



## DESENVOLVIMENTO DE SONDA DE RMN ACOPLADA INDUTIVAMENTE

M.M.P. Miranda<sup>1</sup>, R. Micena<sup>1</sup>, L.A. Forato<sup>2</sup>, R. Bernardes<sup>2</sup>, L.A. Colnago<sup>2</sup>

(1) Escola de Engenharia de São Carlos, EESC/USP, Avenida Trabalhadores São-Carlense, 400, 13566 590, São Carlos, SP, messiasmpm@usp.br, raulmicena@gmail.com

(2) Embrapa Instrumentação, Rua Quinze de Novembro, 1452, 13560-970, São Carlos, SP, lucimara.forato@embrapa.br, rubens.bernardes@embrapa.br, luiz.colnago@embrapa.br

**Resumo:** A ressonância magnética nuclear (RMN) é uma espectroscopia com baixa receptividade e por isso muitos parâmetros devem ser otimizados para máxima razão sinal ruído (S/R). Um desses parâmetro é o fator de preenchimento ( $\delta$ ), que é a razão entre o volume da bobina contida na sonda de RMN e o volume da amostra a ser analisada. O  $\delta$  deve ser próximo de 1, ou seja, a amostra deve ocupar todo o volume da bobina para que se obtenha sinal com a maior S/R. Caso o volume da amostra seja bem menor, há uma redução indesejável da S/R. Assim, praticamente se usam sondas com diferentes volumes de bobina para se ajustar aos diferentes tamanhos das amostras. Entretanto cada sonda tem um custo alto, o que encarece o custo do equipamento e das medidas. Uma solução de baixo custo é usar a bobina transmissora/receptora com um grande volume e adicionar uma bobina secundária, no interior da bobina grande, com o mesmo volume da amostra. Essa bobina interna só tem um capacitor fixo de sintonia, que é facilmente construído. Assim, neste trabalho foram elaboradas duas bobinas selenodais de diferentes tamanhos, que foram dispostas uma dentro da outra para verificar a eficiência do acoplamento indutivo e a melhoria da S/R.

**Palavras-chave:** RMN, Acoplamento indutivo, razão sinal ruído.

### DEVELOPMENT OF A NMR PROBE WITH INDUCTIVE COUPLING

**Abstract:** Nuclear magnetic resonance (NMR) is a low receptivity spectroscopy and many experimental parameters have to be optimized for maximum signal to noise ratio (S/N). One such parameter is the filling factor ( $\delta$ ) that is the ratio between the volume of NMR coil and the sample volume. The  $\delta$  should be close to 1, i.e., the sample should occupy the entire volume of the coil in order to obtain a signal with higher S/N. If the sample volume is much smaller, there is an undesirable decrease in S/N. Normally we use probes with different coil volumes to fit the different sizes of samples. However, each probe has a high cost, which increases the cost of equipment and measurements. An inexpensive solution is to use a transmitting / receiving coil with a large volume and add a secondary coil, inside the large coil, with the sample volume. This inner coil is connected to a fixed capacitor to tune the circuit. In this work we used two selenoidal coils of different sizes, which were co-axially arranged to check the efficiency of inductive coupling and improving the S/R. The results show a larger enhancement in S/R, of about one order of magnitude.

**Keywords:** NMR, inductive coupling, signal to noise ratio.

### 1. Introdução

A aplicação da espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear em baixa resolução (LR- NMR) é amplamente utilizada em análises quantitativas e qualitativas de produtos industriais, e emprega ímãs de baixo campo ( $B < 1$  T) para operações de bancada.

Nas sondas de baixo campo, em geral é necessário otimizar propriedades físicas do circuito eletrônico que equacione nas malhas de um circuito indutivamente acoplado, um ganho de tensão equilibrado entre as bobinas o que aumenta a corrente interna gerando uma impedância complexa que possibilita uma melhor relação S/R com relação a amostra (Azeredo et al., 2000 e 2003). A otimização é alcançada por meio da análise de fator de ruído de bobina de acoplamento, do ganho de tensão, e da relação corrente líquida. A largura de banda total pode ser otimizada por uma escolha do coeficiente de acoplamento (Miranda *et al.*, 2010; Chao *et al.*, 2007). O valor da frequência da bobina de acoplamento diminui a medida que aumenta o coeficiente de acoplamento.

