



MELHORIA DA RELAÇÃO SINAL-RUÍDO DE SONDA RMN POR MEIO DE ACOPLAMENTO INDUTIVO

R.P. Micena¹, M.M.P. Miranda¹, L.A. Forato², R. Bernardes-Filho², L.A. Colnago²

(1) EESC-USP, Av. Trabalhadores São-Carlense, 400, São Carlos, SP, raulpmicena@gmail.com, messiasmpm@usp.br

(2) Embrapa Instrumentação, Rua Quinze de Novembro, 1452, São Carlos, SP, lucimara@embrapa.br, rubens.bernardes@embrapa.br, luiz.colnago@embrapa.br

Resumo: Amostras pequenas em sondas de RMN geram sinais com baixa relação S/R, os quais podem ser melhorados por meio do aumento do fator de preenchimento, empregando-se uma bobina auxiliar, de volume semelhante à amostra, acoplada indutivamente à sonda. Devido ao aumento de sensibilidade obtido, conseguiu-se um ganho considerável na relação sinal ruído, o que se mostra bastante útil, ao possibilitar que o tempo de análise da amostra seja diminuído por um fator proporcional ao quadrado do ganho atingido.

Palavras-chave: sonda RMN, RMN baixo campo, acoplamento indutivo, relação sinal ruído, sensibilidade.

IMPROVEMENT OF THE SIGNAL-TO-NOISE RATE OF A NMR PROBE BY INDUCTIVE COUPLING

Abstract: Small samples in NMR probes generates signals with low S/N ratio, which can be improved by increasing of the filling factor, using an auxiliary coil, similar to the sample volume and inductively coupled to the probe. Due to the increase of sensitivity, it was achieved a considerable gain in signal-to-noise ratio, which proves quite useful making the sample analysis time reduced by a factor proportional to the square of the gain achieved.

Keywords: NMR probe, low-field NMR, inductive coupling, signal-to-noise-ratio, sensitivity.

1. Introdução

A Ressonância Magnética Nuclear (RMN) é uma técnica espectroscópica amplamente empregada para análise de diversos produtos agropecuários. Em alguns casos, em que a sonda RMN é operada com amostras de volume pequeno em relação à sonda, a relação sinal ruído (S/R) é degradada, se comparada com uma sonda totalmente preenchida, tornando-se necessários aumentos nos tempos de aquisição do sinal para se conseguir uma S/R (Marconcini 2010, Colnago 2007).

As sondas de RMN são fabricadas com volumes específicos e são otimizadas para um volume também específico de amostras. Ocorre que, em geral, é onerosa a aquisição de sondas de diversos volumes de acordo com cada tipo de amostra, tornando-se necessária uma solução para o caso de análise em amostras de pequeno volume em relação à sonda. Desta forma, busca-se neste trabalho implementar um circuito auxiliar, de menor tamanho, que possibilite análises de RMN com melhor reação S/R para amostras pequenas de diversos produtos agropecuários, tais como sementes, pequenas frutas, ampolas de óleo ou outros conteúdos, de acordo com o interesse da análise.

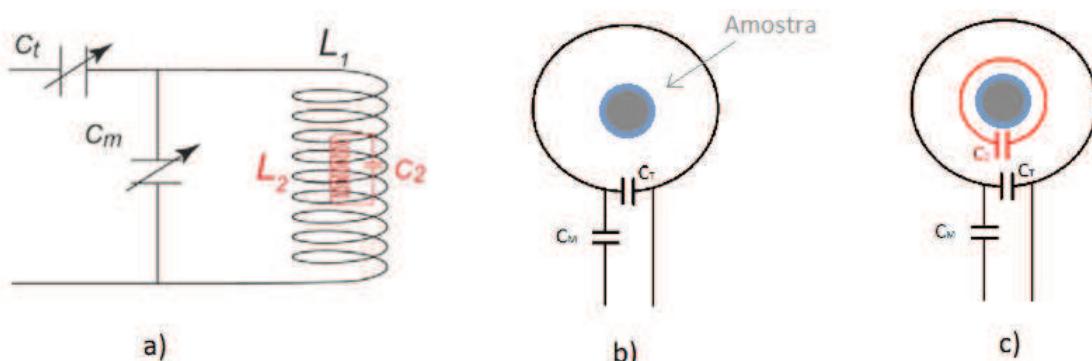


Figura 1. a) Diagrama do circuito da sonda com o circuito de bobina auxiliar acoplada b) Diagrama indicando o tamanho da amostra em relação à sonda. c) Melhoria do fator de preenchimento com uso de bobina auxiliar acoplada.

