# CENTRO FEDERAL DE EDUCAÇÃO TECNOLÓGICA DE MINAS GERAIS (CEFET-MG)

Luiza De Moro França Gonçalves

TOXICOLOGIA E QUÍMICA FORENSE

Belo Horizonte (MG)
2023

## Luiza De Moro França Gonçalves

## TOXICOLOGIA E QUÍMICA FORENSE

Relatório de estágio apresentado como requisito parcial para a obtenção de aprovação na Disciplina de Estágio Obrigatório.

Supervisor: Dr. Yuri Machado

Orientadora: Dra. Esther Maria

Ferreira Lucas

**CEFET-MG** 

Belo Horizonte (MG)

2023

## Luiza De Moro França Gonçalves

## TOXICOLOGIA E QUÍMICA FORENSE

Relatório de Estágio Supervisionado em Química Tecnológica CEFET-MG

Belo Horizonte, 12 de junho de 2023

Luiza De Moro França Gonçalves (Aluno – CEFET-MG)

Prof<sup>a</sup>. Dra. Esther Maria Ferreira Lucas (Orientadora – CEFET-MG)

> Dr. Yuri Machado (Supervisor – STFQL)

#### **PARECER**

Eu Yuri Machado, como supervisor do estágio obrigatório, estou ciente deste relatório de estágio supervisionado, redigido pela estagiária Luiza De Moro França Gonçalves, e concordo com as informações descritas, confirmo a sua veracidade e aprovo o mesmo.

Dr. Yuri Machado (Supervisor – STFQL)

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 01 Estrutura Química do THC
- Figura 02 Estrutura Química Cocaína e Crack
- Figura 03- Estrutura Química do LSD
- Figura 04 Desenho representativo da Aquisição espectral a partir do Cristal do
- Equipamento de IR
- Figura 05 Esquema representativo de um GC-MS
- Figura 06 Esquema representativo de um LC-MS
- Figura 07 Fotos de microtubos e tubos de ensaio identificados
- Figura 08 Foto da Capela onde são realizados os Testes Colorimétricos
- Figura 09 Foto do Resultado do Teste de Duquenois-Levine
- Figura 10 Foto do Resultado Positivo do Teste de Scott
- Figura 11 Foto do Resultado Positivo do Teste de Mayer
- Figura 12- Equipamento de Espectrometria por Infravermelho
- Figura 13 Capela de realização de CCD
- Figura 14 Modelos e Resultados das Placas de Amostras de Maconha e Cocaína
- Figura 15 Foto Equipamento GC-MS
- Figura 16 Foto Equipamento LC-MS
- Figura 17 Foto de Microtubos e Vials Contendo Amostras de Comprimidos Artesanais

#### LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

STFQL - Seção Técnica de Física e Química Legal

IC-MG - Instituto de Criminalística

PC-MG - Polícia Civil de Minas Gerais

THC - Tetraidrocanabinol

MDMA-Metilenodioximetan fetamina

LSD - Dietilamida do Ácido Lisérgico

ONU – Organização das Nações Unidas

OMS – Organização Mundial de Saúde

PA – Alta Pureza

IR – Infrared Spectroscopy

CCD – Cromatografia em Camada Delgada

GC-MS – Gas Chromatography Mass Spectrometry

LC-MS – Liquid Chromatography Mass Spectrometry

ANVISA – Agencia Nacional de Vigilância Sanitária

# SUMÁRIO

1.	INTRODUÇ	ÇAO	1
2.	REVISÃO I	BIBLIOGRÁFICA	3
	2.1 Amostras	S	3
	2.1.1	Maconha	3
	2.1.2	Cocaína e Crack	4
	2.1.3	Anfetaminas	5
	2.1.4	Ecstasy	5
	2.1.5	Dietilamida do Ácido Lisérgico	5
	2.1.6	Biocidas/Pesticidas	6
	2.1.7	Opiáceos e Opióides	6
	2.1.8	Barbitúricos	7
	2.1.9	Benzodiazepínicos	7
	2.1.9	Benzoulazephnicos	/
		De Análises	
			8
	2.2 Técnicas	De Análises	8 8
	2.2 Técnicas 2.2.1	De Análises  Testes Colorimétricos	8 8 9
	2.2 Técnicas 2.2.1 2.2.2 2.2.3	De Análises  Testes Colorimétricos  Espectrometria por Infravermelho	8 9 10
3.	2.2 Técnicas  2.2.1  2.2.2  2.2.3  DESENVOI	De Análises  Testes Colorimétricos  Espectrometria por Infravermelho  Cromatografia	8 9 10
3.	2.2 Técnicas 2.2.1 2.2.2 2.2.3 DESENVOI 3.1 Análises	De Análises  Testes Colorimétricos  Espectrometria por Infravermelho  Cromatografia  LVIMENTO	8 9 10 13
3.	2.2 Técnicas  2.2.1  2.2.2  2.2.3  DESENVOI  3.1 Análises  3.2 Análises	De Análises  Testes Colorimétricos  Espectrometria por Infravermelho  Cromatografia  LVIMENTO  Toxicológicas	8 9 10 13 20
3.	2.2 Técnicas 2.2.1 2.2.2 2.2.3 DESENVOI 3.1 Análises 3.2 Análises 3.3 Análises	De Análises  Testes Colorimétricos  Espectrometria por Infravermelho  Cromatografia  LVIMENTO  Toxicológicas  Químicas	8 9 10 13 13 20 21

## 1. INTRODUÇÃO

O estágio foi realizado na Seção Técnica de Física e Química Legal (STFQL) no Instituto de Criminalística (IC-MG) que pertence a Polícia Civil de Minas Gerais (PC-MG), situado na cidade de Belo Horizonte – Minas Gerais.

A Polícia Civil de Minas Gerais é o órgão responsável pela apuração de crimes e contravenções, por meio da investigação criminal cientificamente aplicada, e o exercício das funções de polícia judiciária para o esclarecimento de autoria, materialidade, motivos e circunstâncias da prática de infração penal, bem como a identificação civil e criminal, o registro e licenciamento de veículos, a formação e o controle de condutores, objetivando a segurança pública, a promoção de direitos e o fortalecimento da democracia (COUTO *et al.*, 2020).

