



DESENVOLVIMENTO DE UM RMN SENSOR UNILATERAL PARA APLICAÇÕES EM AGROPECUÁRIA

A.S. Carvalho¹, L.F. Cabeça², M.G. Carósio², L.A. Colnago³

(1) Instituto de Química de São Carlos, IQSC-USP, Avenida Trabalhador São-Carlense, 400, 13566-690, São Carlos, SP, scarvalho.andre@gmail.com

(2) Departamento de Química, UTFPR, Estrada dos Pioneiros, 3131 86036-370, Londrina, PR, lfcabeca@yahoo.com.br, m.gabiiii@gmail.com

(3) Embrapa Instrumentação, Rua XV de novembro, 1452, 13560-970, São Carlos, SP, luiz.colnago@embrapa.br

Resumo: A ressonância magnética nuclear é uma das mais importantes técnicas analíticas sendo aplicada desde a medicina, com o uso de imagens, até em análises em nível molecular. Neste trabalho construiu-se um sensor de RMN unilateral (RMNU), portátil, de baixo custo e baixa massa (cerca de 3Kg) que permite fazer análise de amostras de grande dimensões. O sensor foi construído com quatro blocos de Nd-Fe-B, com 5x5x3 cm, montados sobre placa de aço de baixo carbono. A sonda foi construída com uma bobina de superfície. Neste trabalho usou-se esse sensor para estudar o efeito da temperatura no tempo de relaxação transversal de sementes de macadâmia.

Palavras-chave: RMNU, RMN-DT, relaxação transversal, CPMG.

DEVELOPMENT OF A UNILATERAL NMR SENSOR FOR APPLICATIONS IN AGRICULTURE

Abstract: Nuclear magnetic resonance is one of the most important analytical techniques being applied from medicine, with the use of images, to analyzes of the molecular structures. This paper Shows the construction of a portable, low cost and low mass (about 3kg) unilateral NMR sensor (UNMR) to use in the analysis of large sample sizes. The sensor was built with four blocks of Nd-Fe-B, with 5x5x3 cm, mounted on low carbon steel plate. The probe was constructed with a surface coil. In this paper, the sensor was used to study the effect of temperature on the transverse relaxation time in Macadamia seed.

Keywords: Unilateral NMR, TD-NMR, transverse relaxation, CPMG.

1. Introdução

A ressonância magnética nuclear é uma das mais importantes técnicas analíticas, sendo aplicada desde a medicina, com o uso de imagens até em análises de estruturas químicas em nível molecular. Os equipamentos de RMN são normalmente classificados em tomógrafos e espectrômetros. Nas análises tomográficas, obtém-se uma imagem com a distribuição espacial de um ou mais analitos. Os espectrômetros podem ser divididos em espectrômetros de alta e baixa resolução. Nos espectrômetros as análises são realizadas através de parâmetros espectrais como área do sinal, deslocamento químico, acoplamento spin-spin, tempos de relaxação, entre outros parâmetros. Já nos aparelho de baixa resolução as análises são realizadas com a intensidade do sinal, tempos de relaxação e medidas de difusão.

Os aparelhos de baixa resolução podem ser subdivididos em aparelhos convencionais, onde as amostras são colocadas no interior dos ímãs e aparelhos de detecção remota, onde a amostra fica fora do ímã.

Dentre as diferentes geometrias de ímãs para RMN para detecção remota, a configuração unilateral (RMNU) vem sendo as mais usadas. Esses sensores foram desenvolvidos principalmente pelo grupo do professor Bernard Blumich e foi denominado de NMR-MOUSE (Mobile Universal Surface Explorer) (Eidmann et al., 1996; Blümich et al., 1998).

O presente trabalho teve como objetivo construir um sensor de RMNU baseado em quatro blocos de ímãs permanentes para avaliar o efeito da temperatura no tempo de relaxação transversal de sementes de macadâmia.

2. Materiais e Métodos

2.1. Equipamentos utilizado

A parte eletrônica do espectrômetro de RMN é composta por um console Apollo da Tecmag®, um amplificador AMT – 3200B-PL que foi desenvolvido pela Herley Medical Products e um pré-amplificador da Miteq®, modelo 1114 – SMA.

