

Universidade de São Paulo – USP
Escola de Engenharia de São Carlos – EESC
Departamento de Engenharia Elétrica e de Computação

Trabalho de Conclusão de Curso

**Estudo da Melhoria da Relação Sinal-Ruído de Sonda
RMN Por Meio de Acoplamento Indutivo**

Aluno

Raul Pereira Micena

Orientador

Prof. Dr. Carlos Dias Maciel

São Carlos, 2015

Estudo da melhoria da relação sinal-ruído de sonda RMN por meio de acoplamento indutivo

Trabalho de Conclusão de Curso apresentado à Escola de Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo como parte dos requisitos para obtenção do título de Engenheiro Eletricista com ênfase em Eletrônica.

Área de Concentração:
Processamento de Sinais

Orientador: Prof. Dr. Carlos Dias Maciel

São Carlos
2015

AUTORIZO A REPRODUÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO,
POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS
DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE.

P619e Pereira Micena, Raul
 Estudo da Melhoria da Relação Sinal-Ruído de Sonda
 RMN por Meio de Acoplamento Indutivo / Raul Pereira
 Micena; orientador Carlos Dias Maciel. São Carlos,
 2015.

 Monografia (Graduação em Engenharia Elétrica com
 ênfase em Sistemas de Energia e Automação) -- Escola de
 Engenharia de São Carlos da Universidade de São Paulo,
 2015.

 1. RMN. 2. Sonda RMN. 3. Baixo Campo. 4.
 Acoplamento Indutivo. 5. Relação Sinal-Ruído . I.
 Título.

FOLHA DE APROVAÇÃO

Nome: Raul Pereira Micena

Título: “Estudo da melhoria da relação sinal-ruído de sonda RMN por meio de acoplamento indutivo”

Trabalho de Conclusão de Curso defendido e aprovado

em 01/12/2015,

com NOTA Novo (9 , 0), pela Comissão Julgadora:

Prof. Associado Carlos Dias Maciel - (Orientador - SEL/EESC/USP)

Mestre Michel Bessani - (Doutorando - SEL/EESC/USP)

Mestre Tadeu Junior Gross - (Doutorando - SEL/EESC/USP)

Coordenador da CoC-Engenharia Elétrica - EESC/USP:
Prof. Dr. José Carlos de Melo Vieira Júnior

AGRADECIMENTOS

Agradeço, primeiramente, à minha família, que sempre acreditou em meus sonhos e me possibilitou vencer esta etapa da vida. Minha profunda gratidão por todo o apoio e confiança durante todos estes anos.

Agradeço à Embrapa Instrumentação, pela oportunidade de aprofundar meus conhecimentos, aos meus orientadores, colegas de laboratório e todos os profissionais por todo o incentivo e contribuição.

Ao Professor Doutor Carlos Dias Maciel, pela receptividade e atenção em um momento crucial, e pela orientação neste trabalho, que representa um importante passo em minha trajetória acadêmica e profissional.

À Escola de Engenharia de São Carlos, e todos seus professores, que me auxiliaram com tantos conhecimentos e ensinamentos que nortearam minha formação em Engenharia Elétrica.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Spin de núcleo atômico comparado ao movimento de rotação de um pião e o respectivo comportamento magnético comparável a um pequeno ímã.....	23
Figura 2 - Eixos de coordenadas e vetor de momento magnético	24
Figura 3 – Polarização do vetor de magnetização M após aplicação de pulso de RF.....	25
Figura 4 - Amostra no interior de sonda RMN, estando esta ligada a um gerador de RF para produção do campo B1. O campo B0 é proveniente do magneto.....	25
Figura 5- Comportamento vetorial do retorno da magnetização em relação ao eixo Z, após a retirada do campo B1	26
Figura 6 – Comportamento do processo de relaxação transversal	28
Figura 7 - a) Sinal FID, no domínio do tempo e b) Espectro de frequências após processamento via FFT.....	29
Figura 8 - Experiência de Arnold, em 1951, foi a primeira a verificar o deslocamento químico.....	30
Figura 9- Principais equipamentos de análise RMN.	31
Figura 10 – Em a), o console de um espectrômetro semelhante ao utilizado para os experimentos. Em b), o magneto de ímã permanente.	32
Figura 11- À esquerda, a sonda RMN, ao lado da amostra, à direita, seu respectivo circuito.....	32
Figura 12 – Varredor de RF e seu display, com informações de frequência, largura de banda e impedância do circuito.	33
Figura 13 - Princípio da reciprocidade, estabelecendo o mesmo comportamento da bobina na transmissão e na recepção.	34
Figura 14 – Comportamento do campo magnético proveniente da amostra sobre bobinas de diferentes diâmetros.....	36
Figura 15 – Comportamento do campo magnético proveniente da amostra em uma sonda com e sem a bobina de acoplamento.	37