A atividade investigativa realizada pela polícia civil consiste na coleta de indícios da prática de infração penal, com o objetivo de identificar a autoria e materialidade do fato definido na legislação penal, fornecendo subsídios para a abertura do processo criminal e por consequência, a punição dos autores (COUTO *et al.*, 2020).

O Instituto de Criminalística de Minas Gerais é uma unidade administrativa interna da Polícia Civil, e a Seção Técnica de Física e Química Legal é um setor dentro deste instituto. Este setor é responsável pela identificação definitiva de substâncias diversas, que de alguma forma estão ligadas a inquéritos policiais investigativos. Para realizar esta identificação, empregam-se os conhecimentos de toxicologia forense juntamente as técnicas analíticas para que sejam emitidos resultados fundamentados de acordo com o Scientific Working Group for the Analysis of Seized Drugs – SWGDRUG.

O laboratório utiliza das técnicas e conhecimentos da toxicologia forense para avaliar e investigar substâncias diversas, que de alguma forma estão ligadas a inquéritos policiais investigativos. A toxicologia Forense estuda os efeitos das substâncias químicas em casos de algum delito, geralmente *post-mortem*, empregando os procedimentos de química analítica e da toxicologia geral para rastrear ou confirmar a eventual presença de drogas de abuso empregadas no acometimento de um delito. Atualmente, a toxicologia também é empregada em casos *in vivo*, fiscalizando o uso de substâncias psicoativas, assim como avaliar a falsificação ou adulteração de medicamentos e avaliando acidentes com emprego de substâncias químicas em massa (PASSAGLI, 2007).

## **Objetivos**

Os objetivos deste relatório consistem em aprofundar o conhecimento sobre as técnicas e análises realizadas durante o estágio, criando-se uma base teórica, de modo a compreender as atividades realizadas durante o período de estágio, que serão detalhadas neste relatório à medida em que será descrita a rotina e técnicas empregadas no estágio.

#### 2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

O laboratório na qual o estágio foi realizado utiliza dentro de sua rotina as técnicas de exames colorimétricos (Testes de Scott, Meyer e Duquenois), Cromatografia em Camada Delgada, Espectroscopia no Infravermelho, Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrômetro de Massas, Cromatografia Líquida acoplada a Espectrômetro de Massas.

#### 2.1 Amostras

Dentro da Rotina do laboratório, analisam-se amostras variadas durante o período de trabalho, buscando grupos de substâncias tóxicas distintas. Alguns exemplos de amostras que podem ser analisadas são, amostras biológicas, substâncias químicas naturais e sintéticas, orgânicas e inorgânicas, líquidos e sólidos. O exame toxicológico investiga um grupo de substâncias toxicas a partir da casuística da área da atividade, e com o maior número de informações possíveis sobre o caso e a obtenção da amostra (PASSAGLI et al., 2007).

É importante ressaltar que todas as amostras descritas neste tópico, com exceção dos pesticidas possuem sua comercialização e consumo proibidos ou controlados por meio de portarias da Agencia Nacional de Vigilância Sanitária e, portanto, a sua utilização, comercialização ou fabricação fora destas normas constituem em atividades ilícitas.

#### 2.1.1 Maconha

Maconha é o nome utilizado popularmente no Brasil para denominar a planta *Cannabis sativa* Linnaeus, a qual foi classificada botanicamente por Carl Von Linné em 1753. Ao longo da história, a maconha foi consumida de forma terapêutica e recreativa. A maconha é considerada uma droga perturbadora do sistema nervoso central, capaz de causar efeitos alucinógenos (PASSAGLI *et al.*, 2007).

O tetraidrocanabinol, ou THC é um dos principais canabinoides presentes na *Cannabis sativa* Linnaeus e é a principal substância responsável pelos efeitos psicoativos da maconha e, portanto, a sua concentração presente na planta determina a intensidade do efeito produzido pela mesma (CAMARGOS, 2018; PASSAGLI *et al.*, 2007). A estrutura química do THC está representada na Figura 01.

Figura 01 - Estrutura Química do THC

Fonte: CAMARGOS, 2018.

#### 2.1.2 Cocaína e Crack

A cocaína é uma substância química da classe dos alcaloides identificada nas folhas do vegetal Erytroxylum coca originário da zona tropical dos Andes. A cocaína é utilizada desde o século VI a. C. e em alguns locais é cultivada de forma legal devido a sua utilização para fins cerimoniais, ou como forma de afugentar a fome, sede e frio. Porém, a maior parte de seu cultivo é destinado ao mercado internacional de tráfico de cocaína, para países em que a cocaína é ilegal. A cocaína foi empregada para fins terapêuticos no tratamento de depressão e dependência de morfina, e era amplamente utilizada em formulas farmacêuticas, porem com o alto consumo da cocaína em formulações terapêuticas, descobriu-se os seus efeitos adversos, sendo o principal deles, a dependência (PASSAGLI, 2007).

A forma de base livre da cocaína é popularmente denominada como crack e apresenta-se na forma de pedras de coloração amareladas. Devido ao menor custo do crack, o seu uso difundiu-se pelos estados do Brasil, e atualmente, possui maior consumo do que a cocaína na sua forma de cloridrato, que é popularmente conhecida como cocaína e apresenta-se como um pó de coloração branca (PASSAGLI, 2007; CAMARGOS, 2018). As estruturas químicas da Cocaína e do Crack estão representadas na Figura 02.

Figura 02 – Estrutura Química Cocaína e Crack

Cloridrato de cocaína (C<sub>17</sub>H<sub>21</sub>NO<sub>4</sub>) Cocaína base livre (crack) (C<sub>17</sub>H<sub>20</sub>NO<sub>4</sub>)

Fonte: Brasil Escola, 2000.

