

CADERNOS DE LABORATÓRIO

Bibliografia

- Howard M. Kanare, *Writing the Laboratory Notebook*, ACS, 1985
- Kathy Barker, *At the Bench: A laboratory Navigator*. Cold Spring Harbor Laboratory press. 1998.
- *Guidelines for Keeping a Laboratory Record*. David Caprette, Rice University.
<http://www.ruf.rice.edu/~bioslabs/tools/notebook/notebook.html>
- *Guidelines for Keeping a Laboratory Notebook*. Colin Purrington, Swarthmore Univ.
<http://www.swarthmore.edu/NatSci/cpurrrin1/notebookadvice.htm>
- Laboratory Record Keeping. Todd E. Garabedian, *Nature Biotechnology* v. 15 (August 1997) pp.799-800
http://biotech.about.com/gi/dynamic/offsite.htm?site=http%3A%2F%2Fwww.wiggin.com%2Fpubs%2Farticles_template.asp%3FID%3D102187242000
- Office of Research Integrity, U.S. Dept. of Health and Human Services <http://www.unh.edu/rcr/>
- *Responsible Conduct of Research Online Study Guide*. Julie Simpson, University of New Hampshire <http://www.unh.edu/rcr/>
- Francis L. Macrina, *Scientific Integrity: An Introductory Text with Cases*. ASM Press. 2000.

Documentos de pesquisa

- ▣ Publicações:
 - Artigos
 - Livros
 - Press-release
 - Patentes
 - Etc.
- ▣ Documentos de laboratório (DL)

Documentos de laboratório

- ▣ Caderno de laboratório (CL)
- ▣ Procedimentos Operacionais Padrão (POPs)
- ▣ Formulários
- ▣ Protocolos
- ▣ Relatórios
- ▣ **Log de Instrumento**
- ▣ **Registros de Instrumentos**

Para que documentação?

- ▣ A documentação é um sistema de registros, essencial para qualquer sistema de pesquisa.
- ▣ Se um cientista não pode mostrar evidências de seus resultados, esses resultados não são críveis.
- ▣ Toda empresa química, farmacêutica e de biotecnologia deverá desenvolver seu próprio sistema de documentação.
- ▣ *Assim como os laboratórios de pesquisa.*

Por que se preocupar?

- ▣ Prova de propriedade intelectual (PI) para as patentes.
- ▣ Primazia de descobertas científicas
- ▣ Gravar o que você fez para que você ou outras pessoas possam repetir os experimentos. Bons registros tornam mais fácil a publicação de seus resultados.
- ▣ Solução de problemas: anotação cuidadosa pode ajudar você a encontrar erros, materiais defeituosos, etc.

Funções de um DL

- ▣ Registrar o que um indivíduo tenha feito e observado.
- ▣ Estabelecer a propriedade.
- ▣ Relato de como executar tarefas específicas.
- ▣ Estabelecer as especificações de um processo ou produto.

Funções de um DL

- ▣ Demonstrar que um procedimento foi realizado corretamente.
- ▣ Registrar os parâmetros de funcionamento de um instrumento de laboratório.
- ▣ Demonstrar, através de um conjunto de evidências, que um produto atende às especificações.

Funções de um DL

- ▣ Garantir a rastreabilidade: acompanhar cada componente do produto e suas origens.
- ▣ Estabelecer um contrato entre uma empresa e seus clientes (certificado de análise, o conteúdo do rótulo).
- ▣ Estabelecer um contrato entre uma empresa e a agência reguladora (ANVISA, etc).

Relatórios

- ▣ Relatórios de laboratório resumem o experimento que foi feito, quem o fez, por que foi feito e as conclusões do estudo.
- ▣ Relatórios de laboratório são geralmente publicados em revistas científicas depois de serem revisados por outros cientistas.
- ▣ Relatórios são também utilizados internamente para outros fins e se apresentam em diversos modelos.

