

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

<p>Processo</p> <p><b>Realizar Ensaio Cromatográfico Gasoso – Amostras Sólidas</b></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 inflamáveis<sup>1-4</sup>. 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 incêndio<sup>5</sup>. 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.