

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

<p>Processo</p> <p>Realizar Ensaio Cromatográfico Gasoso – Amostras Sólidas</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 incêndios que podem conter agentes acelerantes. Estes agentes no incêndio são decorrentes de atos dolosos ou acidentais. O laboratório de análises químicas (LAQ) do CBSMC 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 sólida 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, entre outros, o Procedimento Administrativo Padrão (PAP) e o Procedimento Laboratorial Padrão (PLP), ambos importantes nas dinâmicas de trabalho da organização CBMSC.

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 Análises Químicas.

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/ec7886b8-4103-43ec-86bf-1cfbe9f97c65>

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 estoque em geladeira.

3.3 Fotografar Amostras

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

3.4 Aquecer Amostra

Etapa de preparação da amostra. Aquecimento realizado de duas formas distintas, a depender do frasco enviado ao laboratório.

3.4.1 Se a Amostra Estiver no Interior de Lata

Aquecimento da lata ocorre em estufa a 40 °C. Após o aquecimento, insere-se a agulha com o *holder*. Caso a lata não seja dotada de orifício central na tampa com PTFE, perfura-se a tampa.

3.4.2 Se a Amostra Estiver em Frasco de Vidro

Aquecimento ocorre com auxílio de banho ultratermostático com circulação de água constante. Temperatura utilizada na faixa de (60 a 70) °C.

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.

3.6 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 Realizar Ensaio no DSC para Amostra Polimérica

Caso a amostra seja polimérica, os ensaios são realizados com o objetivo de se obter as propriedades térmicas.

3.9 Elaborar Relatório Técnico com Resultado do Ensaio

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

3.10 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.

3.11 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

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

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: **H05XLE63**

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/Q0JNU0NfOTk5MI8wMDAxMDY0MI8xMDc4MI8yMDIzX0gwNVhMRTYz> ou o site

<https://portal.sgpe.sea.sc.gov.br/portal-externo> e informe o processo **CBMSC 00010642/2023** e o código **H05XLE63** ou aponte a câmera para o QR Code presente nesta página para realizar a conferência.