Figura 16 – a) Diagrama do circuito da sonda com o circuito de bobina auxiliar acoplada b) Diagrama indicando o tamanho da amostra em relação à sonda. c) Melhoria do fator de preenchimento com uso de bobina auxiliar acoplada.	37
Figura 17 – A bobina de acoplamento desenvolvida para o experimento.....	38
Figura 18– Método de aferição da frequência de ressonância de um circuito LC.	39
Figura 19 – À esquerda, a sonda RMN. À direita, a bobina de acoplamento desenvolvida. À frente, a amostra.	40
Figura 20 – Tela principal do software NTNMR, exibindo um sinal de FID.....	43

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

RMN	<i>Ressonância Magnética Nuclear</i>
FID	<i>Free Induction Decay</i>
RF	<i>Radiofrequência</i>
FFT	<i>Fast Fourier Transform</i>
SNR	<i>Signal to Noise Ratio</i>
RMS	<i>Root Mean Square</i>

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	21
1.1	A Ressonância Magnética Nuclear	21
1.2	Objetivos	21
1.3	Organização do Trabalho	22
2	FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA DA RMN	23
2.1	Relaxação Longitudinal e Transversal	26
2.1.1	Relaxação Longitudinal	26
2.1.2	Relaxação Transversal	27
2.2	A Espectroscopia RMN	28
2.3	O Deslocamento Químico	29
3	MATERIAIS E METODOLOGIA	31
3.1	Relação Sinal-Ruído em RMN	34
3.1.1	A Solução por Acoplamento Indutivo	36
3.2	A Construção da Bobina de Acoplamento	37
3.3	Aquisição do Sinal de RMN	41
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	44
5	CONSIDERAÇÕES FINAIS	47
6	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	48

RESUMO

Micena, R. P. **Estudo da melhoria da relação sinal-ruído de sonda RMN por meio de acoplamento indutivo.** Trabalho de Conclusão de Curso – Escola de Engenharia de São Carlos, Universidade de São Paulo, 2015.

O presente trabalho foi desenvolvido com base nos estudos desenvolvidos durante o estágio realizado pelo aluno na empresa Embrapa Instrumentação, localizada na cidade de São Carlos – SP, e teve como objetivo testar uma solução para o aumento da Relação Sinal Ruído (SNR) de análises de Ressonância Magnética Nuclear (RMN) em amostras de volume pequeno em relação ao do equipamento utilizado. Para isto, foi desenvolvido um equipamento consistido num circuito LC e espaço uma amostra de 6ml de óleo de soja, a ser utilizado em conjunto com a aparelhagem disponível no laboratório oferecido pela empresa. Ao final dos trabalhos, o equipamento desenvolvido foi testado, chegando a um ganho na relação sinal ruído da ordem de três a quatro vezes em relação ao sinal adquirido sem o equipamento, possibilitando-se assim, uma diminuição do tempo necessário para a análise de amostra.

Palavras-chave: RMN; Sonda RMN; Baixo Campo; Acoplamento Indutivo; Relação Sinal Ruído.

ABSTRACT

Micena, R. P. **Improving Signal-Noise (SNR) of Nuclear Magnetic Resonance (NMR) probe by inductive coupling.** Course Conclusion Project – Engineering School of São Carlos, University of São Paulo, São Carlos, 2015.

This work was based on studies conducted during the student internship at Embrapa Instrumentação, located in Sao Carlos - SP. The studies aimed to test a solution in order to increase the Signal-Noise (SNR) analysis of Nuclear Magnetic Resonance (NMR) in a small volume sample compared to the equipment used. For this, an equipment consisted of a LC circuit and a space for a 6 ml sample of soy oil was developed to be used in conjunction with the apparatus available in the laboratory offered by the company. After the work, the equipment was tested, reaching to a gain in SNR of the order of three to four times the signal obtained without the equipment, thus it reduces the time required for analyzing a sample.

Keywords: NMR; NMR Probe; Low Field; Inductive Coupling; Signal to Noise Ratio.

1 INTRODUÇÃO

1.1 A Ressonância Magnética Nuclear

A Ressonância Magnética Nuclear (RMN) é uma técnica analítica, primeiramente desenvolvida em 1946 por um grupo de pesquisadores das universidades de Stanford e M.I.T., com aplicação em diversas áreas da medicina, principalmente em diagnósticos por meio de imagens, química, alimentos, em que pode-se realizar análises de qualidade e determinação de processos de amadurecimento de frutas, entre outras [4]. É baseada na interação entre um campo magnético estático externo, fornecido por um magneto, um segundo campo magnético variável e núcleos atômicos da amostra que se pretende analisar [1].