#### 2.1.3 Anfetaminas

As anfetaminas referem-se ao grupo de substâncias composto pela anfetamina e seus derivados. Por volta de 1920, a anfetamina era comumente utilizada para fins terapêuticos para obesidade, narcolepsia, síndrome de hiperatividade infantil, dentre outros. A metanfetamina, que é uma substância da classe das anfetaminas, foi sintetizada com a finalidade de retardar a fadiga em soldados e pilotos durante a Segunda Guerra Mundial (PASSAGLI, 2007).

A anfetamina pertence à classe das substâncias químicas denominadas feniletilaminas. Atualmente existem diversas drogas sintetizadas a partir da anfetamina, sendo realizadas diversas alterações químicas a partir da sua estrutura básica. As anfetaminas atuam efetuando elevada ação estimulante no sistema nervoso central, de intensidade superior aos efeitos da cocaína (PASSAGLI, 2007).

#### 2.1.4 <u>Ecstasy</u>

O ecstasy é uma nomenclatura dada para a forma de algumas anfetaminas, como o MDMA e MDA, que são amplamente utilizados como droga de abuso e provoca danos extremamente nocivos. A substância metilenodioximetanfetamina (MDMA) teve o seu uso inicial como substância terapêutica para obesidade, pois possuem o efeito de inibição de apetite e também para aplicação na área psiquiátrica. Porém o MDMA passou a ser utilizado como droga de abuso devido aos seus efeitos alucinógenos, causando euforia, alteração da percepção visual, sentimento de intimidade, aumento da energia, diminuição de fome e sono, entre outros (PASSAGLI, 2007).

#### 2.1.5 Dietilamida do Ácido Lisérgico

A Dietilamida do Ácido Lisérgico, ou LSD, é um alucinógeno que foi muito utilizado por volta dos anos 70 e sua utilização persiste até os dias de hoje. É uma das drogas mais ativas, uma vez em que pequenas concentrações do mesmo proporcionam alterações significativas de comportamento do ser humano, causando perturbações do sistema nervoso central, causando efeitos como alucinações, delírios e ilusões (PASSAGLI, 2007).

Figura 03- Estrutura Química do LSD

Fonte: PASSAGLI, 2007.

#### 2.1.6 Biocidas/Pesticidas

Segundo a ONU, pesticidas são as substâncias ou mistura de substâncias destinadas a prevenir, destruir ou controlar pragas, incluindo vetores de enfermidades de animais e seres humanos que prejudiquem ou interfiram na produção, processamento, estocagem, comercialização de produtos agrícolas, ou aqueles que possam ser aplicados para controles de insetos, aracnídeos, ou outras pragas em corpos de animais (PASSAGLI, 2007).

Os pesticidas, ou um termo que melhor descreve estes compostos, biocida, são substâncias químicas naturais ou sintéticas usadas na agropecuária e na saúde pública, abrangendo os inseticidas, herbicidas, fungicidas, nematicidas, raticidas dentre outros. Entretanto, apesar da toxicidade seletiva de cada grupo de compostos biocidas, todos apresentam um grau variável de toxicidade ao ser humano e riscos ao equilíbrio da natureza (PASSAGLI, 2007).

Devido a utilização de uma grande quantidade de biocidas, os efeitos destes agentes ao longo do tempo representam um grande problema de saúde pública mundial. Segundo estimativas realizadas pela Organização Mundial de Saúde, todo ano ocorrem cerca de três milhões de casos de intoxicações por pesticidas e cerca de 230 mil óbitos. Destas estimativas, os pesticidas organofosforados e carbamatos são os principais responsáveis pela mortalidade desta classe de substâncias (PASSAGLI, 2007).

#### 2.1.7 Opiáceos e Opióides

Os opiáceos são substâncias derivadas do ópio que são amplamente utilizadas para combate a dores desde a antiguidade, sendo proveniente do fruto de papoula do oriente (*Papaver somniferum*). Atualmente as principais substâncias desta classe utilizadas são a

morfina e a codeína. A partir da síntese química em laboratório de substâncias que possuem ações semelhantes aos opiáceos naturais, são denominadas opióides. Porém um dos maiores problemas destas substâncias é a facilidade de causar severa dependência em quem a consome.

Na busca da criação de substâncias em que causassem uma menor dependência, teve-se a criação da heroína, que inicialmente tinha a finalidade de substituir a morfina devido a seu efeito de causar dependência, porém, depois de um certo tempo, verificouse que a heroína proporcionava um efeito muito mais acentuado do que a morfina (PASSAGLI, 2007).

#### 2.1.8 Barbitúricos

Barbitúricos são uma classe de medicamentos provenientes do ácido barbitúrico e que possuem efeitos sedativo- hipnóticos, indutores anestésicos, amnésicos e anticonvulsivantes. Estes compostos pertencem a classe das oxidiazinas derivadas da malonilureia, e se encontram na forma solida cristalina, geralmente incolor ou esbranquiçado (PASSAGLI, 2007).

O uso continuo destes medicamentos podem acarretar em intoxicações e até o óbito, a depender da concentração consumida. Outro problema da ingestão continua deste tipo de medicamento é a dependência e aumento da tolerância do organismo para estas substâncias (PASSAGLI, 2007).

#### 2.1.9 Benzodiazepínicos

Benzodiazepínicos são uma classe de medicamentos muito utilizada atualmente para o tratamento de ansiedade e insônia. Eles tiveram a sua criação devido a necessidade de novos medicamentos sedativos-hipnóticos por volta de 1950 e, portanto, após a sua criação, os benzodiazepínicos substituíram os barbitúricos como medicamento, pois eles promovem uma maior segurança ao consumo e menos efeitos colaterais (PASSAGLI, 2007).

Estes compostos possuem em sua estrutura molecular um núcleo benzênico fundido com um anel de sete membros contendo dois átomos de nitrogênio, a diazepina. Apesar dos efeitos colaterais e sua letalidade serem menores que os medicamentos barbitúricos, seu uso crônico possibilita o desenvolvimento da tolerância pelo organismo humano (PASSAGLI, 2007).