Procedimento Operacional Padrão (POP)

- ▣ Procedimento Operacional Padrão (POP):
 - um procedimento que é feito muitas vezes
 - descrição detalhada ou roteiro para uma determinada operação
- ▣ Exemplos de POP:
 - Roteiro para utilização de um equipamento
 - Procedimentos de segurança
 - Descarte de resíduos
 - Preparação de reagentes de partida
 - Roteiro para ensaios específicos

Protocolos

- ▣ Um protocolo é um plano detalhado de uma experiência científica, tratamento ou procedimento.
- ▣ A descrição, passo – a – passo, que descreve como executar uma tarefa ou realizar uma experiência.

Protocolos

- ▣ Protocolos são também chamados de receitas.
- ▣ Assim como receitas, algumas são claras e outras são bastante pobres.
- ▣ Você deverá acompanhar, revisar e escrever protocolos muitas vezes, para serem utilizados, por exemplo, em aulas de laboratório.

Caderno de laboratório (CL)

- ▣ Um registro cronológico de trabalho de um indivíduo.
- ▣ O principal documento em um laboratório de pesquisa.

Regras para CL

- ▣ Um CL deve ter páginas permanentes (brochura) que são numeradas consecutivamente (prova de inalterabilidade).
- ▣ Deve ser usado por um único técnico ou cientista.
- ▣ Observações e resultados experimentais devem ser inseridos no caderno na mesma data / horário em que ocorrem.
- ▣ Inserção tardia pode causar erros.
- ▣ O caderno de laboratório deve ser um registro diário e temporal das atividades do pesquisador.

Regras para CL

- ▣ O caderno deve ainda conter cálculos e pode conter ideias científicas.
- ▣ Todas as inscrições devem ser feitas no caderno com tinta permanente.
- ▣ Escreva de forma legível.
- ▣ Cruzar levemente (tachado) através dos erros e datar as correções. Nunca apague. Nunca use corretor (“branquinho”).

Regras para CL

- ▣ Anotações devem ser feitas sem saltar páginas ou deixar espaços vazios na parte inferior de uma página.
- ▣ Para iniciar uma anotação em uma nova página, desenhe uma linha através de qualquer parte não utilizada da página anterior.
- ▣ Nunca arrancar ou remover uma página do caderno.

Regras para CL

- ▣ Cada página deve ser assinada com o nome completo do pesquisador e datada.
- ▣ Todas as fotos, gráficos ou impressões de computador pertinentes ao projeto deve ser permanentemente alocados aos CL com suas iniciais e data.
- ▣ Nenhuma anotação deve ser alterada ou adicionada após a assinatura de uma testemunha.
- ▣ Se o pesquisador tem alguma informação adicional ou correções, uma nova anotação deve ser feita.

Regras para CL

- ▣ Se uma entrada adicional é feita entre as páginas inicial e final de gravação de um experimento, a entrada deve identificar a página em que a entrada anterior ocorreu. Você pode afirmar: "Continuação da página 23" e na página 23 "Continua na página 55".

Regras para CL

- ▣ Guarde o caderno de anotações em um local seguro no laboratório. Empresas fazem cópias digitais.
- ▣ Arquivos de computador tipicamente não são aceitos como provas suficientes de prioridade da invenção.
- ▣ Os cadernos antigos devem ser armazenados de acordo a política da empresa de retenção e destruição de registros e documentos.

O que vai em um CL?

- ▣ Descrição dos procedimentos experimentais (referências)
- ▣ Observações experimentais
- ▣ Resultados e cálculos
- ▣ Dados analíticos e espectroscópicos
- ▣ Desenhos de aparelhagens
- ▣ Indicação para arquivos de instrumentos
- ▣ Indicação para arquivos de dados (excel, origin, etc.)
- ▣ Indicação para documentos impressos armazenados separadamente
- ▣ Indicação para outros CLs de seu grupo

O que vai em um CL?