A largura de banda do receptor depende do coeficiente de acoplamento entre a bobina de RMN e a bobina de acoplamento. A largura de banda total pode ser otimizada por uma escolha do coeficiente de acoplamento (razão do fator de preenchimento entre as bobinas externa e interna). A teoria de circuitos acoplados é um método para otimizar a largura de banda de receptor, levando-se em consideração a relação S/R (Decorps 1985, Darasse 1992).

Para medidas com LR- NMR necessita-se 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 ( $\delta$ ) e conseqüentemente a máxima razão S/R (Colnago 2007, Azeredo 2002, 2003; Marconcini 2010).

No processo de otimização teórica, o ruído térmico do RMN e bobinas de acoplamento são respectivamente, associado com o resistências primária e secundária. Para comparar a potência de ruído de ambas as bobinas, usa-se um circuito equivalente de Tevenin, onde a impedância complexa a partir da bobina de RMN para o circuito secundário, pode expressar o fator de ruído; visto que a potência de ruído é proporcional a perdas de energia. Uma alternativa para diminuir as perdas pelo terra, é aumentar o ganho de tensão; que está relacionado com o fator de qualidade. Para isso busca-se o equilíbrio das tensões entre as bobinas acopladas, cuja medida quanto mais equilibrada em relação a amostra (sintonizada as bobinas na mesma frequência), maior a qualidade e menor a interferência de ruídos da amostra (Darasse, 1992).

Murphy (1983) obteve uma bobina eletricamente equilibrada utilizando dois condensadores dispostos simetricamente. A impedância complexa das tensões de malha, através dos dois condensadores no circuito acoplado, mostra que em uma tal disposição, quanto maior a relação entre o condensador e a linha de transmissão de resistência, maior a relação S/R e menor as perdas do terra, ou seja, quanto mais equilibrado o ganho de tensão entre as bobinas indutivamente acopladas, menos significativas são as perdas geradas pelo ruído da amostra com relação ao sistema do circuito acoplado (Decorps 1985, Darasse 1992).

Uma característica observada com a otimização disposição da linha de transmissão da resistência é o melhor ganho de tensão, que é equilibrado. Se a amostra estiver localizada simetricamente dentro da sonda de RMN. Isto ocorre com uma superfície de duas bobinas enroladas em um cilindro, uma interna a outra, dispostas simetricamente sobrepostas, onde a amostra é contida imediatamente ao centro dessa disposição. (Decorps 1985). Assim, no presente trabalho foram otimizados os parâmetros de acoplamento para que a interação entre as duas bobinas seja máxima. A otimização foi alcançada por meio da análise de fator de ruído de bobina de acoplamento, do ganho de tensão, e da relação da corrente líquida. A largura de banda total pôde ser otimizada por uma escolha do coeficiente de acoplamento próximo do ideal.

## 2. Materiais e Métodos

O espectrômetro de RMN usado neste trabalho foi montado com módulos comerciais. Um módulo baseado em um transmissor/receptor CAT-100 da Tecmag, com ímã de 0, 28 T. Os cálculos teóricos dos parâmetros espectrais foram realizados em software MATLAB.

A construção da bobina acoplada, consistida num circuito LC com um indutor cilíndrico de 2,5 cm de diâmetro em paralelo a um capacitor, demandou o uso de osciloscópio e gerador de onda senoidal para a medição da frequência de ressonância do circuito. A bobina foi testada utilizando uma ampola de óleo extrato de oliveira de 10 mL, sendo posicionada no interior da sonda, ajustando-se a impedância do sistema por meio de aparelho varredor de radiofrequência da marca Morris Instruments Inc. Foram executadas diversas varreduras sobre a amostra, em diferentes condições de frequência e sequência de pulsos (CPMG – Carl – Purcell- Meiborn- Gil), nas quais foi calculada a melhor relação sinal ruído.

