadêmicos e pericial aumentaram significativamente
 - Esforços de normatização e padronização foram iniciados sob liderança do INMETRO

Referências

- Goldstein
- Romolo e Garofano – apresentação no Congresso da SBMM 2007
- Jeol – Apresentação comercial
- Toquetto, D. – Apresentação durante o 1º Simpósio de Balística Forense – IME, 1999
- Machado, F. – Apresentação durante o 1º Simpósio de Ciência Forense – Congresso SBMM, Águas de Lindóia, 2005
- Romolo, F. S. e Margot, P., Identification of gunshot residue: a critical review, *Forensic Science International* 119 (2001) p. 195-211.
- Garofano, I. et alli, Gunshot residue further studies on particles of environmental and occupational origin, *Forensic Science International* 103 (1999) p. 1-21.
- Martiny et all, *Forensic Science International* 177 (2008) 9-17.
- Y. Bilge et al., *Forensic Science International* 137 (2003) 141-146
- *E. Lachica, R. Garcya-Ferrer, Forensic Science International* 91 (1998) 35– 40

Obrigado pela atenção!

Por um Rio mais tranquilo...



INTERNATIONAL
MICROSCOPY CONGRESS



André L. Pinto – pinto@cbpf.br