As principais aplicações desta técnica se dividem, basicamente, em espectrométricas, em que a partir dos sinais de RMN são obtidas informações quanto à presença ou não de determinadas substâncias na amostra, a mobilidade espacial de determinados tipos de moléculas em estruturas maiores, como células e tecidos, bem como estimar suas concentrações, e de geração de imagens, em que é possível aferir a distribuição no espaço de certas substâncias da amostra.

Quanto à aplicação em espectrometria, esta técnica pode ser dividida em duas vertentes: A RMN de alto campo, utilizada para aplicações de alta resolução e fazendo uso de ímãs de semicondutores, com campos geralmente maiores que 5 T, possibilitando análises sofisticadas, em que os sinais são processados com a Transformada Rápida de Fourier, do inglês, *Fast Fourier transform* (FFT), e gerados espectros no domínio da frequência. Já a RMN de baixo campo, utiliza ímãs de campo e homogeneidade menores que a de alto campo, equipamentos de custo mais baixo e geram sinais com decaimento exponencial no domínio do tempo, correspondentes aos tempos de relaxação das moléculas da amostra.

1.2 Objetivos

Tendo em vista a aplicação da RMN para amostras de pequeno volume em relação ao volume disponível no aparelho utilizado, em que há necessidade de otimização da Relação Sinal Ruído (SNR, do inglês *Signal to Noise Ratio*) dos sinais

obtidos, o objetivo deste trabalho foi desenvolver uma solução afim de se obter ganhos na Relação Sinal Ruído para análises deste tipo de amostra.

Indo na mesma direção de outros estudos realizados na área [10] [12], este trabalho visa o desenvolvimento de uma bobina para acoplamento indutivo à bobina de uma sonda RMN e, assim, comparar em termos de SNR os sinais *Free Induction Decay* (FID) adquiridos pelo equipamento, com e sem a utilização da bobina desenvolvida. Esta bobina consiste em um circuito indutivo-capacitivo (LC), e deve ser dimensionada especialmente para uma amostra padrão de 6ml de óleo de soja, acoplada ao equipamento disponível no laboratório de RMN de baixo campo da empresa estatal Embrapa Instrumentação.

1.3 Organização do Trabalho

O presente trabalho foi organizado em cinco seções principais, sendo apresentada na seção “Introdução” a temática do projeto, contextualizando a tecnologia estudada e traçando os objetivos do trabalho.

A seção “Fundamentação teórica da RMN” apresenta os principais aspectos teóricos relativos à Ressonância Magnética Nuclear.

Já a seção “Materiais e metodologia” expõe as metodologias utilizadas e que nortearam a execução prática do projeto, explanando questões relativas à montagem de equipamentos e obtenção de sinais.

A seção “Resultados e discussão” expõe os resultados alcançados no projeto.

Finalmente, a seção “Considerações finais” discorre sobre as principais conclusões relativas a este projeto.

2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA DA RMN

A RMN é um fenômeno que pode ser provocado em núcleos atômicos que possuam momento angular diferente de zero, sendo mais comumente utilizado para este fim o Hidrogênio, um dos elementos mais abundantes da natureza, estado presente na água e na matéria orgânica em geral, sendo por isso, o núcleo atômico mais utilizado para fins de produção de imagens para diagnósticos médicos. O momento angular (J) oriundo movimento de rotação destes núcleos, conhecido como spin nuclear, é representado por um número quântico, sendo ele um número inteiro quando o número de prótons e de neutros é ímpar, semi-inteiro ($1/2$, $3/2$, $5/2...$) quando a soma do número de prótons com o número de nêutrons é ímpar, e zero quando o número de prótons e o número de neutros é par [1].

Os núcleos atômicos com momento angular diferente de zero têm a propriedade de se comportarem como dipolos magnéticos, ou seja, pequenos ímãs que, quando submetidos a um campo magnético estático B_0 , tendem a se alinhar a este campo, de tal forma que seus momentos magnéticos nucleares (μ) assumam movimento de precessão em torno do eixo paralelo a B_0 , de maneira semelhante ao movimento de um pião ao redor do campo gravitacional da Terra [2].

Fonte: Adaptado de [4]

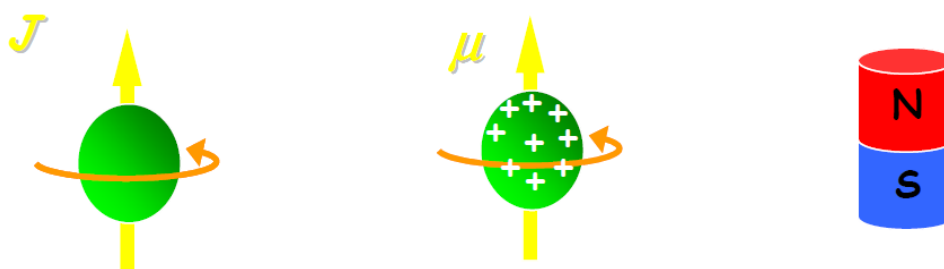


Figura 1- Spin de núcleo atômico comparado ao movimento de rotação de um pião e o respectivo comportamento magnético comparável a um pequeno ímã.