2.2 Magneto utilizado

O sensor de RMNU foi construído com 4 peças de ímãs permanentes de Nd-Fe-B de 5x5x3 cm e posicionados sobre uma chapa de ferro. A direção da polarização das peças está representada pela escala de cinza na figura 1 (a). Os magnetos de mesma polarização são separados por um gap de 2 mm, enquanto os de magnetização oposta, são separados por um gap de 14 mm, gerando um campo magnético de 0,57 T na superfície do sensor. No gap entre as peças com magnetização oposta é que está situada a bobina de RF de superfície, feita com 9 voltas com fio awg 24 (0,51 mm) e sintonizada em 24,15 MHz para núcleos de ^1H , representada na figura 1 (b).

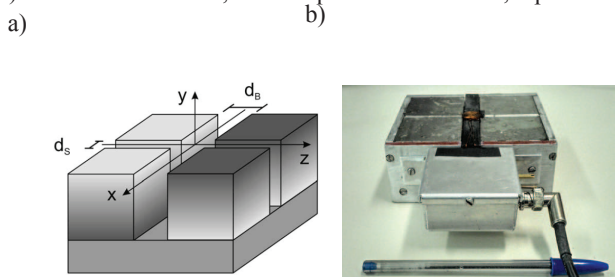


Figura 1. (a) Diagrama do sensor RMNU com 4 peças magnéticas. b) Foto do sensor RMNU com quatro ímãs, construído na Embrapa Instrumentação

Para mapear a variação da distância da amostra da bobina com a variação da frequência foi utilizada uma amostra de óleo de soja com uma altura de 1 mm por 10 mm de diâmetro. Para variação da altura da amostra foram adicionadas laminulas de vidro de espessura 0,3 mm. A intensidade do sinal foi medida com uma sequência de spin eco, representada a seguir: $[90^\circ_x - \tau - 180^\circ_y - \tau' - (\text{eco})]$. O pulso de 90° foi 1,5 μs e o de 180° de 3,0 μs . Os intervalos tempo de eco, representado por τ e τ' tem duração de 500 ms e 200 ms, respectivamente.

2.3. Amostras

As macadâmias utilizadas foram compradas no comércio local. Para fazer a variação de temperatura colocou-se as amostras e o sensor (ímãs e sonda) dentro de uma estufa com temperatura controlada e circulação de ar.

As análises dos tempos de relaxação transversal (T_2) das sementes foram feitas com a sequência CPMG com os seguintes parâmetros: pulsos de 90 graus de 1,5 μs , tempo de reciclagem de 0,5 s, 3500 ecos e 32 scans.

3. Resultados e Discussão

Para a calibração do pulso de 90 graus utilizou-se uma amostra de óleo vegetal e a sequência de eco de spin. Para calibração do pulso usou-se a razão sinal ruído (SNR) de acordo com a equação 1:

$$SNR = \frac{\text{Amplitude Sinal}}{\text{Amplitude média ruído}} \quad (1)$$

Na Figura 2 está o gráfico da variação da SNR em função do tempo de duração do pulso. Como pode-se ver o máximo ocorre entre 1,4 até 1,7 μs . Com isso usou-se um valor médio de 1,5 μs .

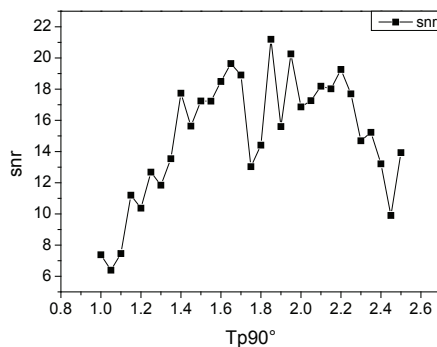


Figura 2. Experimento para calibração do pulso de 90 graus, usando o valor da SNR versus o tempo de duração do pulso em μs .

Na figura 3 a avaliação da variação da intensidade do eco em função da altura da amostra e da frequência de ressonância entre 23,5 até 24,4 MHz. O passo entre cada medida foi de 100 kHz.

