

# 15° Encontro Nacional de Química Analítica

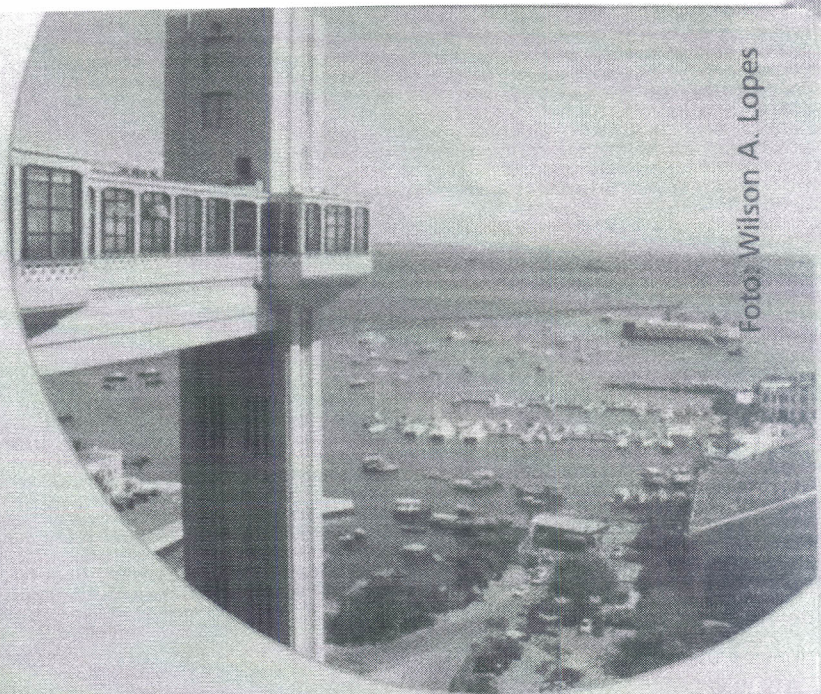
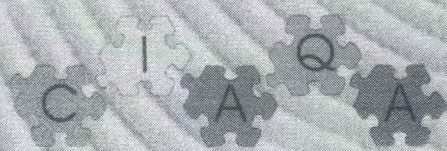


Foto: Wilson A. Lopes



# 3° Congresso Iberoamericano de Química Analítica

**Química Analítica:  
A Convergência da Química**  
18 a 21 de outubro de 2009

Bahia Othon Palace Hotel  
Salvador, Bahia, Brasil

[www.enqa2009.qui.ufba.br](http://www.enqa2009.qui.ufba.br)



Palavras Chave: RMN <sup>13</sup>C, SSFP, Alta resolução

## Introdução

A RMN de <sup>13</sup>C com detecção direta ainda é muito utilizada para a determinação de estruturas de compostos orgânicos sintéticos e naturais. No entanto, devido à baixa abundância natural do <sup>13</sup>C (1.1%) e baixa constante magnetogirica,  $\gamma$ , para se obter um espectro com boa razão sinal-ruído (s/r) os sinais precisam ser promediados por até milhares de vezes. Como o tempo de relaxação longitudinal,  $T_1$ , para este núcleo é muito elevado, o tempo total de análise pode demorar horas ou até dias.

Com o objetivo de tornar as análises de RMN <sup>13</sup>C mais rápidas, Carr<sup>1</sup> desenvolveu a seqüência de Precessão Livre no Estado Estacionário (SSFP). Nesta seqüência, os pulsos são separados por um tempo,  $T_p$ , menor que o tempo de relaxação transversal,  $T_2$ . Braun et. al.<sup>2</sup> também propuseram uma seqüência rápida para detecção de <sup>13</sup>C. Esta seqüência baseia-se na aplicação de pulsos de 30° separados por um  $T_p$  de 1,380 s. Neste trabalho, esta seqüência foi denominada de padrão.

Neste contexto, o objetivo deste trabalho foi avaliar o potencial da seqüência de SSFP para aquisição rápida de espectros de RMN de <sup>13</sup>C de alta resolução.

## Resultados e Discussão

As análises de RMN <sup>13</sup>C foram realizadas em um espectrômetro Varian Inova de 9,4 T (400 MHz para o núcleo de <sup>1</sup>H e 100,5 MHz para o núcleo de <sup>13</sup>C). Primeiramente, avaliou-se o potencial da seqüência padrão para aquisição rápida de espectros de RMN <sup>13</sup>C. Através de valores de  $T_1$  e  $T_2$ , obtidos pelas seqüências de Inversão-Recuperação e CMPG, para alguns núcleos de <sup>13</sup>C, verificou-se que o valor de  $T_p$  aplicado na seqüência padrão é inferior aos valores de  $T_2$  destes núcleos. Neste caso, conclui-se que a seqüência padrão encontra-se no regime de SSFP e que seus espectros também apresentam anomalias de intensidade. No entanto, nesta seqüência, a componente eco é suprimida devido a realização da ciclagem de fase dos pulsos, a baixa s/r nos espectros de RMN de <sup>13</sup>C; a aplicação de uma função de apodização (exponencial, Gaussiana, etc) e a aquisição do sinal até 0,9 s.

15º Encontro Nacional de Química Analítica e 3º Congresso Iberoamericano de Química Analítica.

Após verificado que a seqüência padrão encontra-se no regime de SSFP, para obter um ganho ainda maior na s/r, reduziu-se o valor de  $T_p$  para 300 ms. Os resultados obtidos com a amostra brucina, através da aplicação de um  $T_p$  de 1,380 s e 300 ms podem ser visualizados na Figura 1A e 1B, respectivamente. Por estes resultados observa-se que o espectro obtido através da aplicação de um  $T_p = 300$  ms apresentou um ganho de 5 vezes na razão s/r, para o mesmo tempo de análise, quando comparado quando o espectro obtido com um  $T_p = 1,380$  s.

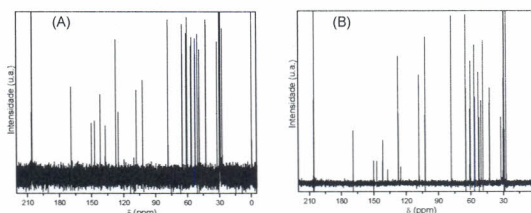


Figura 1. Espectros de RMN <sup>13</sup>C da amostras de brucina obtido através da aplicação de um  $T_p$  de (A) 1,380 s e (B) 300 ms.

Para melhorar ainda mais o ganho na razão s/r, espectros de RMN <sup>13</sup>C foram obtidos com a seqüência SSFP através da aplicação de um  $T_p = 100$  ms. Nesta condição, obteve-se um ganho de 7 vezes quando comparado com o  $T_p = 1,380$  s. No entanto, os espectros apresentam anomalias de fase. Assim, uma das formas de apresentar o espectro é através do modo magnitude.

## Conclusões

Através destes resultados demonstrou-se que a seqüência padrão está no regime de SSFP e que seus espectros também apresentam anomalia de intensidades. Verificou-se também um ganho de até 7 vezes da SSFP quando comparado com a seqüência padrão.

## Agradecimentos

FAPESP

<sup>1</sup>Carr, H.Y. *Phys. Rev.* **1958**, *112*, 1693.

<sup>2</sup>Braun, S.; Kalinowski, O.H. Berger, S. *150 and More Basic NMR Experiments*. Weinheim: VCH, 1996.