

X JORNADA BRASILEIRA DE RESSONÂNCIA MAGNÉTICA MINI-CURSO EM RMN

Comemoração dos 20 Anos da AUREMN

LIVRO DE RESUMOS E PROGRAMA



04 A 08 DE AGOSTO DE 2008
UFF, NITERÓI, RJ, BRASIL

COMISSÃO ORGANIZADORA

José Daniel Figueroa Villar (IME/RJ)
Kátia Zaccur Leal (UFF/RJ)
Luzineide Wanderley Tinoco (UFRJ)
Rodrigo Bagueira de Vasconcellos Azeredo (UFF)
Rosane Aguiar da Silva San Gil (UFRJ)
Sonia Maria Cabral de Menezes (PETROBRAS)

COMISSÃO CIENTÍFICA

José Daniel Figueroa Villar (IME/RJ), *Coordenador*
Luzineide Wanderley Tinoco (UFRJ), *Assistente da Coordenação*
Claudio Francisco Tormena (UNICAMP)
Ernani A. Basso (UEM)
Fernando Hallwass (UFPE)
José Dias de Souza Filho (UFMG)
Kátia Zaccur Leal (UFF/RJ)
Luiz Alberto Colnago (EMBRAPA/SP)
Maria Cecília Bastos V. Souza (UFF/RJ)
Peter R. Seidl (UFRJ)

DIRETORIA DA AUREMN

José Daniel Figueroa Villar (IME) figueroa@ime.eb.br
Presidente

Sonia Maria Cabral de Menezes (PETROBRAS) soniac@petrobras.com.br
Vice-Presidente

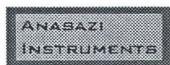
Luzineide Wanderley Tinoco (UFRJ) lwtinoco@nppn.ufrj.br
Secretária

Rosane Aguiar da Silva San Gil (UFRJ) rsangil@iq.ufrj.br
Tesoureira

SECRETARIA DE EVENTOS

Sandra Mello sandramello@globo.com

AGRADECIMENTOS



www.auremn.org.br

DESENVOLVIMENTO DE METODOLOGIAS DE RMN *ON-LINE* DE BAIXA POTÊNCIA PARA ANÁLISE DA QUALIDADE DO ÓLEO EM SEMENTES INTACTAS

*Fabiana Diuk de Andrade, ¹Luiz Alberto Colnago
*Instituto de Química de São Carlos – USP, fabiana@iqsc.usp.br
¹Embrapa Instrumentação Agropecuária

Keywords: CPMG; oilseeds; ¹H NMR

A espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear (RMN) em baixa resolução é empregada como um importante método de análise quantitativa de um dos componentes de uma amostra heterogênea.

Os avanços dos métodos computacionais e quimiométricos permitiram a utilização dos espectros de RMN no domínio do tempo, em análises qualitativas e quantitativas de mais de um componente na mesma amostra. Essas análises são baseadas principalmente nas diferenças entre T_2 dos vários componentes.

Devido à não homogeneidade de campo B_0 , existem muitas dificuldades experimentais para medir T_2 . Muitas técnicas foram propostas para medidas de relaxação transversal independente da homogeneidade de campo. Porém, a mais empregada na avaliação da qualidade de alimentos e petróleo, é a técnica CPMG, com uma das principais vantagens de não acumular erros de calibração dos pulsos de 180° .

Além do uso de medidas estáticas utilizando-se a seqüência CPMG, recentemente desenvolveu-se um sistema automático e rápido (*on-line*) de RMN em baixa resolução para análises qualitativas em sementes. A amostra deve ficar imóvel apenas durante a análise, ou seja, por aproximadamente 1 segundo (*stop and flow*), podendo assim medir a qualidade do óleo em mais de 1000 sementes por hora. O decaimento exponencial T_2 medido com a seqüência CPMG é inversamente proporcional à viscosidade do óleo nas sementes, que por sua vez está diretamente relacionado aos teores e tipos de ácidos graxos, número de cetano e índice de iodo. Essas características permitiram a aplicação da técnica CPMG para medida da qualidade de óleo em sementes intactas para uso na produção de biodiesel.

