

XI

**JORNADA BRASILEIRA
DE RESSONÂNCIA MAGNÉTICA
MINI-CURSOS EM RMN**

Programa



www.auremn.org.br

**04 a 06 de agosto de 2010
Curitiba, PR, Brasil**



TR52

ANÁLISE QUANTITATIVA DE PEQUENAS AMOSTRAS POR RMN EM BAIXA RESOLUÇÃO USANDO BOBINAS ACOPLADAS INDUTIVAMENTE

Lucinéia Vizzotto Marconcini*, Luiz Alberto Colnago
Embrapa Instrumentação Agropecuária lu_vizzotto@yahoo.com.br

Keywords: *LR-NMR; oilseeds; inductively coupled coil*

A espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear em baixa resolução (LR-NMR) é amplamente utilizada para a análise quantitativa e o controle de qualidade de produtos industriais. Como normalmente emprega ímãs de baixo campo ($B_0 < 1$ T) a LR-NMR necessita de amostras com volumes grandes (até 150 mL) para que se obtenha uma boa razão sinal ruído (S/R) em um espaço de tempo curto. No entanto, em alguns casos as amostras são muito pequenas (< 1 mL), o que requer o uso de sondas com bobinas menores para que se tenha o máximo fator de preenchimento (ζ) e conseqüentemente a máxima razão S/R.

Como as sondas representam um investimento alto em relação ao equipamento, a maioria dos fabricantes oferece sondas somente com alguns volumes específicos. Entretanto, em algumas aplicações, como na análise do teor de óleo em sementes, há uma grande variedade de volume de amostra, o que necessitaria de um grande número de sondas para que se tivesse a máxima S/R para cada caso. Para reduzir o custo, algumas empresas têm usado bobinas pequenas que são acopladas indutivamente como bobina da sonda. Com isso pode-se obter o máximo de fator de preenchimento para cada amostra, com um custo dezenas de vezes menor do que se usa-se uma dedicada.

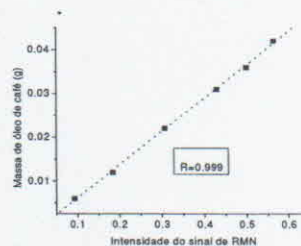
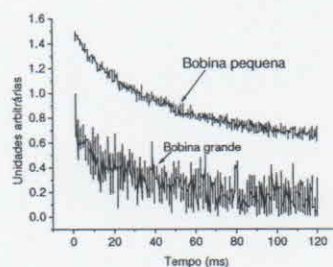
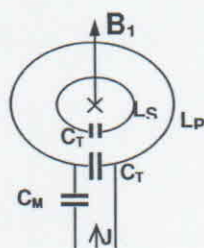
Na figura 1a está representada a configuração eletrônica de uma sonda com duas bobinas acopladas indutivamente. Como a relação S/R para um ponto X é proporcional a campo B_1 dividido pela corrente (A) aplicada, $(S(X)/R \sim B_1(X)/A)$, pode-se inferir que o ganho de S/N será muito maior para a bobina pequena, uma vez que é inversamente proporcional ao volume da bobina, para uma mesma potencia aplicada.

No presente trabalho avaliamos a análise quantitativa do teor de óleo em sementes pequenas utilizando uma sonda acoplada indutivamente. A sonda utilizada foi desenvolvida pela empresa SpinLock Magnetic Resonance Solution para a análise da qualidade de óleo em sementes individuais.

As medidas de LR-NMR foram realizadas em um espectrômetro de bancada modelo SLK 100 (Spinlock Magnetic Resonance Solution, Córdoba, Argentina) com um ímã permanente de 0,23 T (9 MHz para ^1H), e o software Condor IDE, com uma sonda de 13 mm x 30 mm acoplada indutivamente a uma sonda de 40 mm x 30 mm de área útil. Utilizou-se a intensidade do primeiro eco da seqüência de pulso CPMG, obtido com com P90 e P180 de



12,2 e 23,4 μ s, respectivamente, $\tau=0,6$ ms, $AT=10,6$ μ s, $DW= 0,2$ μ s, $D1= 1,5$ s e 10 varreduras. As sementes analisadas foram secas e pesadas, sendo a temperatura mantida em $25 \pm 0,5$ $^{\circ}$ C durante as medidas.



a) b) c)

Figura 1. a) Esquema eletrônico de duas bobinas acopladas indutivamente, onde C_M = Capacitor de Impedância, C_T = Capacitor de Sintonia, L_P e L_S = indutor primário e secundário, respectivamente, e B_1 = campo magnético oscilante; b) gráficos de decaimento de CPMG obtidos para uma amostra de semente de café (0,125 g) utilizando uma sonda convencional e acoplada magneticamente e c) curva de calibração obtida com a sonda acoplada utilizando-se óleo de café.

A sonda com acoplamento indutivo melhorou significativamente a razão S/R do decaimento de CPMG em relação ao sinal obtido com a sonda convencional (Figura 1b). A análise quantitativa das amostras foi realizada com o auxílio de curvas de calibração, onde a massa do óleo extraído das sementes foi correlacionada com a intensidade do sinal de RMN resultante (Figura 1c). Os dados ajustados linearmente apresentaram um $r=0,999$ e foram usados na determinação do teor de óleo nas amostras desconhecidas.

Foram analisados o teor de óleo de 150 amostras de café Obatã IAC 1669-20 e 141 de café Icatu vermelho IAC 4045, sendo obtidos percentuais médios de óleo de $13,5 \pm 1,1\%$ e $12,1 \pm 1,2$, respectivamente. Os teores obtidos foram muito próximos aos obtidos anteriormente utilizando-se o método de extração em soxhlet ($13,5 \pm 4,0\%$ para Obatã e $12,0 \pm 1,4\%$ para o Icatu). Também foram analisadas 69 amostras de nabo forrageiro, as quais apresentaram um teor médio de $29,3 \pm 3,6\%$, condizente com o teor obtido na literatura (27 a 42 %).

O emprego de uma sonda acoplada indutivamente possibilitou a análise individual de sementes pequenas com baixo teor de óleo com a rapidez e a precisão de uma sonda convencional, demonstrando ser uma opção de baixo custo.

REFERÊNCIA

1. Gambir, P. N.; *Trends Food Sci. Technol.* **1992**, 3, 191-196.

CNPq, FAPESP, Capes e Finep