Uma vez submetidos a um campo externo estático B_0 , além de tenderem a se alinharem na direção deste, também passam a precessionar numa frequência angular chamada Frequência de Larmor [5], ω_0 , proporcional ao campo B_0 aplicado à amostra, de maneira que

$$\omega_0 = \gamma B_0 \quad (1)$$

onde que γ é uma constante característica de cada tipo de núcleo em particular, no caso do 1H , núcleo escolhido para este estudo, 42,58 MHz/T. O vetor M deste alinhamento, que tende a apontar paralelamente a B_0 , é chamado de magnetização.

Pela Figura 2 pode-se observar os eixos de coordenadas (x, y e z) e o vetor que representa o momento magnético de um núcleo de hidrogênio realizando o movimento de precessão ao redor do eixo z, bem como a mesma base coordenadas num magneto do tipo utilizado neste trabalho. O eixo z, ou longitudinal, representa a direção de aplicação do campo magnético principal (B_0). O plano xy é chamado de plano transversal [3].

Fonte: Adaptado de http://acervo.abfm.org.br/rbfm/publicado/RBFM_v3n1_117-9.pdf

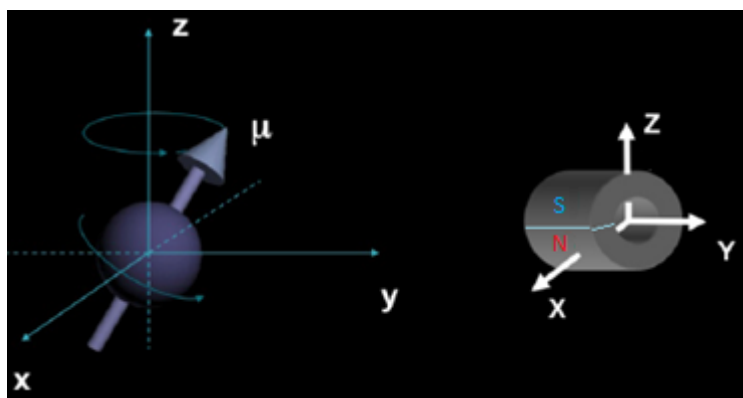


Figura 2 - Eixos de coordenadas e vetor de momento magnético

A RMN ocorre quando se incide sobre a amostra um segundo campo magnético, na forma de um pulso de radiofrequência (RF) B_1 , perpendicular ao eixo de B_0 , na frequência de Larmor, fazendo com que os spins ganhem energia e, após um tempo de exposição tenham seus eixos de rotação deslocados em direção ao plano xy, passando a precessionar com frequência igual à frequência de Larmor, induzindo em uma bobina o sinal de RMN [4].

Fonte: Adaptado de [10]

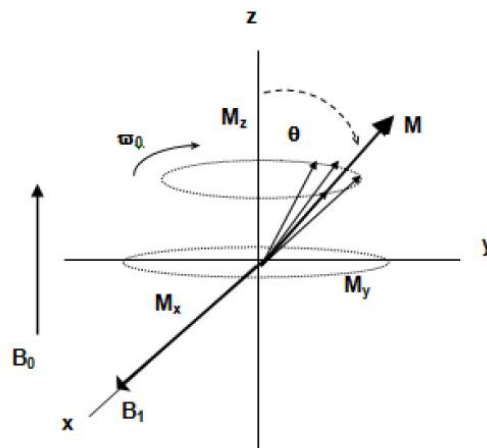


Figura 3 – Polarização do vetor de magnetização M após aplicação de pulso de RF.

A Figura 3 ilustra o efeito provocado pela aplicação de um pulso B_1 de radiofrequência sobre a amostra, fazendo com que o eixo de magnetização se desloque num ângulo Θ e passe a girar com inclinação sobre o eixo xy. À bobina responsável pela geração do campo B_1 , no interior da qual fica alojada a amostra a ser analisada, conforme o esquema da Figura 4, dá-se o nome de sonda RMN.