#### 2.2 Técnicas De Análises

#### 2.2.1 <u>Testes Colorimétricos</u>

Os testes colorimétricos consistem em métodos de análises qualitativas que se baseiam na alteração de cor produzida através de uma reação química que produzem compostos de coloração especificas de modo a se identificar a substância desejada. Para avaliar um teste colorimétrico realiza-se a comparação da coloração produzida após a reação entre a amostra a ser avaliada e uma amostra padrão, que apresenta a substância a ser identificada em sua composição (VOLPATTO, 2012).

#### 2.2.1.1 Teste de Scott

O teste de Scott, foi desenvolvido em 1973 para a identificação de cocaína e consiste em uma solução composta por tiocianato de cobalto 2% e glicerina. Algum tempo depois este teste foi aprimorado para abranger a identificação de cocaína na forma de base livre (crack). Atualmente o teste necessita da adição de ácido clorídrico para acidificar o meio e permitir a reação da cocaína na forma de base livre, formando um complexo organometálico entre a cocaína e o cobalto de coloração azul turquesa (VOLPATTO, 2012; PASSAGLI, 2007). Também é necessária a adição de um solvente polar, como o clorofórmio e diclorometano para a extração do composto (PASSAGLI, 2007).

#### 2.2.1.2 Teste de Mayer

O teste de Mayer consiste em um teste empregado para realizar a identificação de alcaloides, composto por uma solução de tetraiodo-mercurato II de potássio. Na presença da maioria dos alcaloides, esta solução forma um precipitado de coloração branca. Como a cocaína é pertencente ao grupo dos alcaloides, na sua presença como cloridrato de cocaína solubilizada no meio, ao entrar em contato com a solução do teste de Mayer, forma-se um precipitado branco de característica floculenta. É importante ressaltar que a reação que ocorre no teste de Mayer não é específica a cocaína, pois na presença da maioria dos alcaloides, esta solução forma um precipitado de coloração branca (PASSAGLI, 2007).

#### 2.2.1.3 Teste Duquenois

O teste colorimétrico mais utilizado para a identificação de maconha é o teste de Duquenois-Levine, que consiste na utilização de uma solução composta por acetaldeído, vanilina e etanol 95%. Ao se adicionar esta solução em uma amostra contendo THC, em meio fortemente ácido, obtido pela acidificação com ácido clorídrico com alto grau de pureza (ou P.A.) pelas beiradas do tubo de análise, forma-se um anel de coloração azulvioleta que corresponde na reação da vanilina protonada com o THC, formando um complexo ressonante que apresenta como característica esta coloração (CAMARGOS, 2018; PASSAGLI, 2007).

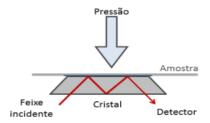
#### 2.2.2 <u>Espectrometria por Infravermelho</u>

A espectrometria por Infravermelho (Infrared Spectroscopy - IR) é uma técnica espectroscópica vibracional, fundamentada no princípio da absorção molecular de energia pelas moléculas orgânicas, que promovem transições rotacionais e vibracionais de suas ligações, a depender do comprimento de onda da luz infravermelha absorvida. A absorção de energia somente ocorrera quando a frequência dos movimentos de ligação das moléculas se igualarem a frequência da radiação infravermelho aplicada (PASSAGLI, 2007; SLIVA, 2017).

A aquisição de espectros ocorre quando um feixe de radiação infravermelha incide em um cristal com um ângulo crítico específico, de forma que esse feixe é totalmente refletido no interior do cristal. Nesse processo de reflexão, a radiação penetra na amostra com uma profundidade muito pequena, mas suficiente para fornecer informações a respeito da composição química da amostra analisada (SILVA, 2017).

As principais vantagens desta técnica consistem na versatilidade de aplicação, podendo ser aplicada para amostras em todos os estados físicos com mínimo preparo das amostras, baixo custo referente a manutenções e facilidade de implementação e análise de amostras desejadas (SILVA, 2017).

Figura 04 – Desenho representativo da Aquisição espectral a partir do Cristal do Equipamento de IR



Fonte: SILVA, 2017.

#### 2.2.3 <u>Cromatografia</u>

A Cromatografia é uma técnica de separação de substâncias por meios físicos, baseada na dispersão diferencial dos componentes de uma mistura como consequência da diferença de interações individuais destes componentes com as fases estacionárias e móvel (CAMARGOS, 2018).

Na técnica de cromatografia são empregadas duas fases, a fase estacionária; que é fixa e pode ser constituída por um material poroso, um sólido ou um líquido. Já a fase móvel pode ser líquida, gasosa ou com um fluido supercrítico, e dispersa-se sobre a fase estacionária, carreando os inúmeros componentes de uma mistura de acordo com a sua interação com estes componentes (CAMARGOS, 2018).

#### 2.2.3.1 Cromatografia em Camada Delgada

A técnica de Cromatografia em Camada Delgada (CCD) emprega como fase estacionária uma fina camada um sólido granulado; podendo ser de sílica, alumina, poliamida, dentre outros compostos, situada sobre uma placa de vidro, alumínio ou um suporte inerte (CAMARGOS, 2018).

Esta é uma técnica simples e de grande importância para a separação rápida e análise quantitativa de baixas concentrações de um composto. As principais vantagens da utilização da CCD consistem na eficiência e baixo custo desta técnica (VOLPATTO, 2012).

Para que ocorra a separação, é necessário realizar a escolha dos solventes que atuarão como fase móvel, de modo a adequar a polaridade da fase móvel de acordo com os componentes de maior interesse presentes na mistura. Após a eluição da amostra, é necessário a aplicação de um composto reativo (revelador) que irá promover a coloração das substâncias de interesse para que seja possível realizar a identificação do mesmo (VOLPATTO, 2012).

