

	<p>Instrução de Trabalho - IT</p>	<p>Coordenação</p> 	<p>Execução</p> 
---	-----------------------------------	--	---

<p>Processo</p> <p>Realizar Ensaio Cromatográfico Gasoso – Amostras Líquidas</p>			
<p>Versão</p> <p>01/22</p>	<p>Data de Emissão</p> <p>19/07/2022</p>	<p>Macroprocesso (Governo de SC)</p> <p>Corpo de Bombeiros Militar de Santa Catarina</p>	<p>Macroprocesso (Nome do órgão)</p> <p>Processo Finalístico (Centro de Pesquisa e Inovação - CPIN)</p>

1. INFORMAÇÕES DO PROCESSO

Descrição do processo

A cromatografia é uma técnica de separação de compostos químicos presentes em uma matriz. A cromatografia gasosa utiliza uma fase móvel que é um gás, a qual arrasta os compostos através de uma coluna cromatográfica até chegar ao detector. Esta técnica é de vital importância na ciência forense. A cromatografia gasosa acoplada à espectrometria de massa (GCMS) é o método analítico padrão em laboratórios forenses para identificar a presença de líquidos inflamáveis¹⁻⁴. O Centro de Pesquisa e Inovação do CBSMC utiliza o GCMS para investigar resíduos de incêndio que podem conter agentes acelerantes. Estes agentes no incêndio são decorrentes de atos dolosos ou acidentais.

O laboratório de análises químicas (LAQ) do CBMSC auxilia o trabalho do investigador, o qual coleta demais informações para uma conclusão. Na grande maioria dos casos, os derivados de petróleo são usados como agentes acelerantes em incêndios e os padrões de pico da análise de um cromatograma podem ser usados para identificar o tipo de produto (por exemplo, gasolina) que foi empregado no incêndio⁵. O LAQ utiliza como técnica a microextração em fase sólida (SPME) para extração dos agentes acelerantes em matrizes sólidas. Esta técnica preserva a amostra e não utiliza quaisquer solventes durante as análises.

Objetivos

- 1) Extrair os compostos voláteis da amostra líquida utilizando a técnica de *SPME*;
- 2) Separar os componentes presentes no agente acelerante em picos de ótima resolução;
- 3) Identificar os componentes da amostra utilizando a biblioteca *NIST* do próprio equipamento como comparação;
- 4) Concluir a presença ou não de agentes acelerantes na matriz através da análise dos compostos considerados *fingerprint* da amostra.

Informações complementares

Convém destacar que o processo ora diagramado contribui com a elaboração ou aperfeiçoamento de documentos internos, como o Procedimento Administrativo Padrão (PAP) e o Procedimento Laboratorial Padrão (PLP), ambos importantes nas dinâmicas de trabalho da organização BMSC.

Responsável

<i>Cargo</i>	<i>Setor</i>	<i>Telefone</i>	<i>E-mail</i>
Chefe	CPIN	48 3665-7667	dscipesquisa@cbm.sc.gov.br
Auxiliar do Laboratório de Química Analítica	CPIN	48 3665-7675	dscipesquisaquimica@cbm.sc.gov.br

Interessados

Corpo de Bombeiros Militar de Santa Catarina

Atores envolvidos

Laboratório de Química Analítica.

Recursos tecnológicos (sistemas e integrações)

Cromatógrafo Gasoso Shimadzu GC-2030;
Espectrômetro de massas Shimadzu GCMS-QP2020 NX
NIST 17 Mass Spectral Library;
Banho ultratermostático SolidSteel SSdU-15L;
Balança analítica Sartorius Secura2225d-10BR.

Parâmetros SGPE

<i>Assunto</i>		<i>Classe</i>		<i>Controle de acesso (sigilo)</i>
25430	Amostra de Incêndio	15	Relatório Técnico de Ensaio Laboratorial	Público/Sigiloso

Legislação, normativas e outras referências

Procedimento Laboratorial Padrão de Cromatografia Gasosa (CBMSC)

Indicadores de performance

Para esse processo não há.

Definições

CBMSC – Corpo de Bombeiros Militar de Santa Catarina
CPIN - Centro de Pesquisa e Inovação
GC - Gas Chromatography
GCMS - Gas Chromatography Mass Spectrometry
LAQ - Laboratório de Análises Químicas
PLP - Procedimento laboratorial Padrão
SPME – Solid phase microextraction

2. DIAGRAMA DO PROCESSO

Link para acesso ao diagrama do processo:

<https://cawemo.com/share/bf8e571e-b6ae-4e21-9481-730d337ff4fb>

3. DESCRIÇÃO DAS ATIVIDADES

3.1 Receber Imagens da Amostra pelo SGPe

Laboratorista checa se as amostras estão adequadamente aptas para o transporte.