Apesar do grande potencial da técnica CPMG, quando aplicado *on-line* e por longo período, causam uma sobrecarga no equipamento, acarretando uma menor durabilidade nos componentes, e ainda, levar a um aquecimento indesejável na semente. O aquecimento, além de reduzir o poder germinativo da mesma, também pode induzir resultados errôneos, uma vez que a viscosidade varia exponencialmente com a temperatura.

Assim, desenvolveu-se neste trabalho uma técnica de medida do tempo de relaxação T_2 , similar ao CPMG, porém utilizando somente pulsos de 90° e apenas $\frac{1}{4}$ da potência da técnica CPMG convencional, que se denominou CPMG₉₀, utilizando frutas e sementes oleaginosas.

A Figura 1 apresenta os decaimentos dos sinais da linhaça, amendoim e baru, obtidos com as duas técnicas para demonstrar a similaridade dos dados.

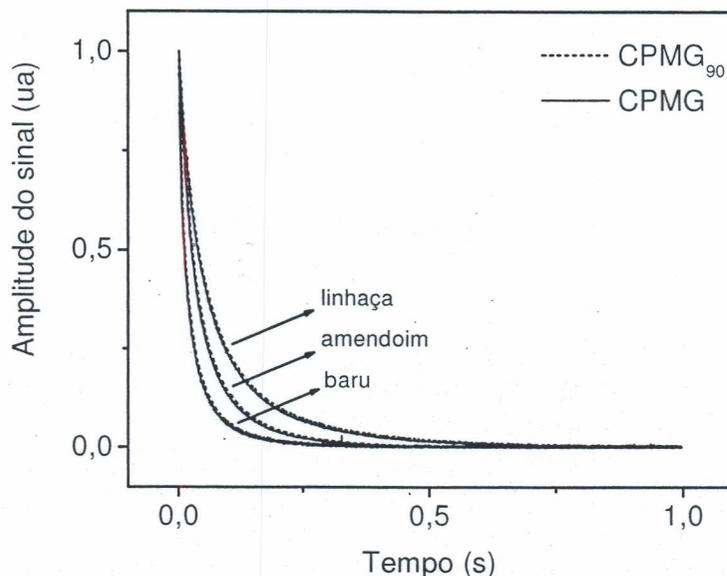


Figura 1. Curvas de decaimento do sinal de RMN obtidos com a seqüência CPMG convencional e CPMG₉₀, das sementes de linhaça, amendoim e baru.

Como o ângulo de excitação dos spins nucleares pode ser ajustado tanto pela intensidade do campo magnético oscilante B_1 , quanto pelo tempo de duração do pulso T_p , esse último é limitado pela banda espectral (δf) a ser analisada e deve ser bem menor do que $\frac{1}{4}$ dessa banda. Assim, na seqüência CPMG, o valor máximo de T_p é limitado pelo tempo de duração do pulso de 180° , uma vez que a largura do pulso de 90° é metade desse valor e conseqüentemente tem o dobro da banda de irradiação. Uma maneira eficiente de reduzir a potência consiste em utilizar a largura dos pulsos de 90° com a mesma duração dos pulsos de 180° . Para isso reduz se pela metade a intensidade de B_1 , que depende apenas da raiz quadrada da potência, ou seja, $B_1 \sim P^{1/2}$, obtendo-se uma redução de 75% da potência incidida na amostra.

Portanto, a técnica CPMG₉₀ tem desempenho idêntico à CPMG, podendo ser utilizada para a análise *on-line* da qualidade de óleo de sementes para produção de biodiesel. Ainda, com a vantagem de utilizar apenas 25% da potência da técnica convencional, aumentando a durabilidade do espectrômetro e evitando o aquecimento da amostra.

Referência:

1. Prestes, R.A.; Colnago, L.A.; Forato, L.A.; Vizzotto, L.; Novotny, E.H.; Carrilho E. *Analytica Chimica Acta*. **2007**, *596*, 325-329.

FAPESP, EMBRAPA Instrumentação Agropecuária