#### 2.2.3.2 Cromatografia Gasosa acoplada a Espectrometria de Massas (GC-MS)

A Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de massas (CG-EM) ou Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS) é uma técnica analítica cromatográfica na qual o processo de separação se baseia na partição de amostras em uma fase móvel gasosa, usualmente inerte e uma fase estacionária líquida, situada dentro de uma coluna cromatográfica, como demonstrado na Figura 05.

autosampler traps regulator 1 pneumatics chromatogram inlet gas cylinder column 9 5 transfer 10 column oven Inert carrier gas Gas Chromatograph (GC) Mass Spectrometer Computer Mobile phase Stationary phase (MS) Detector Data

Figura 05 – Esquema representativo de um GC-MS

Fonte: TURNER, 2022.

O processo de para obtenção de um cromatograma é muitas vezes realizada de forma automatizada. O equipamento, já pré-programado efetua a injeção de uma quantidade de amostra dentro do equipamento, e devido a elevada temperatura dentro do injetor, volatiliza a amostra. Dentro do Equipamento, A amostra percorre a coluna; que é a fase estacionária deste processo, através do carreamento por um fluxo continuo de fase móvel, que é denominado de gás de arraste e deve ser inerte e de elevado grau de pureza, por isso utiliza-se recorrentemente os gases nitrogênio, hélio e hidrogênio (CAMARGOS, 2018; PASSAGLI, 2007).

Após o processo de separação, as substâncias são encaminhadas para o espectrômetro de massas a medida em que são separadas e saem da coluna. No espectrômetro, essas substâncias são fragmentadas de formas específicas e características e os fragmentos são captados e convertidos em um cromatograma com espectros de massa das substâncias eluídas (CAMARGOS, 2018).

Esta técnica de análise apresenta elevada eficiência para identificação e quantificação de substâncias devido a sua seletividade e sensibilidade. Entretanto possui desvantagens, é uma técnica de alto custo; considerando aquisição, manutenção e

insumos consumidos durante a análise e possui um grande limitante. Devido a vaporização da amostra, é necessário que a mesma seja volátil e termoestável, de forma a não se degradar em temperaturas utilizadas na análise (PASSAGLI, 2007).

#### 2.2.3.3 Cromatografia Líquida acoplada a Espectrometria de Massas (LC-MS)

A técnica de Cromatografia Líquida Acoplada à Espectrometria de Massas (CL-EM), ou Liquid Chromatography Mass Spectrometry (LC-MS) consiste em um processo de separação semelhante ao que ocorre na cromatografia gasosa, porém, na cromatografia líquida a fase móvel utilizada consiste em solventes líquidos. A escolha da fase móvel mais adequada deve levar em consideração as características da substância a ser analisada, assim como as características da coluna.

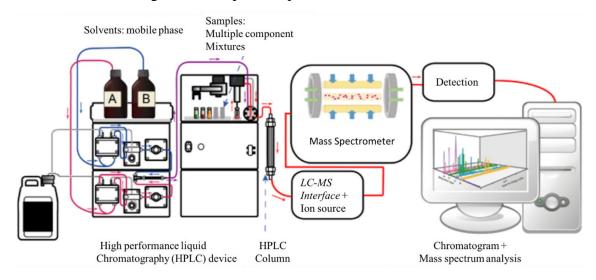


Figura 06 - Esquema representativo de um LC-MS

Fonte: KAILASAM, 2021.

Para promover maior vida útil ao equipamento, as fases móveis utilizadas neste processo de separação necessitam possuir alto grau de pureza e serem livres de oxigênio ou outros gases dissolvidos. A principal vantagem da utilização desta técnica reside na possibilidade de análise de substâncias não voláteis e termolabeis, as impossibilitando de serem analisadas por GC-MS (PASSAGLI, 2007).

#### 3. DESENVOLVIMENTO

A rotina de trabalho laboratório da STFQL para cada perito consiste na execução de três conjuntos de análises de materiais advindos de apreensões no estado de Minas Gerais. O primeiro conjunto de análises consiste na análise de materiais com a suspeita de possuírem cocaína ou THC em sua composição. Majoritariamente os materiais analisados são a maconha na sua forma de erva, o haxixe; que consiste em uma forma de apresentação de derivados da *Cannabis sativa*, a cocaína e o crack. A análise em busca de identificação de THC e cocaína nas amostras atualmente consiste na maioria dos testes realizados no laboratório e é denominada análise toxicológica.

O segundo tipo de análise consiste na realização de exames provenientes de qualquer outro material recebido para a análise, que não atendam os critérios descritos acima para se enquadrarem nas análises toxicológicas (as amostras não podem possuir suspeita de THC e cocaína em sua composição). Os materiais analisados são diversos, porém, alguns exemplos dos materiais com maior incidência de análises são comprimidos artesanais; selos; medicamentos; inalantes, lança-perfumes e matrizes mais complexas de amostras como alimentos e bebidas. Este conjunto de análises é denominada como análises químicas.

O último tipo de análise consiste na análise instrumental. Este conjunto de análise consiste na realização de análises para avaliação de composição para os materiais das análises químicas necessários e materiais das análises toxicológicas que não obtiveram resultado através dos testes da análise toxicológica. Para a realização destas análises realiza-se a utilização dos equipamentos instrumentais de Espectrometria por Infravermelho, GC-MS, LC-MS e ICP-MS.

É importante ressaltar que esta divisão foi criada com a finalidade de facilitar a organização do laboratório e na distribuição de funções para os peritos, que trabalham de forma rotativa entre estes três tipos de análise.

#### 3.1 Análises Toxicológicas

Os exames toxicológicos iniciam-se com o recebimento de uma cota semanal para cada perito, a cota é um conjunto de requerimentos policiais contendo amostras a serem analisadas, possuindo um número fixo de amostras a serem analisadas pelo perito por semana, sendo geralmente 80 requerimentos para as análises toxicológicas. Após o

recebimento da cota, costuma-se separar os requerimentos de acordo com a suspeita do material em três categorias: maconha, crack e cocaína. Na presença de outras suspeitas, costuma-se separá-los em uma quarta categoria. Em seguida todas as requisições são enumeradas e são separados e identificados tubos de ensaio e microtubos na quantidade exata para armazenamento e posterior realização dos testes, como mostrado na Figura 07.

Figura 07 – Fotos de microtubos e tubos de ensaio identificados

### Tubos de Ensaio



#### Microtubos



Fonte: Acervo Próprio, 2023.