Fonte: Modificado de <http://www.ifsc.usp.br/~donoso/espectroscopia/RMN.pdf>

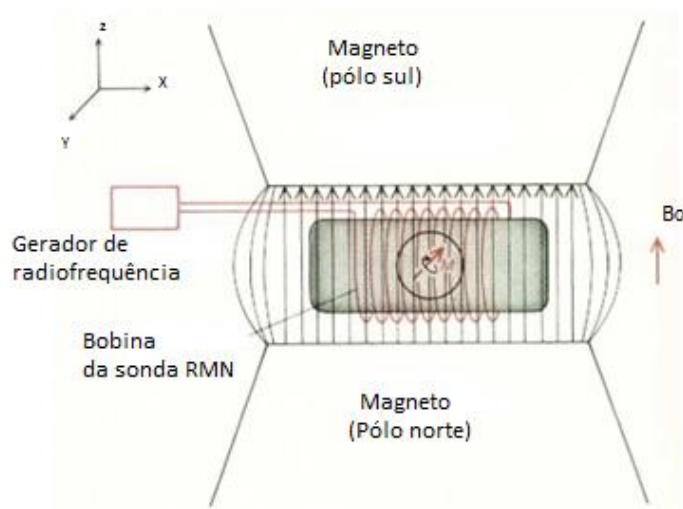


Figura 4 - Amostra no interior de sonda RMN, estando esta ligada a um gerador de RF para produção do campo B_1 . O campo B_0 é proveniente do magneto.

2.1 Relaxação Longitudinal e Transversal

Uma vez retirado o campo B_1 , a magnetização do núcleo em questão tende a voltar ao seu estado original, o que não ocorre instantaneamente, mas após um período de tempo, denominado como tempo de relaxação, que é dividida entre relaxação transversal e relaxação longitudinal.

2.1.1 Relaxação Longitudinal

O vetor magnetização segue uma retomada exponencial em direção ao eixo Z. A relaxação longitudinal, também denominada relaxação spin-rede, restabelece o equilíbrio térmico dos spins, correspondendo assim a um processo entálpico [5], ou seja, em que há troca de energia com o sistema do qual as moléculas em questão fazem parte.

Segundo Block [16], esta recuperação no eixo Z ocorre num comportamento exponencial de acordo com a seguinte equação

$$M_Z(t) = M_0(1 - e^{\frac{-t}{T_1}}) \quad (2)$$

Onde:

M_0 = magnetização no equilíbrio térmico.

T_1 = constante de tempo longitudinal.

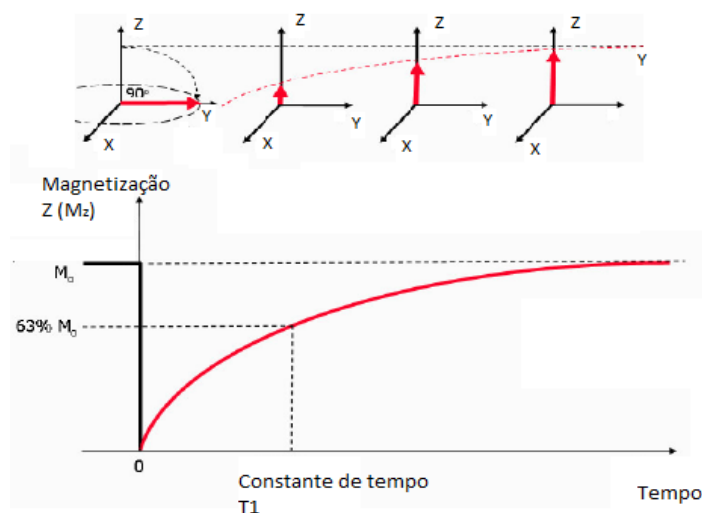


Figura 5- Comportamento vetorial do retorno da magnetização em relação ao eixo Z, após a retirada do campo B_1 .

2.1.2 Relaxação Transversal

A relaxação transversal (T_2) resulta da perda de coerência de fase entre os momentos magnéticos de núcleos individuais (obtida com o pulso de RF), correspondendo a um processo entrópico [5], não havendo trocas de energia com o meio, apenas entre spins de núcleos individuais.

A Figura 6 ilustra o processo de perda de coerência entre os momentos magnéticos dos núcleos na magnetização transversal.

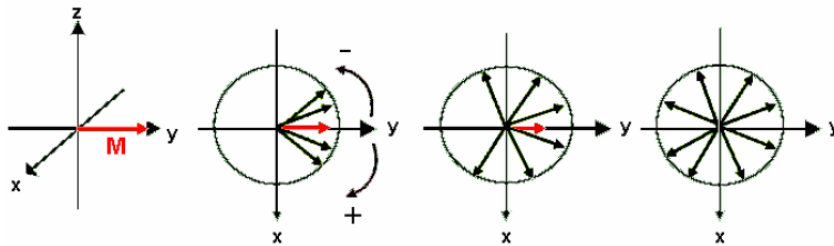


Figura 6 - Perda de coerência da magnetização transversal.