Igualmente, a mesma amostra foi submetida a análises, sendo posicionada no meio e paralelamente ao eixo longitudinal da sonda. Os mesmos testes foram feitos, com varreduras em diversas condições, buscando-se a melhor S/R possível afim de se comparar tal resultado à situação com o uso da bobina de acoplamento. As medidas foram realizadas utilizando como descrito por Murphy (1985), enrolando um fio em um cilindro de diâmetro de 50 mm, com 0,50 mm de espaçamento entre as curvas, com 10 voltas.

## 3. Resultados e Discussão

O fator Q do circuito combinado foi medido a 12 MHz para os regimes diferentes: (1) desequilibrado, acoplado capacitivamente, (2) equilibrado, indutivamente acoplado. Para cada regime de afinação foram considerados quatro diferentes condições de carga: (1) Circuito de carga, carregamento de bobina-terra e bobina-bobina de carga. Perdas da bobina-terra e bobina-a-bobina foram simulados conforme descrito por Murphy, (1985) por meio de um condensador de 30 pF de cerâmica, com resistor de 22 e 52 Ohms. Os resultados mostram que o regime equilibrado reduz as perdas da bobina para o terra, pois diminui a frequência de sintonização devido à introdução da amostra. Este esquema no entanto não tem qualquer influência sobre as perdas da bobina-a-bobina. Estes resultados estão de acordo com os relatados para um circuito equilibrado capacitivamente acoplado conforme verificado por Murphy (1985).

O esquema afinado para a bobina reduzida, diminui as perdas da bobina-a-bobina e ainda reduz a frequência de sintonização. Este ritmo de ganho é particularmente importante para reduzir o efeito na razão S/R de circulação dentro da sonda, segundo verificado também em experimentos de Decorps (1985). A partir dos fatores Q medidos com os vários esquemas de acoplamento foi calculada a resistência equivalente representando perdas associadas a amostra. A partir destes resultados pode-se observar as vantagens dos sistemas equilibrados (indutiva ou capacitiva) em relação aos desequilibrados conforme também verificado por Decorps (1992) e Darrasse (1991).

Tabela 1. Relação sinal ruído com e sem a bobina acoplada, dada por número de scans.

Com bobina		Sem bobina	
N	S/R	N	S/R
5	47	5	11
10	77	10	13
25	80	25	24
50	118	50	3
60	156	100	46

#### 4. Conclusões

O regime de bobinas indutivamente equilibradas em sondas de RMN demonstrou ser um método conveniente de avaliar o fator de ruído. Em comparação com regime de acoplamento capacitivo equilibrado, evita a necessidade de dois condensadores variáveis necessários para obter a condição de equilíbrio, e o regime de indução é equilibrado em relação a amostra, uma vez que a frequência é igual entre as bobinas.

O acoplamento indutivo ideal ajustado a uma frequência de 12 MHz, a sintonização da bobina tem a vantagem adicional de reduzir ainda mais o desvio de frequência causada pela introdução da amostra. Essa sintonia pode aumentar a sensibilidade para as condições experimentais em que as perdas elétricas de circuitos equilibrados são irrisórias. A utilização de um circuito acoplado à sonda de RMN produz aumentos significativos na relação S/R, através do aumento da sensibilidade decorrente da otimização do fator de preenchimento.

#### Agradecimentos

Embrapa e PIBIC processo 159025/2013-3, categoria iniciação científica.