- ▣ Indicação de **armazenamento** de soluções, reagentes, frações de separação, intermediários, produtos: rótulos e locais
- ▣ Indicação dos **resíduos** gerados: tratamento, **rótulos** e locais. (observando as regras de descarte de resíduos do IQ)

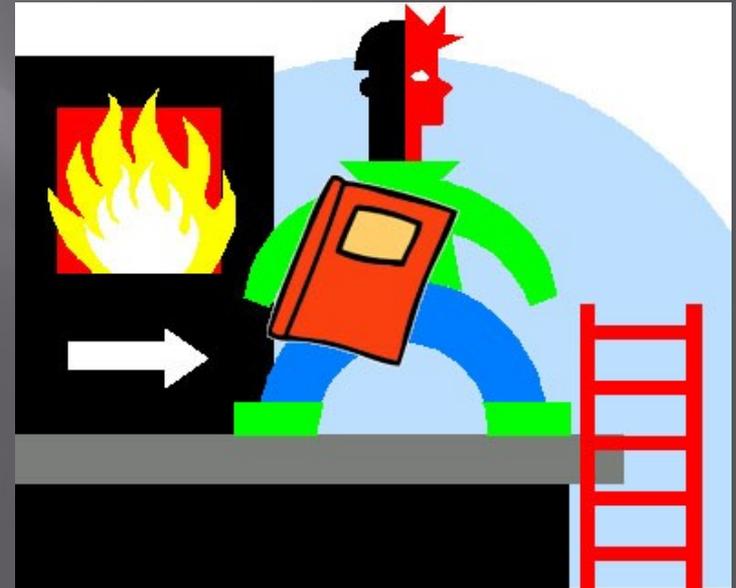
O que mais pode ter no CL?

- ▣ Ideias: um CL é um repositório de criatividade
- ▣ E-mails de colaboradores
- ▣ Resumos de trabalhos que leu
- ▣ Dicas e sugestões obtidos de colaboradores
- ▣ Preocupações e dados pessoais mas lembre-se:
 - sim, é um diário!
 - não, não é secreto!!

Quão importante?

Em caso de fogo...

concentre-se em seu CL!



Rotulando suas amostras

- ▣ As amostras, produtos, frações, resíduos etc. tem que ter indicação ao CL
- ▣ Exemplo de rótulo **bom**: LHC.3.27b
 - Significa o terceiro CL de LHC, página 27, amostra b.
- ▣ **Ruim**: solução 0,1% de BE em BZ
 - Fase aquosa do experimento de 04/08
- **A indicação para o CL permite o rastreamento**

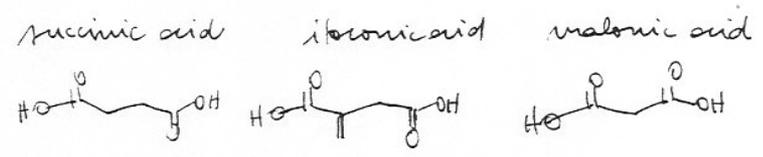
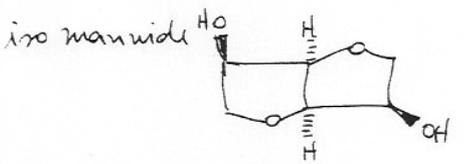
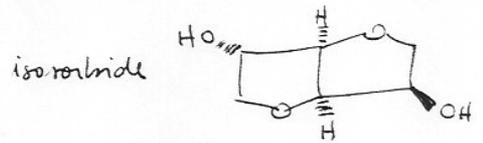
Assuntos legais

- ▣ Você *NÃO POSSUI* o CL. Ele pertence ao laboratório (empresa ou instituto)
- ▣ Você pode pedir uma cópia.
- ▣ Seu chefe imediato pode e deve consultar os livros periodicamente.
- ▣ Você só poderá retirar o CL do laboratório com permissão do seu chefe imediato.

