

 Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear Dept. de Química - FFCLRP-USP	Procedimento operacional padrão (POP)	Pág. 1 de 3
	<i>Título: Recebimento e armazenamento de amostras</i>	Rev. 001
Código: POP_004	Data de emissão: 20/11/2024	

1. O usuário deve acessar o site USP Multi (<https://uspmulti.prp.usp.br/>) e criar um login e senha na área “Minha Conta”.
2. Em seguida, já “logado”, o usuário deve encontrar no site USP Multi a Central do Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear (RMN) do Depto. de Química FFCLRP – LabRMN.
3. Ir em “Serviços” e escolher a aquisição a ser adquirida, podendo ser:
 - Aquisição de espectros de RMN de ^1H no 500 MHz
 - Aquisição de espectros de RMN de ^{13}C no 500 MHz
 - Aquisição de espectros de RMN de COSY no 500 MHz
 - Aquisição de espectros de RMN de HSQC no 500 MHz
 - Aquisição de espectros de RMN de HMBC no 500 MHz
 - Aquisição de espectros de RMN de NOESY ou NOE_{diff} no 500 MHz
 - Aquisição de espectros de RMN de J_{res} no 500 MHz
 - Aquisição de espectros de RMN de ^{19}F no 500 MHz
 - Aquisição de espectros de RMN de ^{31}P no 500 MHz
 - Aquisição de espectros de RMN de ^1H qualitativo no 400 MHz
 - Aquisição de espectros de RMN de ^1H quantitativo no 400 MHz
 - Aquisição de espectros de RMN de COSY no 400 MHz
 - Aquisição de espectros de RMN de HMBC no 400 MHz
 - Aquisição de espectros de RMN de HMQC no 400 MHz
4. Selecionar a categoria do usuário, como:
 - Comunidade Acadêmica (Usuários USP)
 - Comunidade Externa (Setor Privado)
 - Comunidade Externa (Instituições Públicas)
 - Pesquisador Responsável
 - Colaborador de Projeto
5. Leia com atenção o item “Orientações ao Usuário” que consta em cada aquisição de espectro e será transcrita abaixo:

Orientações ao usuário:

Informamos que o recebimento e a devolução de amostras no Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear (RMN) serão realizados exclusivamente no período matutino. Essa medida visa otimizar o fluxo de trabalho, garantindo que as amostras sejam processadas e analisadas de maneira organizada e eficiente, respeitando os horários de funcionamento do laboratório. Solicitamos a colaboração de todos para que as amostras sejam entregues e retiradas dentro deste horário, a fim de assegurar a qualidade e a pontualidade dos serviços prestados.

--

Novas Implementações no Protocolo de Recebimento de Amostras no Laboratório de RMN: A partir de janeiro de 2025, será implementada uma nova regra no laboratório de RMN: nenhuma análise será realizada sem o devido registro completo no site USP Multi. Esse registro deve incluir todos os itens obrigatórios relacionados às amostras, bem como as informações de cobrança. Essa medida visa padronizar o fluxo de trabalho, garantir o acompanhamento adequado dos processos e assegurar a transparência no gerenciamento de custos e serviços prestados.

--

Ainda, ao final de cada semestre, será gerado um relatório detalhado com os valores de cobrança para cada docente, empresa ou indústria que utilizou os serviços do laboratório. O pagamento deverá ser realizado conforme indicado nesse relatório. Em caso de inadimplência, novas análises serão suspensas até que os débitos pendentes sejam quitados. Essa medida reforça a transparência e a sustentabilidade financeira do laboratório, garantindo a continuidade dos serviços oferecidos.

--

	Procedimento operacional padrão (POP)	Pág. 2 de 3
	<i>Título: Recebimento e armazenamento de amostras</i>	Rev. 001
Código: POP_004	Data de emissão: 20/11/2024	

Além do registro formal no sistema USP Multi, manteremos um registro físico em um livro ata específico de acesso apenas ao laboratório de RMN. Nele, serão anotadas informações detalhadas sobre cada amostra recebida, incluindo a data e hora de chegada, o nome do docente responsável, o aluno associado, o tipo de experimento solicitado e a data da devolução da amostra. Esse procedimento adicional visa fortalecer o controle e a rastreabilidade das amostras, assegurando um acompanhamento rigoroso de todo o processo.

--

Padronização das amostras: É responsabilidade do docente, pesquisador, aluno, indústria ou empresa assegurar a correta nomenclatura das amostras enviadas para análise, de forma a evitar erros de identificação e facilitar o processamento dos dados. Além disso, cabe a esses mesmos responsáveis garantir que as amostras estejam devidamente preparadas antes de sua chegada ao laboratório. As amostras devem estar prontas para análise, bem dissolvidas e visualmente límpidas, garantindo assim a qualidade dos resultados e evitando atrasos no procedimento devido a problemas de preparo.

--

Além disso, todas as amostras devem ser padronizadas quanto ao volume de solvente deuterado, sendo necessário que contenham aproximadamente 500 µL para garantir a consistência nas análises. Amostras com um grande volume de solvente deuterado, mais que 700 µL, serão retornadas ao usuário. Para preservar a integridade, as amostras serão armazenadas em geladeira até o momento da aquisição dos dados.