Com base em trabalhos já realizados por Raad e Darrasse (1991) e Jacquinot e Sakellariou (2011) foi desenvolvida uma solução que consiste no acoplamento de uma bobina auxiliar, alojada no interior da sonda RMN, sem ligação por fios.

No presente trabalho, foi estudado o efeito na relação S/R da utilização da bobina auxiliar acoplada indutivamente à sonda. Para efeito de comparação, foi utilizada uma mesma amostra em ambas as situações, com e sem o circuito auxiliar, analisando-se também o comportamento da relação S/R com a variação do número de varreduras.

A relação S/R em um experimento de RMN pode ser descrita pela equação (1).

$$S/R \approx N\gamma \left(\frac{B_0}{T}\right)^{\frac{3}{2}} \left(\frac{QV_a}{\Delta V}\right)^{\frac{1}{2}} \frac{\xi}{f} \quad (1)$$

onde N é a concentração de nuclídeos por unidade de volume, T é a temperatura, Q é o fator de qualidade da sonda, V_a é o volume da amostra, ΔV é o tamanho da janela espectral, f é o fator de figura do amplificador e ξ é o fator de preenchimento da bobina, definido pela relação entre o volume da amostra e o volume interno da bobina.

Conforme exemplificado na figura 1, uma bobina menor instalada no interior da sonda maximiza o fator de preenchimento e, conforme a equação (1) incrementa proporcionalmente a relação S/R.

2. Materiais e Métodos

Para este estudo, foi utilizado um ímã permanente de 0,282 T (12 MHz para ^1H) modelo SLK-1700C, da fabricante SpinLockMagneticResonanceSolution e a sonda disponível no laboratório, de 110 mL de volume interno, sintonizada na frequência de 12 MHz, assistidos pelo software NT NMR.

A construção da bobina auxiliar, composta por um circuito ressonante LC com um indutor cilíndrico de 25,5 mm de diâmetro em paralelo a um capacitor, demandou o uso de osciloscópio e gerador de onda senoidal para a medição da frequência de ressonância do circuito. Uma vez construído, o circuito auxiliar foi testado utilizando uma ampola de óleo de soja de 6 mL como amostra, sendo esta posicionada no interior da bobina auxiliar, colocada no centro da sonda, sintonizada em $50\ \Omega$ por meio de aparelho varredor de radiofrequência da marca Morris Instruments Inc. Foram executadas diversas leituras por meio de aquisição de um único eco sobre a amostra, em diferentes condições de frequência e sequência de pulso, nas quais foi calculada a melhor relação sinal ruído do sinal resultante da sobreposição dos ecos simples.

Outro fator analisado neste trabalho foi o efeito na razão S/R do número de varreduras efetuados (n). À medida que este número para uma mesma amostra é aumentado, o sinal obtido é igual para cada uma das medições, ao passo que o ruído é aleatório e irregular. Por conseguinte, a soma de sinal aumenta linearmente com o número de medições enquanto que o ruído aumenta com a raiz quadrada do número de medições. Assim, a razão S/R aumenta com a raiz quadrada do número de medições.

Diferentes medições podem ter suas razões S/R e números de varreduras relacionados da seguinte forma:

$$\frac{(S/R)_1}{(S/R)_2} = \frac{\sqrt{n_1}}{\sqrt{n_2}} \quad (2)$$

Foram realizados testes, com e sem a bobina auxiliar, variando o número de varreduras de 5 a até 60, comparando os resultados segundo a relação dada pela expressão (2).

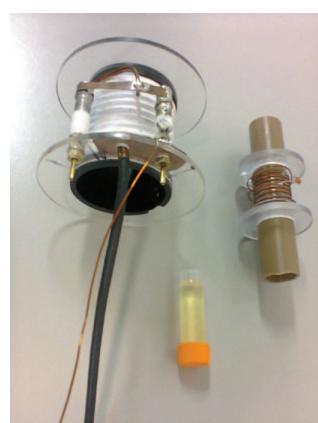


Figura 2. Da esquerda para a direita: A sonda RMN, a amostra de 6 mL de óleo e a bobina auxiliar construída.