Exemplos de utilização de CL

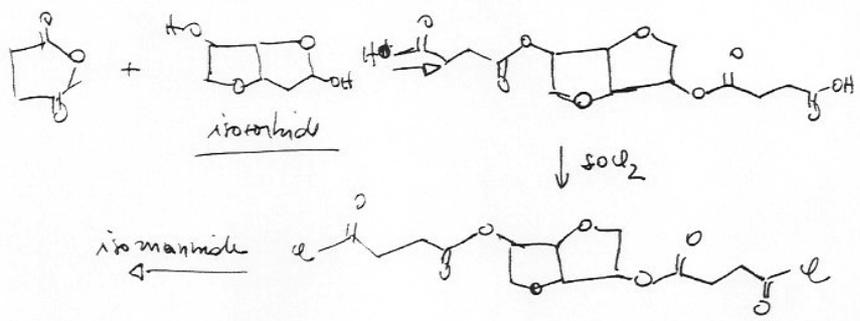
Alguns exemplos de experimentalistas anônimos....

Project: diacid / isosorbide ester \rightarrow polymer



1) succinic acid (chloride) and isosorbide

2) succinic acid anhydride and isosorbide



Início de um projeto.
Ideias

- 3) malonic acid (chloride) + isosorbide.
- 4) malonic acid-2,2-dimethyl (chloride) + isosorbide

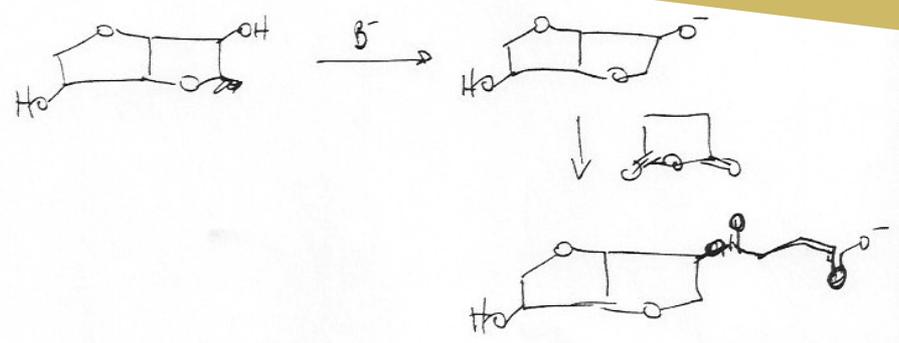
Questions:

how to make poly lactide stiffer?

Possible solution:

- 1) to produce oligomers of isosorbide and lactic acid and mixture to PLLA to rise Tg.
- 2) to make AB oligomer of isosorbide and co-polymerize with LA.
- 3) to add isosorbide into PLLA to rise crystallinity

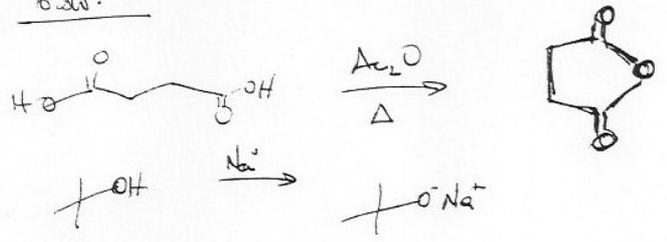
Trick idea:



A questão.

O "chute"

Bald:



59g of succinic anhydride (or acid) was refluxed over 100 ml acetic anhydride for 2hr (clear solution) then cooled to RT, then ice temperature, filtered over buckner funnel, washed with THF and dried on a desiccator under vacuum.