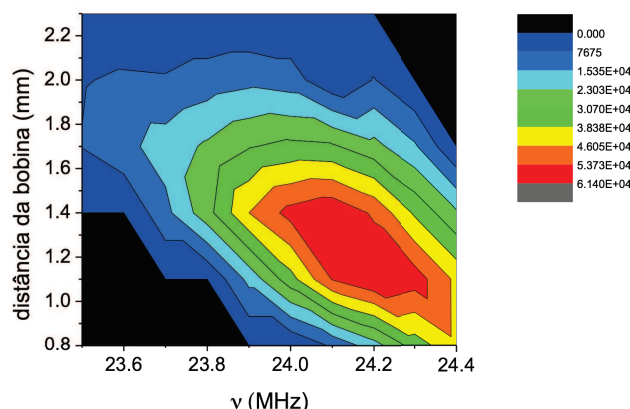


Figura 3. Mapa da variação da intensidade do sinal de RMNU em função da frequência e altura.

Analisando a figura 3 pode-se ver que a região com maior intensidade de sinal acontece entre 1 e 1,5 mm acima da bobina de detecção, com frequências central em torno de 24,2 MHz.

Depois dessas determinações avaliou-se o uso desse sensor para estudar o efeito da variação da temperatura no tempo de relaxação transversal (T_2), usando a sequência CPMG.

Na figura 4 está a curva de calibração ($r=0,997$) para relação entre o tempo de relaxação T_2 e a temperatura da macadâmia entre 30 até 60°C. Como pode se observar o T_2 aumenta com o aumento da temperatura. Isso porque o T_2 tem correlação inversa com a viscosidade do óleo que diminui com o aumento da temperatura.

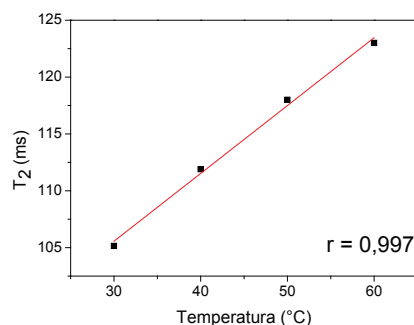


Figura 4. Curva de calibração entre a temperatura da semente e o tempo de relaxação T_2 .

Com uma curva de calibração e a portabilidade do sensor de RMN unilateral, é possível realizar essas medidas no campo e dentro do solo e a partir do valor de T_2 saber a que temperatura se encontra a semente. Pois é sabido que o aumento da temperatura dos solos inviabiliza a germinação de sementes de várias culturas comerciais, bem como reduzir o vigor das plântulas. Acima de 40°C, na região de plantio das sementes impossibilitam a germinação de quase todas as plantas de interesse comercial (EMBRAPA, 2008; Lal, 1974).

4. Conclusões

O sensor de RMNU desenvolvido apresentou alta portabilidade (~ 3kg) e não tem restrições de tamanho da amostra, o que faz dele uma importante ferramenta analítica, podendo ser levado a campo para realizar medidas *in situ*.

Referências

- J. PERLO, J.; CASANOVA, F.; BLUMICH, B. Profiles with microscopic resolution by single-sided NMR, J. Magn. Reson. 176 (2005) 64–70.
- EMPRESA BRASILEIRA DE PESQUISA AGROPECUÁRIA (EMBRAPA). Aquecimento global e a nova geografia da produção agrícola no Brasil. Brasília, 2008. 84p.
- LAL, R. Effects of constant and fluctuating soil temperature on growth, development and nutrient uptake of maize seedlings. Plant and Soil, v. 40, n. 3, p. 589–606, 1974.

EIDMANN, G.; SAVELSBERG, R.; BLÜMLER, P.; BLÜMICH, B. *J. Magn. Reson. A*, 1996, *122*, 104-109.

EIDMANN, G.; SAVELSBERG, R.; BLUMER, P.; BLUMICH, B. *J. Magn. Reson. A*, 1996, *122*, 104-109.

BLUMICH, B.; BLUMLER, P.; EIDMANN, G.; GUTHAUSEN, A.; HAKEN, R.; SCHIMITZ, U.; SAITO, K.;

ZIMMER, G. *Magn. Reson. Imaging*, 1998, *16*, 479-484.