3. Resultados e Discussão

A figura 2 mostra a intensidade do sinal em relação ao tempo, obtidos com e sem a utilização da bobina auxiliar acoplada, para um número de 25 varreduras. O ganho em razão S/R produzido pela nova bobina foi de aproximadamente 4 vezes para os valores de varreduras (n) realizados em diferentes ensaios, conforme pode ser visualizado na tabela 1.

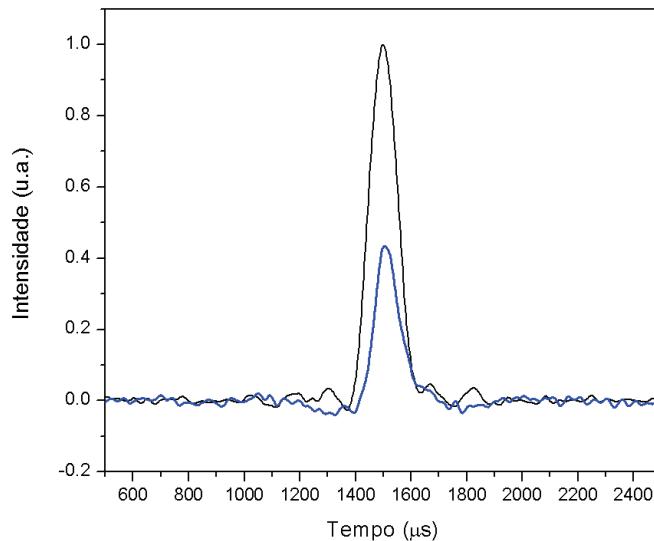


Figura 3. Gráfico da intensidade do sinal de eco pelo tempo com a utilização da sonda acoplada à bobina. Em azul, o sinal obtido sem a bobina acoplada, em preto, com a utilização da bobina.

Tabela 1. Relação sinal ruído com e sem a bobina auxiliar, em função do número de varreduras (n)

Com bobina auxiliar		Sem bobina auxiliar	
n	S/R	n	S/R
5	47	5	10,7
10	76,5	10	13,4
25	80,2	25	23,9
50	118	50	30
100	156	100	46,2

De acordo com a relação dada pela expressão (2), podemos inferir que, para o ganho de 4 vezes na relação S/R obtido neste trabalho, a utilização da bobina auxiliar permite uma redução de

16 vezes o número de varreduras, impactando significativamente no tempo de análise da amostra, tornando mais rápida análise quantitativa de amostras de pequeno volume.

Com estes resultados, reforça-se a eficácia de uma técnica simples e econômica de se obter melhorias na relação S/R em análises de RMN em amostras de pequeno volume em relação à sonda.

4. Conclusões

A utilização de um circuito acoplado à sonda RMN produz aumentos significativos na relação S/R das leituras, por meio do ganho em sensibilidade decorrente da otimização do fator de preenchimento. Desta forma, os tempos de medida são diminuídos em cerca de 16 vezes, tornando mais rápidas as análises de RMN.

Ao se somar a trabalhos já realizados, os resultados aqui alcançados vêm a reforçar a validade da técnica, que tem se mostrado eficaz e de baixo custo.

Agradecimentos

À EMBRAPA Instrumentação, pelo suporte técnico e pela bolsa oferecida.

Referências

- JACQUINOT,J-F; SAKELLARIOU D. NMR Signal Detection using Inductive Coupling: Applications to Rotating Micro-coils. 2011
- KUHNS, P. L; LIZAK, M. J.; LEE, S. H.; CONRADI, M. S.; Inductive Coupling and Tuning in NMR Probes; Applications. *Journal of Magnetic Resonance* 78, 69-76. 1988.
- MARCONCINI, L. V.; COLNAGO, L. A. Análise quantitativa de pequenas amostras por RMN em baixa resolução usando bobinas acopladas indutivamente. In: JORNADA BRASILEIRA DE RESSONÂNCIA MAGNÉTICA. 2010;
- PAPOTI, D. Desenvolvimento de bobinas de RF transmissoras e receptoras do tipo phasedarrays para experimentos de imagens por ressonância magnética em ratos. Tese (Doutorado) – Instituto de Física de São Carlos. 2011
- RAAD, A; DARRASSE, L. Optimization of NMR receiver bandwidth by inductive coupling. Université de PARIS-SUD. 1992.