Segundo Block [16], a relaxação transversal decai exponencialmente com uma constante de tempo T_2 .

$$M_{XY}(t) = M_0 \left(e^{\left(\frac{-t}{T_2}\right)} \right) \quad (3)$$

Onde:

T_2 = constante de tempo transversal.

M_{XY} = magnetização no plano xy.

Devido à falta de homogeneidade do campo (ΔB_0) a constante de tempo observada no FID não decai com T_2 e sim observamos uma constante T_2^* , tal que:

$$\frac{1}{T_2^*} = \frac{1}{T_2} + \frac{1}{T_2(\Delta B_0)} \quad (4)$$

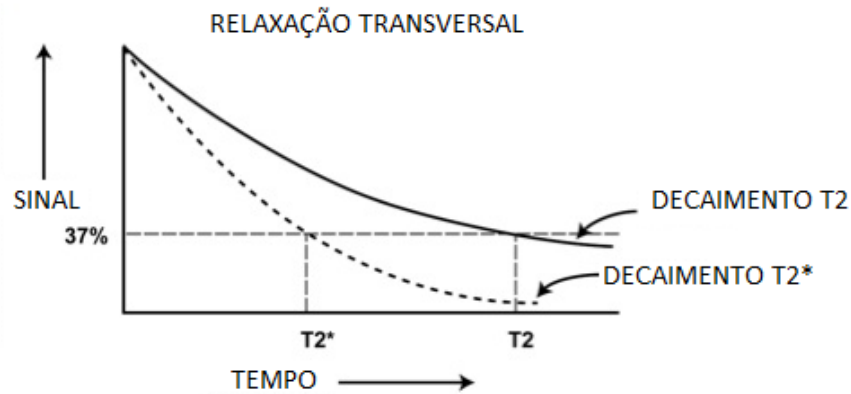


Figura 7 – Comportamento do processo de relaxação transversal.

Como exemplo do tipo de informação que pode ser extraída de T_1 e T_2 , tomemos o caso do processo de sinais RMN para formação de imagens médicas, o MRI (Magnetic Resonance Imaging), cujo comportamento de T_1 e T_2 está diretamente relacionado com a formação de contraste nestas imagens. Uma imagem ponderada em T_2 é aquela em que o contraste depende predominantemente das diferenças entre os tempos T_2 do tecido adiposo e da água. Levando em conta que o T_2 do tecido adiposo é mais curto do que o da água, a tendência é a obtenção de uma imagem em que o tecido adiposo aparece hipointenso (cor mais escura) e a água hiperintensa, isto é, de cor mais intensa [7].

2.2 A Espectroscopia RMN

O decaimento da magnetização no plano xy, que dá origem ao sinal de RMN, em direção à sua posição de equilíbrio é exponencial e dá origem ao chamado sinal FID (*Free Induction Decay*), que é detectado como uma função no domínio do tempo. Esta resposta é amplificada e processada no receptor do espectrômetro. Como estão presentes na amostra diversos tipos de núcleos atômicos, são originados vários sinais de FID (Figura 7 a) sobrepostos, de maneira que se torna muito difícil a extração das informações desejadas.

Afim de que as informações se apresentem de forma mais acessível ao usuário, os sinais da FID são transformados para o domínio de frequências (Figura 7b), já sabendo-se que cada núcleo tem sua frequência de ressonância

característica, através da FFT. Da FFT dos diferentes sinais de FID se origina o espectro de RMN comumente analisado. Em outras palavras, um espectro de RMN é formado por uma série de ressonâncias em diferentes frequências, denominadas deslocamentos químicos [8].

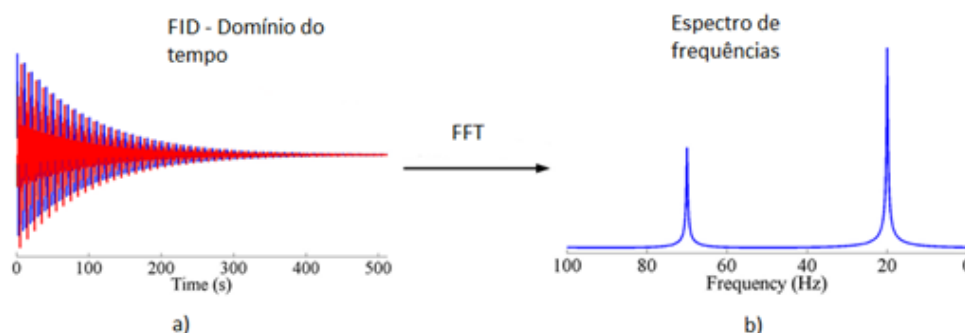


Figura 8 - a) Sinal FID, no domínio do tempo e b) Espectro de frequências após processamento via FFT.

