

## ESPECTROSCOPIA DE CORRELAÇÃO 2D HETEROESPECTRAL (RMN x NIR) NO ESTUDO DE BATATAS

Rodrigo Martins Ribeiro<sup>a</sup>, Thaís da Silva Echebarrena Sampaio<sup>a</sup>, Eduardo da  
Costa Faria<sup>a</sup>, Etelvino Henrique Novotny<sup>b</sup>,

Rodrigo Bagueira de Vasconcellos Azeredo<sup>a \*</sup>

<sup>a</sup>Depto. de Química Orgânica, Instituto de Química, Universidade Federal Fluminense, <sup>b</sup>Embrapa  
Solos, [rbagueira@vm.uff.br](mailto:rbagueira@vm.uff.br)

*Keywords* nir; two-dimensional correlation spectroscopy; relaxometry

A RMN de baixo campo, em particular a relaxometria de  $^1\text{H}$ , vem se consolidando como uma ferramenta extremamente útil na ciência de alimentos, principalmente devido sua capacidade em diferenciar tipos de água presentes na matriz (ligada ou livre, intra ou extracelular etc). Entretanto, a interpretação inequívoca dos resultados de relaxação não é uma tarefa trivial, pois se trata de uma técnica de baixa resolução aplicada a uma matriz geralmente complexa.

A espectroscopia de correlação 2D heteroespectral é uma técnica de correlação simples, que visa acessar informações não visualizadas facilmente nos espectros unidimensionais. A correlação 2D consiste na associação matemática (correlação) das intensidades dos sinais de duas técnicas (espectroscópicas, cromatográficas, térmicas etc) aplicadas ao mesmo conjunto de amostras. Dessa forma, a interpretação de espectros e sistemas complexos é facilitada pela melhora da resolução espectral e a identificação das interações inter e intramoleculares através da correlação dos dados obtidos pelas mais diversas técnicas.<sup>1</sup>

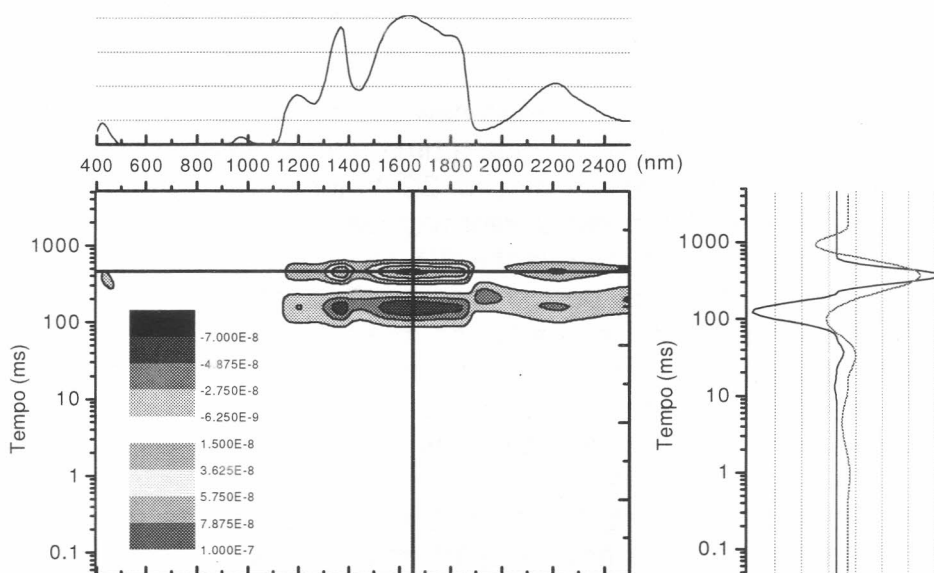
O objetivo desse trabalho é avaliar a utilização da espectroscopia de correlação bidimensional para ampliar a interpretabilidade dos resultados obtidos por RMN e NIR.

A base de dados utilizadas nesse trabalho foi disponibilizada *online* por Thybo et al. (2000)<sup>2</sup> (<http://www.models.kvl.dk/research/data/>). Utilizou-se curvas de relaxação  $T_2$  obtidas por CPMG e espectros de NIR de 26 amostras de batatas orgânicas e convencionais. As medidas de relaxação  $T_2$  foram obtidas no equipamento MARAN de 0,7 T (Oxford Instruments) a 35 °C. Foram adquiridos 8192 ecos, empregando um tempo de refocalização de 100  $\mu\text{s}$  e tempo de repetição de 8 s. O espectros de NIR (400-2498 nm, compactados de 1050 para 263 pontos) foram adquiridos num equipamento Nir Systems Inc. 6500. Os espectros de relaxação  $T_2$  foram obtidos através da aplicação da Transformada Inversa de Laplace aos decaimentos de CPMG, obtendo-se um espectro de 128 pontos distribuídos entre 0,1 ms e 10000 ms, esse processamento foi executado no programa 2D Laplace Inversion ver.2 (Magritek). A matriz de dados resultante foi processada no programa 2DShige ver.1.3.

A água livre (não participante de ligações de H) encontra-se em três diferentes domínios, sendo que nas batatas convencionais, esses domínios apresentaram  $T_2$  maiores quando comparadas às batatas orgânicas.<sup>3</sup> Essa foi uma das principais fontes de variação dos dados e essa variabilidade

correlacionou-se com algumas bandas específicas dos espectros de NIR. Essas bandas podem ser atribuídas à água livre (960, 1185, 1800 nm) e a carboidratos (1361, 1633, 1730, 2210 nm). Essa correlação, dentro de cada domínio, foi positiva para os tempos mais longos e negativa para os mais curtos (Figura). Indicando que com o aumento do amido há um aumento do tempo de relaxação da água nos três domínios. Adicionalmente, esses aumentos, no conteúdo de amido e no tempo de relaxação, são acompanhados de um aumento da banda em 467 nm, atribuído à carotenóides.<sup>2</sup>

O vale observado nos espectros de correlação a 1450 nm, região atribuída à água em ligações de H, se justifica pela restrição da mobilidade dessa água, resultando em um  $T_2$  extremamente curto e assim não detectável com as condições experimentais empregadas.



**Figura** - Espectro de correlação 2D heteroespectral (NIR-Relaxometria). No traço do espectro de  $T_2$  (à direita) acrescentou-se os carregamentos da Componente Principal (em vermelho) extraída dos dados de relaxometria para ilustrar a concordância entre a variabilidade observada nesses dados e a correlação entre as técnicas.

## Referências:

1. Pereira, C. F.; Pasquini, C.; *Quim. Nova*, **2006**, 29, 143-148.
2. Thybo, A. K.; Bechmann, I. E.; Martens, M.; Engelsen, S. B.; *Lebensm.-Wiss. u.-Technol.* **2000**, 33, 103-111.
3. Pessoa, J. C.; Feitosa, L. R.; Novotny, E. H.; Azeredo, R. B. V.; In: X Jornada Brasileira de Ressonância Magnética *Anais...* **2008**, (submetido).

**FAPERJ, CAPES**