

## Espectroscopia de RMN-Eletroquímica de Alta Resolução: uma técnica *in situ* para monitoramento de reação

Luiza Maria da Silva Nunes<sup>1</sup>; Lúcio Leonel Barbosa<sup>2</sup>; Luiz Henrique Mazo<sup>3</sup>; Luiz Alberto Colnago<sup>4</sup>

<sup>1</sup>Aluna de doutorado em Química Analítica, Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, SP, nunes.luiza@gmail.com;

<sup>2</sup>Professor da Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, ES;

<sup>3</sup>Professor do Instituto de Química de São Carlos, Universidade de São Paulo, São Carlos, SP;

<sup>4</sup>Pesquisador, Embrapa Instrumentação Agropecuária, São Carlos, SP.

A principal vantagem da RMN-EQ, acoplamento da espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear (RMN) com a técnica eletroquímica (EQ), visando análises *in situ* é a possibilidade da elucidação estrutural de produtos e intermediários de uma reação em tempo real propiciando assim uma análise com maior sensibilidade. Diante dessa potencialidade, o presente trabalho tem como principal objetivo desenvolver e avaliar a espectroscopia de RMN-Eletroquímica de Alta Resolução para análises *in situ*. Para isso, foi necessário o estudo das interferências do tipo de material dos eletrodos na radiofrequência (RF) bem como a influência da RF sobre as medidas eletroquímicas, a definição das condições eletroquímicas e espectroscópicas para obtenção de uma melhor resposta analítica. As medidas espectroeletroquímicas *in situ* foram realizadas com o potenciostato Palm Sens (Palm Instruments BV) acoplado ao espectrômetro de alta resolução (Varian modelo Inova 400) pela introdução de uma célula com três eletrodos dentro da sonda de RMN de 10 mm. O potenciostato foi colocado a três metros do magneto supercondutor para evitar interferência na radiofrequência de operação do espectrômetro de RMN. A célula RMN-Eletroquímica de alta resolução foi construída para operar sob condições estáticas, com sistema convencional de três eletrodos em um tubo de RMN de 10 mm, utilizando a fibra de carbono como eletrodo de trabalho e contra-eletrodo e um fio de prata como eletrodo de referência. A célula RMN-Eletroquímica de Alta Resolução construída neste trabalho possibilitou a aquisição *in situ* de espectros de RMN de <sup>1</sup>H e RMN de <sup>13</sup>C em intervalos de tempo durante a eletrólise do 9-cloroantraceno. Para a obtenção de espectros de <sup>13</sup>C foi necessária a utilização da sequência de Precissão Livre no Estado Estacionário (SSFP, Steady State Free Precession) Os espectros de RMN de <sup>1</sup>H obtidos para o produto da eletrólise foram concordantes com os da literatura. A sequência de SSFP proporcionou a obtenção rápida de espectros de <sup>13</sup>C possibilitando o monitoramento durante a eletrólise do organoclorado, sendo este um resultado inédito representando um avanço para a RMN-EQ *in situ*. Vale ressaltar ainda, que no âmbito brasileiro, esta foi a primeira célula de RMN-EQ de Alta Resolução construída, e que por ser simples e prática possibilita o desenvolvimento de uma nova metodologia de identificação em tempo real de produtos e intermediários de uma reação.

**Apoio financeiro:** FAPESP.

**Área:** Instrumentação Agropecuária