#### Referências

- AZEREDO, R. B. de V.; ENGELBERG, M.; COLNAGO, L. A. Quantitative Analysis using Steady-State Free Precession Nuclear Magnetic Resonance. *Analytical Chemistry*. vol. 72, number 11, p. 2401-2405, 2000;
- AZEREDO, R.B.V.; COLNAGO, L.A.; SOUZA, A.A.; ENGESLBERG, M.; Continuous Wave Free Precession. Practical Analytical Tool for Low Resolution Nuclear Magnetic Resonance Measurements. *Analytica Chimica Acta*, vol. 478, p. 313-320; 2003;
- BRUSAMARELLO, V. J.; BLAUTH, Y. B. An analysis of kii coupling coefficients. *International Journal of Electrical Engineering Education*, Manchester, vol. 49, number 1, p. 16-25, 2012.
- CHAO, Y. H., et al. A Primary-Side Control Strategy for Series-Parallel Loosely Coupled Inductive Power Transfer Systems. In: IEEE CONFERENCE ON INDUSTRIAL ELECTRONICS AND APPLICATIONS, 2007. ICIEA, Harbin. 2007;
- COLNAGO L. A., ANDRADE M. E., SOUZA A., BARBOSA L. L., High Throughput, Non Destructive Determination of oil Content in Intact Seeds by Continuous. *Anal Chemistry*. vol. 79, p. 1271-1274, 2007;
- COLNAGO, L. A.; ENGELBERG, M.; SOUSA, A. A.; BARBOSA, L. L. High-throughput, nondestructive, determination of oil content in intact seeds by continuous wave free precession nuclear magnetic resonance. *Analytical Chemistry*, vol. 79, p. 1271-1274, 2007;
- COLNAGO, L.A.; MARTIN-NETO, L.; BISCEGLI, C.I.; NASCIMENTO, O.R.; BONAGAMBA, T.J.; PANEPUCCI, H.; VIEIRA, E.M.; SEIDEL, P.R.; SPOSITO, G.; OPELLA, S.J. Aplicações da ressonância magnética nuclear (RMN) e ressonância paramagnética eletrônica (EPR). In: CRESTANA, S.; CRUVINEL, P.E.; MASCARENHAS, S.; BISCEGLI, C.I.; MARTIN-NETO, L.; COLNAGO, L.A., ed. Instrumentação agropecuária: contribuições no limiar do novo século. Brasília: EMBRAPA-SPI, Cap.1, p. 15-50. 1996;
- DARRASSE L., RAAD A.; Optimization of NMR Receiver Bandwidth By Inductive Coupling Magnetic resonance imaging; vol. 10, p. 55-65. 1992;
- DECORPS M., ALBRAND J. P., BLONDET P., REUTENAUER H.; An Inductively Coupled, Series Tuned NMR Probe. *Journal of magnetic resonance*; vol. 65, p. 100-109, 1985;
- DECORPS, M.; BLONDET, P.; REUTENAUER, H.; ALBRAND, J.P.; REMY, C.; An inductively coupling Resonance, vol. 10, p. 55-65. 1992;
- FARINAS, C. S.; MARTIN-NETO, L.; GIORDANO, R. C. Instrumentação e Automação na Agroindústria da Cadeia Cana-Etanol. In: CORTEZ, L. A. B. (Coord.). Bioetanol de cana-de-açúcar: P&D para produtividade e sustentabilidade. Editora Blucher, São Paulo, p. 601-617. 2010;
- GAMBIR P. N.; Trends Food Sei Technol. vol. 3, p. 191-196, 1992;
- GUNASEKAREN, S.; Nondestructive food evaluation: Techniques to analyse properties and quality. New York, M. Dekker, 2001;
- JORDÃO A., Anais... São Carlos: ABPol, p. 2578-2583. 1 CD-ROM. 2011;
- MARCONCINI L. V., COLNAGO L. A.; Análise quantitativa de pequenas amostras por RMN em baixa resolução usando bobinas acopladas indutivamente. XI Jornada brasileira de ressonância magnética (Minicurso em RMN). p. 104-106. 2010;

- MIRANDA M. J. O., et al. Wireless Power Transfer Using Weakly Coupled Magnetostatic Resonators. In: ENERGY CONVERSION CONGRESS AND EXPOSITION (ECCE), 2010 IEEE, 2010, Atlanta. Proceedings. New York: IEEE, 2010. p. 4179–4186, 2010; Proceedings. New York: IEEE, p. 2322 – 2327, 2007;
- MURPHY B., ESCH A. P., KORETSKY J., Magn. Reson. p. 54,-526, 1983;
- NORDON, A.; MCGILL, C. A.; LITTLEJOHN, D. Process NMR spectrometry. *Analyst*, v. 126, p. 260-272, 2001