2.3 O Deslocamento Químico

Em 1951, Arnold e colaboradores, ao analisarem uma amostra de etanol, registraram 3 linhas de ressonância no lugar de apenas uma, como obtido quando se analisava a água. Este fenômeno foi atribuído corretamente a estrutura molecular da substância, e é denominado deslocamento químico ou, em inglês, *chemical shift*. Os sinais de diferentes frequências observados para o etanol apresentavam também diferentes intensidades, correspondentes às diferentes quantidades de spins nucleares contidos nos grupos químicos existentes na molécula, com intensidades em proporção 3:2:1, que respectivamente correspondem aos grupos CH₃, CH₂ e OH [9].

Fonte: Retirado de [6].

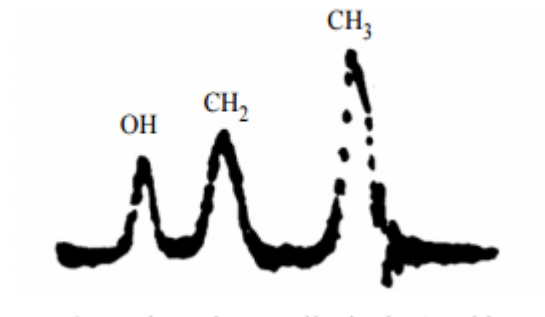


Figura 9 - Experiência de Arnold que, em 1951, foi a primeira a verificar o deslocamento químico.

O deslocamento químico tem a sua origem na interação das nuvens eletrônicas com o campo magnético externo aplicado. O campo externo aplicado induz uma circulação adicional dos elétrons nas nuvens eletrônicas, tal como a lei de Lenz para espiras na presença de um campo variável, as quais geram campos magnéticos locais secundários nos diferentes sítios dos núcleos atômicos [9].

3 MATERIAIS E METODOLOGIA

Um equipamento típico de espectrometria RMN de baixo campo é composto, basicamente, pelos seguintes equipamentos:

- Um magneto de ímã permanente, responsável pelo campo B_0 ;
- Uma sonda transceptora RMN, composta por um conjunto de bobina e capacitores, responsáveis por excitar os spins dos núcleos atômicos da amostra por meio de pulso RF na frequência de Larmor e receber da mesma o sinal RMN;
- O console, composto por um computador e software específico, responsável pela programação e processamento de sinais, conversores A/D e D/A, além do amplificador e pré-amplificador.

Fonte: http://hiq.lindegas.com.br/international/web/lg/br/like35lgspgbr.nsf/docbyalias/anal_nmr

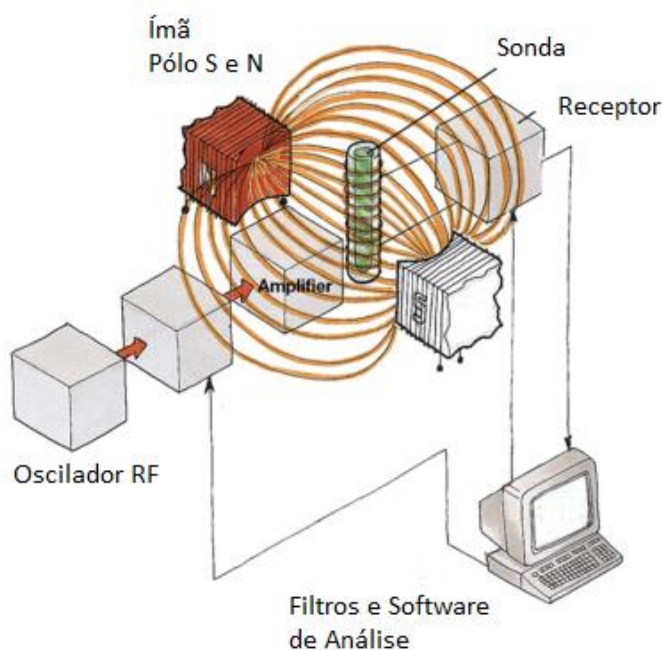


Figura 10- Principais equipamentos de análise RMN.

A sonda transceptora consiste num circuito formado por uma indutância e dois capacitores variáveis, sendo um deles em paralelo com a indutância, chamado de capacitor de *tuning*, para sintonização na frequência desejada, e o segundo capacitor em série com o circuito, para casamento de impedância com a entrada do amplificador, chamado de capacitor de *matching*.

Neste trabalho foram utilizados os equipamentos disponíveis nos laboratórios da Embrapa Instrumentação, sendo um ímã permanente de 0,282 T modelo SLK-1700C, da fabricante Spin Lock Magnetic Resonance Solution, e a sonda RMN disponível num dos laboratórios, de 110 ml de volume interno. Os equipamentos eletrônicos consistiram em um NMR Kit II, Tecmag, usando um sintetizador de frequência PTS 500, amplificador de potência 3205 AMT, um pré-amplificador Miteq AU1054, como mostrados na Figura 11.