Após este processo de separação, os envelopes que contêm as amostras são abertos e seus conteúdos são conferidos e registrados, incluindo seu peso e características gerais. Simultaneamente é realizada a amostragem de cada amostra recebida, coletando-se uma pequena quantidade em um tubo de ensaio, na qual será realizado os testes colorimétricos, e uma pequena quantidade em um microtubo, que será destinado a realização de análise por CCD ou IV.

Para executar os testes colorimétricos e análises de IV e CCD, as alíquotas de amostragem do material recebido também são separadas nas categorias de maconha, crack e cocaína. Os testes colorimétricos são realizados no interior de uma capela. Como demostrado na Figura 08, devido a utilização de solventes voláteis e reagentes de manipulação perigosa.

No interior da capela se encontram os frascos contendo os reagentes referentes a cada teste colorimétrico, sendo eles, da esquerda para direita, os testes de Duquenois (para maconha) e Scott/Mayer (para cocaína). Nos cantos ao fundo da capela, se encontram recipientes para armazenamento dos resíduos de cada teste para posterior tratamento e

descarte, assim como a presença de um béquer grande ao meio para armazenamento de tubos de ensaio após a coleta dos resultados, que são destinados a lavagem após o fim do expediente.



Figura 08 – Foto da Capela onde são realizados os Testes Colorimétricos

Fonte: Acervo Próprio, 2023.

O teste colorimétrico para a avaliação de suspeita de maconha é realizado a partir da adição dos reagentes Duquenois-Levine, Ácido Clorídrico P.A., respectivamente, podendo ser adicionado Clorofórmio ao final, para melhor visualização do resultado. Em caso da formação de uma coloração violeta azulada, e após a adição de clorofórmio, houver uma separação de fases, com a fase orgânica apresentando coloração violeta azulada, obtém-se o resultado positivo para a amostra, como mostrado na Figura 09.

Figura 09 – Foto do Resultado do Teste de Duquenois-Levine

Teste Negativo

Teste Positivo

Fonte: Acervo Próprio, 2023.

O teste colorimétrico para a avaliação de suspeita de cocaína é realizado a partir de dois testes. Primeiramente é realizado o Teste de Scott, na qual é efetuada a adição dos reagentes Scott, Diclorometano e Ácido Clorídrico 1:5, respectivamente. Em caso da formação de uma coloração azulada na fase orgânica (fase inferior), obtém-se o resultado positivo, como mostrado na Figura 10.



Figura 10 - Foto do Resultado Positivo do Teste de Scott

Fonte: Acervo Próprio, 2023.

Logo após a realização do Teste de Scott, no mesmo tubo de ensaio é realizado o Teste de Mayer. O teste de Mayer consiste na adição de uma pequena quantidade do reagente Mayer e em caso de formação de precipitado branco na fase aquosa, obtém-se o resultado positivo, como mostrado na Figura 11.



Figura 11 - Foto do Resultado Positivo do Teste de Mayer

Fonte: Acervo Próprio, 2023.

Após a realização do teste colorimétrico, ainda dentro dos exames toxicológicos, é necessário a realização de mais um exame. É necessário a realização de um dos dois exames: CCD ou IV. A escolha de qual exame/técnica utilizar irá ser influenciada pela disponibilidade dos equipamentos e reagentes no momento em que o mesmo deve ser realizado.

A análise por Espectrometria por Infravermelho utiliza a refletância total atenuada para a determinação da composição da amostra e apresenta como vantagem preparo mínimo; no caso das amostras de maconha que devem ser embebidas com metanol P.A., ou nenhuma no caso das amostras de crack ou cocaína. A adição de Metanol nas amostras com suspeita de THC é importante para que ocorra a extração do mesmo da matriz da amostra. O equipamento utilizado se encontra mostrado na Figura 12

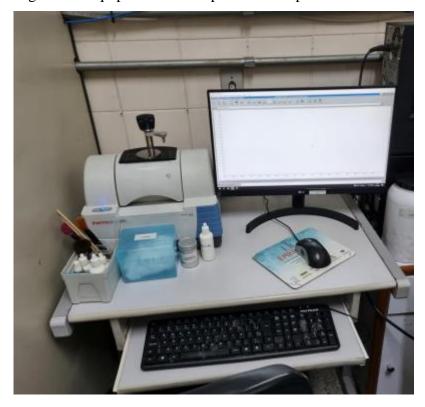


Figura 12- Equipamento de Espectrometria por Infravermelho

Fonte: Acervo Próprio, 2023.

Para a análise de maconha, as amostras preparadas previamente são inseridas e posicionadas no cristal do equipamento através da utilização de um capilar. Este processo forma uma película sobre o cristal onde ocorre a absorção no infravermelho. Já para a análise das demais amostras sólidas, é necessário somente inserir uma pequena

quantidade de sólido da amostra sobre o cristal do equipamento, de forma em que o solido o cubra por completo.

O resultado obtido por esta técnica é um espectro de absorção no infravermelho, que a partir do software do equipamento, realiza a comparação do resultado obtido com diversas bibliotecas de instituições da área de forense, farmacêutica e do próprio laboratório.

Neste equipamento, além da realização de exames toxicológicos, para a verificação da presença de cocaína e THC, são realizados exames instrumentais para análises de comprimidos artesanais; com suspeita de substâncias psicoativas e medicamentos. A execução destas análises é realizada de forma similar a análise das substâncias suspeitas de cocaína (Pó) e possuem bibliotecas específicas para estas análises.

Ao contrário do IV a técnica de CCD é aplicada somente para amostras suspeitas de THC e cocaína. O procedimento para a execução de ambas as amostras é similar, portanto a descrição dos procedimentos será unificada, pontuando as diferenças entre elas. Primeiramente são inseridos 1000 μL de solvente nos microtubos contendo as amostras e levadas ao agitador por 3 minutos. Os solventes utilizados nesta etapa são o Hexano para amostras com suspeita de maconha e Metanol-Acetona 1:1 para amostras com suspeita de cocaína.