--

Descarte de amostras: A partir de janeiro de 2025, o descarte de amostras no laboratório de RMN seguirá um novo protocolo. As amostras permanecerão armazenadas no laboratório por um período máximo de três meses. Caso o usuário não retire sua amostra dentro desse prazo, ela será descartada em conformidade com o Procedimento Operacional Padrão (POP) específico. Os resíduos serão classificados em duas categorias principais: solventes deuterados organoclorados, como CDCl₃ e CD₂Cl₂, e solventes deuterados não organoclorados, incluindo D₂O, CD₃CN, CD₃OD, CD₃OH, C₆D₆, C₃D₆O, entre outros. Cada categoria será coletada em recipientes separados, com capacidade aproximada de 4 litros. Uma vez preenchidos, os galões serão encaminhados ao laboratório de resíduos químicos do Departamento de Química, sob a coordenação do docente e da técnica Olimpia Paschoal Martins.

--

Registro e Disponibilidade dos Espectros: O processo de aquisição dos espectros inicia-se sempre com a coleta do espectro de RMN de ¹H, independentemente das análises adicionais solicitadas, conforme o Procedimento Operacional Padrão (POP) descrito. A partir dessa primeira aquisição, uma pasta é criada no computador dedicado do equipamento de RMN, com o nome da amostra e do docente ou empresa responsável pela solicitação da análise. Todos os experimentos subsequentes relacionados a essa amostra são organizados dentro dessa mesma pasta, em subpastas específicas para cada tipo de experimento, seguindo o padrão estabelecido no POP: por exemplo, a pasta 15 para espectros de ¹³C, a pasta 16 para DEPT135, a pasta 300 para COSY, e assim por diante. Os dados permanecem armazenados no computador do equipamento, com backups realizados mensalmente. Até o momento, mantemos um histórico completo dos dados, com registros a partir do ano de 2009.

--

A aquisição dos espectros no laboratório de RMN segue a ordem de chegada das amostras, com flexibilidade para atender prioritariamente aquelas que apresentem maior urgência devido ao risco de degradação.

Para amostras que apresentam propensão à degradação, é fundamental que sejam combinadas com antecedência mínima de um dia com o químico responsável, Ms. Vinicius Palaretti. Esse procedimento permite que o preparo e a análise sejam realizados de forma cuidadosa e ágil, garantindo a integridade e a qualidade dos dados obtidos. A coordenação prévia com o responsável assegura que sejam seguidas as condições ideais de manuseio, armazenamento e preparo, minimizando a possibilidade de degradação antes ou durante o processo de análise.

--

Os espectros obtidos são disponibilizados em tempo real através de um servidor FTP ao qual os usuários têm acesso, possibilitando o acompanhamento imediato dos resultados.

--

Os dados obtidos nas análises de RMN **NÃO** serão enviados por e-mail.

--

 Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear Dept. de Química - FFCLRP-USP	Procedimento operacional padrão (POP)	Pág. 3 de 3
	<i>Título: Recebimento e armazenamento de amostras</i>	Rev. 001
Código: POP_004	Data de emissão: 20/11/2024	

Caso o usuário precise de uma projeção dos dados em formato .pdf, será cobrada uma taxa adicional de R\$ 100,00 (cem reais) por técnica analisada.

--

Observação: atentem-se ao fato de que o preço pode variar caso o equipamento seja utilizado por mais de 1 hora para a aquisição do espectro. Será cobrado um valor de R\$ 100,00 (cem reais) por hora adicional para cada tipo de experimento.

6. Na solicitação do USP Multi adicionar na área possível as seguintes instruções para o químico responsável pelas aquisições dos espectros:
 - Nome do docente responsável
 - Nome do solicitante ou aluno responsável
 - Identificação da amostra
 - Quantidade de amostra
 - Solvente deuterado
 - Demais parâmetros espetrais caso necessário, como, por exemplo, D1, NS, AQ, etc.
 - Caso pertinente, enfatizar a possível degradação da amostra
7. Somente mediante a todos os dados preenchidos corretamente no site USP Multi é que as amostras poderão ser levadas ao laboratório de RMN ao químico responsável Vinicius Palaretti (bloco 8, sala 19, telefone 16-33154382).
8. Os espectros das amostras sem registo no USP Multi não serão adquiridos.
9. Entregar as amostras na antessala do laboratório de RMN.
10. Independentemente do registro no USP Multi, a chegada da amostra será anotada em livro ATA específico do recebimento de amostras.
11. Conforme mencionado acima, a aquisição seguirá uma ordem de chegada e/ou prioridade baseado na degradação da mesma, sendo isso previamente combinado com os responsáveis pelo laboratório de RMN.
12. NÃO daremos prazos de entrega de resultados, sendo, portanto, obrigação do solicitante acessar o sistema FTP para verificar a conclusão do serviço solicitado.
13. Após a entrega, as amostras serão guardadas em geladeira ou a temperatura ambiente dependendo do solvente deuterado usado, dentro do laboratório de RMN, no qual possui controle de acesso.
14. As temperaturas do laboratório, da geladeira e do freezer são monitoradas diariamente através de termômetro e registradas em livro ATA direcionado para isso.
15. Após a aquisição dos espectros, as amostras retornarão para o ambiente prévio a aquisição, ou seja, geladeira, freezer ou bancada específica a temperatura ambiente.
16. As devoluções das amostras serão realizadas na antessala do laboratório (mesmo local de entrega) de segunda-feira a sexta-feira das 8h às 12h.
17. As amostras serão mantidas no laboratório de RMN por um período de 3 (três) meses. Após isso, caso os solicitantes não procurem suas amostras, as mesmas serão descartadas, conforme POP de descarte de resíduos químicos.