3.2 Receber Amostras

Laboratorista ou outro profissional do CPIN recebe as amostras e realiza o armazenamento em geladeira.

3.3 Fotografar Amostras

Laboratorista realiza registro fotográfico das amostras no estado em que foram recebidas e em seguida, realiza conferência das imagens do estado em que foram enviadas.

3.4 Aquecer Amostra

Etapa de preparação da amostra. Realiza-se aquecimento em banho ultratermostático do frasco que contém a amostra a uma temperatura entre de (60 - 70) °C, a um tempo determinado a cada tipo de matriz.

3.5 Extrair Compostos Voláteis da Amostra

Durante o aquecimento, insere-se no frasco a agulha do *holder* para expor o filme polimérico que absorve os compostos voláteis de interesse por microextração em fase sólida.

3.5.1 Caso seja de interesse, em uma matriz limpa, uma análise rápida, pode-se realizar a amostragem do líquido por captura de (1 a 2) µL por uma seringa e injeção direta no injetor do cromatógrafo.

3.6 Analisar Amostra no Cromatógrafo Gasoso

Etapa em que ocorre a inserção da agulha do *holder* no injetor aquecido do cromatógrafo para ocorrer a dessorção dos compostos voláteis, percurso pela coluna cromatográfica e chegada ao detector.

3.7 Interpretar Cromatograma

Identifica-se os picos de interesse de agentes acelerantes com o auxílio da biblioteca NIST do equipamento por comparação. Aceitam-se valores acima de 80% de compatibilidade.

3.8 Elaborar Relatório Técnico com Resultado dos Ensaios

Os resultados são inseridos em um relatório técnico contendo os dados de todos os ensaios realizados.

3.9 Assinar Digitalmente o Relatório Técnico

O relatório técnico é assinado digitalmente pelo laboratorista e enviado para assinatura do chefe imediato do CPIN. Essa operação é realizada no sistema SGP-e.

3.10 Encaminhar relatório técnico para superior imediato - CPIN

Com o relatório finalizado e assinado digitalmente pelo laboratorista é feito o envio do relatório ao Chefe Imediato do CPIN.

4. HISTÓRICO DE REVISÕES

Versão nº	Responsável pela elaboração da IT	Data	Síntese da Revisão
01	Cb Marcel Mtcl 932191-8	13/10/2022	Primeira versão do processo: Realizar Ensaio Cromatográfico Gasoso – Amostras Líquidas

5. REFERÊNCIAS

1. Swierczynski, M. J.; Grau, K.; Schmitz, M.; Kim, J. Detection of gasoline residues present in household materials via headspace-solid phase microextraction and gas chromatography-massspectrometry. **Journal of Analytical Chemistry**, v. 71 (1), p. 44-55, 2020.
2. Almirall, J.R.; Furton, K.G., *Analysis and Interpretation of Fire Scene Evidence*, Boca Raton, FL: CRC, 2004.
3. Hendrikse, J.; Grutters, M.; Schafer, F. *Identifying Ignitable Liquids in Fire Debris: A Guideline for Forensic Experts*, Waltham, MA: Academic, 2016.
4. Sandercock, P. M. L. Fire investigation and ignitable residue analysis-A review: 2001-2007. *Forensic Science International*, v. 176 (2-3), p. 93-110, 2008.
5. Shellie R. A. **Gas Chromatography**. *Encyclopedia of Forensic Sciences*, p. 579-585, 2013. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-382165-2.00245-2>



Assinaturas do documento



Código para verificação: **9T01LIY4**

Este documento foi assinado digitalmente pelos seguintes signatários nas datas indicadas:



WAGNER ALBERTO DE MORAES (CPF: 042.XXX.619-XX) em 17/04/2023 às 15:01:28

Emitido por: "SGP-e", emitido em 08/04/2019 - 18:40:49 e válido até 08/04/2119 - 18:40:49.

(Assinatura do sistema)

Para verificar a autenticidade desta cópia, acesse o link <https://portal.sgpe.sea.sc.gov.br/portal-externo/conferencia-documento/Q0JNU0NfOTk5MI8wMDAxMDY0MI8xMDc4MI8yMDIzXziUMDFMSVko> ou o site

<https://portal.sgpe.sea.sc.gov.br/portal-externo> e informe o processo **CBMSC 00010642/2023** e o código **9T01LIY4** ou aponte a câmera para o QR Code presente nesta página para realizar a conferência.