Após o preparo das amostras é necessário realizar o preparo das placas. Primeiramente realiza-se marcações e identifica-se onde cada amostra será aplicada, considerando que para cada placa é obrigatório a inserção de uma amostra branco (solvente) e os padrões. Para a placa de análise de maconha será necessário a aplicação de somente uma amostra padrão, porém para a análise de cocaína/crack, separam-se dois pontos de aplicação de amostras padrão, um para o padrão de cocaína e outro para o padrão de contaminantes; como a cafeína, fenacetina, tetracaína, lidocaína, dentre outros.

A aplicação das amostras na placa segue a sequência: alíquota branco – amostras padrões – amostras problema. Por padrão, utiliza-se 0,8 μL de amostra para aplicação nas placas de amostras de cocaína e 1,2 μL nas placas de amostras de maconha.

Após o preparo das placas, é preparada a cuba, que conterá a fase móvel, na qual será colocada a placa na posição vertical para eluição. O preparo das cubas de ambos os tipos de amostras (maconha e cocaína) se diferem por utilizar eluentes diferentes. Para o preparo da fase móvel da placa de amostras de maconha, prepara-se um eluente utilizando

20 mL de Éter Etílico + 80 mL de Hexano. Já para a placa de amostras de cocaína, prepara-se um eluente 25 mL de Acetona + 75 mL de Clorofórmio + 340 μL de Hidróxido de Amônia. Após o preparo das cubas é necessário esperar 20 minutos antes de colocar as placas, com a cuba fechada e capela desligada, para que ocorra a saturação da cuba.

Após o tempo de saturação da cuba, adiciona-se as placas, para que ocorra a eluição dos compostos e ao final do processo, após remove-las da cuba, é realizada a secagem da placa no interior da capela, e em seguida na estufa (somente placa de amostras de cocaína) por 20 minutos. Na Figura 13 é mostrado a capela contendo as cubas.

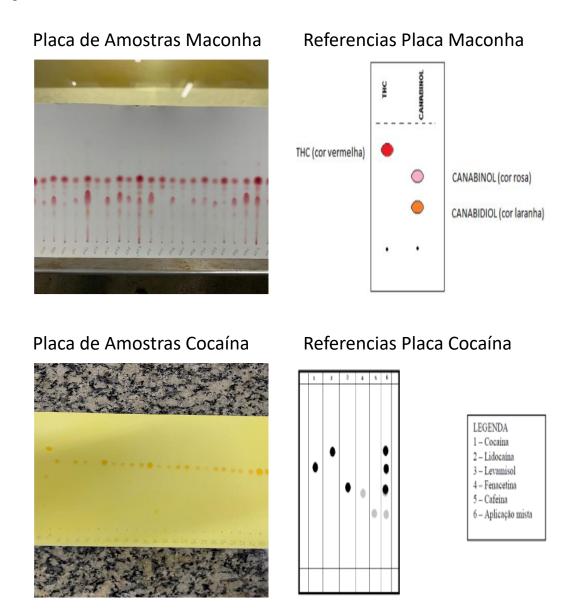


Figura 13 – Capela de realização de CCD

Fonte: Acervo Próprio, 2023.

Para que seja possível realizar a leitura dos resultados, é necessário a aplicação de um agente revelador em ambas as placas utilizando um borrifador de vidro. Para a placa de amostras de maconha, o agente revelador utilizado é o Fast Blue, que deve ser preparado obrigatoriamente antes da revelação. O revelador utilizado para amostras de cocaína é o Dragendorff.

Figura 14 – Modelos e Resultados das Placas de Amostras de Maconha e Cocaína



Fonte: Acervo Próprio, 2023; CAMARGOS, 2018.

#### 3.2 Análises Químicas

No processo das análises químicas, o perito designado é responsável por avaliar as amostras advindas de requerimentos da sua cota e a encaminhar para as técnicas de análises mais adequadas. Inicialmente todas as amostras devem ser conferidas, registradas e avaliadas. É preciso avaliar as características gerais da amostra, como peso, características visuais e quando necessário, verificação de lacre e fechamento de embalagens. Em seguida é feito a amostragem das amostras, de forma similar ao processo dos exames toxicológicos, se diferindo somente na utilização de dois microtubos, ao invés

de um microtubo e um tubo de ensaio. Para amostras como comprimidos artesanais, medicamentos e selos, após serem amostrados, eles devem ser encaminhados para análises instrumentais. Usualmente medicamentos e comprimidos artesanais passam por análises no IV e GC-MS, já os selos, pesticidas, anabolizantes e outros que não foram possíveis a identificação por IV, passam por análises no GC-MS e LC-MS.

Porém amostras de matrizes mais complexas, necessitam de procedimentos adicionais previamente a execução de sua amostragem. Em matrizes alimentícias, por exemplo, é imprescindível a realização de uma ou mais extrações, de forma a extrair o analito do alimento para que seja possível identifica-lo.

#### 3.3 Análises Instrumentais

As análises instrumentais são distribuídas para os peritos responsáveis de acordo com a demanda. Para este conjunto de análises, se avalia as amostras em que não foi possível obter resultado, ou obteve-se resultados negativos nos exames toxicológicos (testes colorimétricos, IV e CCD) e as amostras dos exames químicos, portanto a quantidade de amostras é variável.

Para que uma amostra seja encaminhada ao IV, LC-MS ou GC-MS, deve-se avaliar alguns fatores. Como princípio, todas as amostras que sejas passives de se realizar análises instrumentais por IV e GC-MS irão ser analisadas por este método, devido ao custo das análises de LC-MS. Em caso de amostras complexas, não sólidas ou não voláteis e termolabeis, estas amostras serão analisadas por LC-MS, as vezes paralelamente a análise de GC-MS, porém isso não é obrigatório devido a sensibilidade do IV e limitações do GC-MS já mencionadas no levantamento teórico sobre a técnica.