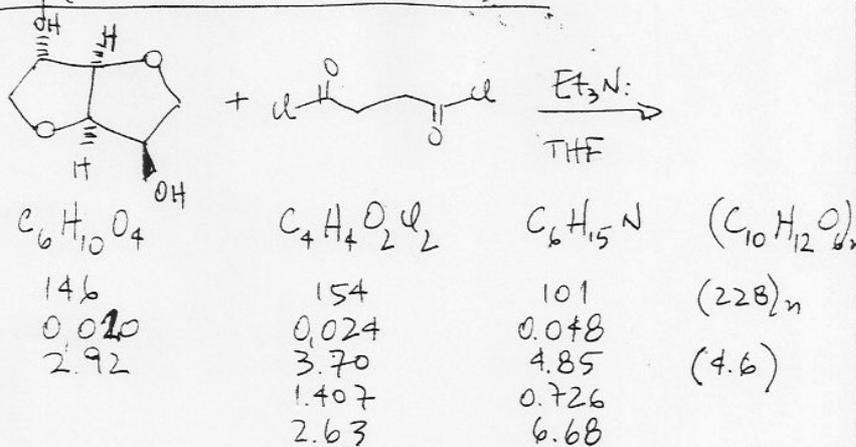
Tony's idea:

Mix 1 mol succinic acid + 1 mol isosorbide + 1 mole lactide + 0.5% tin II octoate, heat in melt under argon to 140°C, drive off the water, heat to 220°C apply vacuum, use spiner metal plate. see if it thickens

Crédito ao colaborador.

July 14th / 2004

Poly (isoxazolidine succinimide)



Nota típica sobre uma síntese.

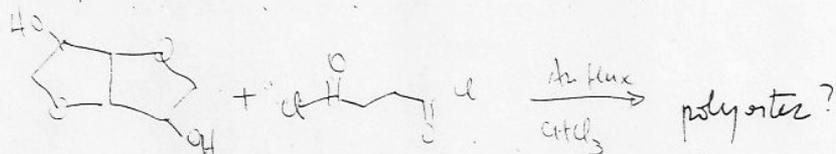
In a three necked round flask equipped with addition funnel, reflux condenser, heating mantle & stirrer (magnetic), 2.92 g of ISO was added with 300 ml of dry THF, then, 6.7 ml of TEA was added by means of a syringe. 2.63 ml of SCL was dissolved in 15 ml THF and was added dropwise over the solution over 2 hrs. The reaction was stirred overnight and completed upon 2 hrs reflux.

- Result: it totally blacked out → NO GOOD

Um mau resultado

July 30, 2004

Poly (inosorbide - succinic acid chloride)

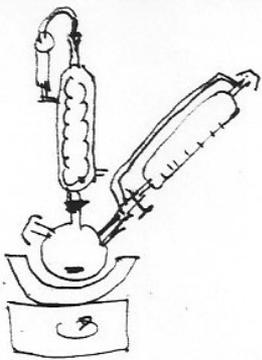


	$C_6H_{10}O_4$	$C_4H_4O_2Cl_2$	$NaHCO_3$
MW	146	157	84
moles	0.020	0.024	0.048
m(g)	2.92 g	3.70	4.2 g
d		1.407	
v (ml)		2.63 ml	

In a three necked round flask equipped with addition funnel, reflux condenser, an inlet, oil bath and magnetic stirrer, 2.92 g of inosorbide was added over 30 ml $CHCl_3$. ~~containing 4.2 g of $NaHCO_3$~~ . 2.63 ml of succinic chloride was added dropwise under the reaction at reflux with argon flux, over 3 hrs.

The reaction was poured in funnel and washed thoroughly with $NaHCO_3(aq)$ and $NaCl(aq)$. After the solvent was removed by rotavaporation the residue was much lower amount than expected. If polyester was formed this would be insoluble in methanol. Therefore, $NaOH$ was added and it was observed the decomposition of something with release of heat. The smell was of succinic acid.

Segunda tentativa.



it did not work!

1) succinic chloride + Et_3N : ? stable?
maybe $\rightarrow (\text{C}=\text{C}=\text{O})_2 \rightarrow$ polymer?

2) HCl + isosorbide ? stable?

3) isosorbide had 2% H_2O !

4) succinic acid is pretty dusty! 95% only.

Next attempt: change to CHCl_3 , drive off
 HCl with argon, use CHCl_3 under reflux!

A má notícia
continua.

OBRIGADO PELA ATENÇÃO