O processo de análise do Infravermelho foi previamente descrito ao final do tópico 3.1. Já o preparo de amostras para o GC-MS e LC-MS serão descritos unificadamente devido à grande semelhança entre eles, sendo pontuado as diferenças de preparo para cada técnica. Os Equipamentos GC-MS e LC-MS utilizados pelo laboratório estão mostrados nas Figuras 15 e 16, respectivamente.

Inicialmente é realizado a extração e simultaneamente uma pré-diluição das amostras adicionando-se 1000 μL de Metanol grau de pureza HPLC, efetuado a homogeneização através de agitação por 5 minutos a 1500 rpm. Após a agitação, as amostras passam pelo processo de centrifugação, para sedimentação de sólidos e partículas por 10 minutos a 12000 rpm.



Figura 15 - Foto Equipamento GC-MS

Fonte: Acervo Próprio, 2023.

Inicialmente é realizado a extração e simultaneamente uma pré-diluição das amostras adicionando-se 1000 µL de Metanol grau de pureza HPLC, efetuado a homogeneização através de agitação por 5 minutos a 1500 rpm. Após a agitação, as amostras passam pelo processo de centrifugação, para sedimentação de sólidos e partículas por 10 minutos a 12000 rpm.



Figura 16 – Foto Equipamento LC-MS

Fonte: Acervo Próprio, 2023.

Após esta etapa é realizado o preparo dos vials. De acordo com as características da amostra e tipo de analito de busca/suspeita, realiza-se um processo de diluição da amostra utilizando o solvente Metanol HPLC para o GC-MS e Acetonitrila-Água 1:1 para o LC-MS. Como exemplificação, será descrito o preparo dos vials para amostras de comprimidos artesanais, cujos microtubos e vials estão demonstrados na Figura 17.

Figura 17 – Foto de Microtubos e Vials Contendo Amostras de Comprimidos Artesanais



Fonte: Acervo Próprio, 2023.

Para o preparo do vial de comprimidos artesanais, pipeta-se dentro de um vial limpo e corretamente identificado 50 μL da amostra, em seguida pipeta-se 950 μL do solvente em questão, e fecha-se o vial. Então os vials preparados são levados aos seus respectivos equipamentos de análise e posicionados na bandeja de injeção automática. Por fim são programados as análises de acordo com os softwares de cada equipamento e os métodos utilizados para cada tipo de amostra.

Quanto ao descarte dos materiais utilizados, no fim da semana de expediente, os microtubos e materiais comuns, como papeis, embalagens, elásticos são descartados na lixeira, onde este lixo será recolhido por uma empresa terceirizada para a realização do tratamento adequado.

#### 4. CONCLUSÃO

A realização do estágio no laboratório da STFQL foi uma grande oportunidade de aprendizado e ampliação do conhecimento, sendo uma experiência muito produtiva e diversificada, uma vez em que os estagiários aprendem diversas técnicas de manuseio e análises, das mais simples as técnicas mais robustas de análises, como por exemplo as análises instrumentais, que é de suma importância possuir o conhecimento e experiência com estas técnicas e manuseio dos equipamentos para atuar no mercado de trabalho, pois várias industrias utilizam destas técnicas de análises em sua rotina de produção e controle de qualidade. A experiência com esse estágio aprimorou muito do que se aprende no curso de química tecnológica, desde coisas mais simples e que são aprendidas no início do curso, como processos de extração, preparo de soluções, boas práticas de laboratório até assuntos mais complexos, como toda a parte de orgânica (avaliação de estruturas químicas e suas afinidades com solventes e possíveis reações), analítica de via úmida e instrumental, onde a maior parte das técnicas de análise do laboratório se enquadram e química forense, que apesar de ser uma área mais específica e não obrigatória do curso, juntamente com as outras áreas citadas anteriormente, forneceram um embasamento teórico muito importante para o início e posterior prosseguimento do estágio.

#### 5. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

CAMARGOS, Antonielle Cristina da Fonseca. **Química Forense**: análises de substâncias apreendidas. Monografia (Bacharelado em Química) - Departamento de Ciências Naturais, Universidade Federal de São João del-Rei, São João del-Rei, 2018. Disponível em: https://ufsj.edu.br/portal2-repositorio/File/coqui/TCC/Antonielle.pdf. Acesso em: 25 mai. 2023.

COUTO, Marcelo Augusto; HOMEM, Águeda Bueno Nascimento; SILVA, Joaquim Francisco Neto e; SODRÉ, Rachel Juliene Menezes. **Plano Diretor De Modernização Da Polícia Civil 2020**, Polícia Civil de Minas Gerais, 2020. Disponível em: https://www.políciacivil.mg.gov.br/site-pc/noticia/exibir?id=2533133&=Pol%C3%ADcia-Civil-divulga-Plano-Diretor-de-Moderniza%C3%A7%C3%A3o-2020. Acesso em 19 mai. 2023.

PASSAGLI, Marcos. Toxicologia Forense: Teoria e Prática. Campinas, SP: Millenium Editora, 2007. ISBN: 978-85-7625-134-7.

SILVA, Carolina Santos. Espectroscopia no Infravermelho para Aplicações Forenses: documentoscopia e identificação de sêmen em tecidos. Tese (Doutorado em Química) — Departamento de Química Fundamental, Centro De Ciências Exatas E Da Natureza, Universidade Federal De Pernambuco, Recife, 2017. Disponível em: https://repositorio.ufpe.br/bitstream/123456789/29654/1/TESE%20Carolina%20Santos%20Silva.pdf. Acesso em: 10 jun. 2023.

VOLPATTO, Dalvana. Métodos Físico-Químicos de Análise Forense para Identificação de Drogas de Abuso, medicamentos, agrotóxicos, gases tóxicos e solventes. Monografia (Título de Especialista e Medicina Legal e Ciências Forenses) — Universidade Alto Vale Do Rio Do Peixe, Caçador, 2012. Disponível em: https://acervo.uniarp.edu.br/wpcontent/uploads/monografias/Metodos-fisico-quimicos-de-análise-forense-para-identificacao-de-drogas-de-abuso.-Dalvana-Volpatto-2012.pdf. Acesso em: 25 mai. 2023.