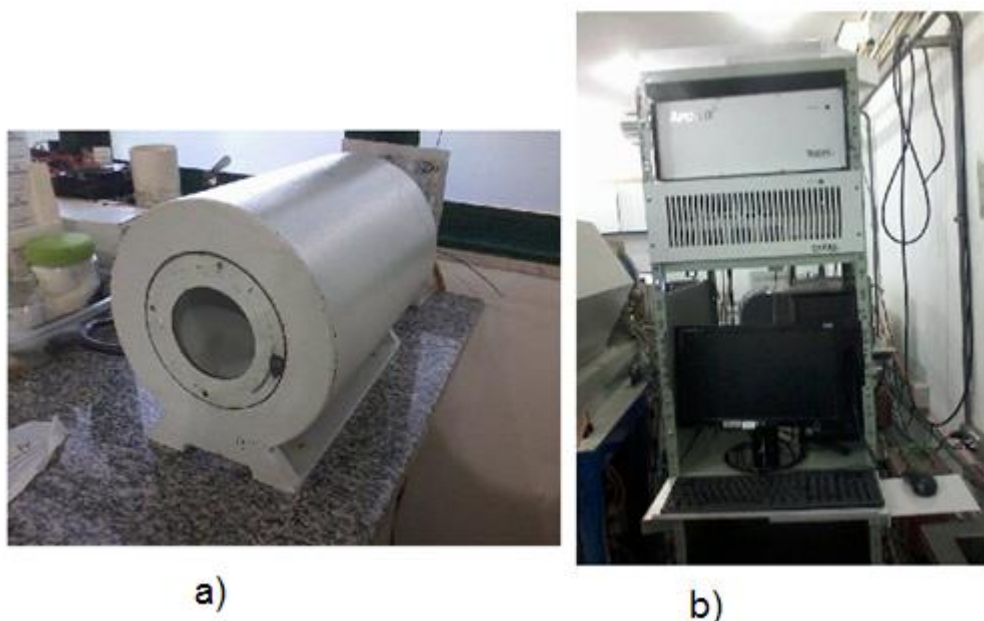


Figura 11 – Em a), o console de um espectrômetro semelhante ao utilizado para os experimentos. Em b), o magneto de ímã permanente.

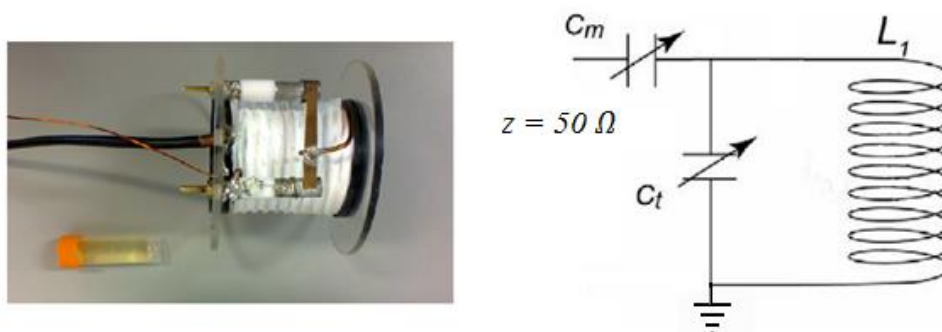


Figura 12- À esquerda, a sonda RMN, ao lado da amostra, à direita, seu respectivo circuito.

Na Figura 11 pode-se ver, à esquerda, a sonda RMN, bem como seus capacitores variáveis de *tuning* (Ct) e *matching* (Cm), o cabo coaxial de conexão com o amplificador e a amostra. À direita, o diagrama do respectivo circuito. A amostra deve ficar alojada na região central do interior da sonda, e esta última, no interior do orifício do magneto, mostrado na Figura 11.

Ao longo de todos os experimentos, a sonda foi sintonizada em frequências próximas de 12 MHz, que é a frequência de Larmor para o núcleo 1H (calculada segundo a equação 1, página 24) para o campo de 0,282 T, fornecido pelo magneto e mantendo-se a impedância do circuito da sonda na faixa de 50 Ω , casada com a entrada do amplificador. Para isto foi utilizado um equipamento varredor de RF da fabricante Morris Instruments Inc., que, instalando-se no mesmo a sonda RMN a partir de seu cabo coaxial de saída, pode-se verificar a frequência de sintonia da sonda bem como sua impedância de saída.

Na Figura 12, vemos o varredor de RF utilizado neste projeto, bem como sua tela, composta basicamente por uma linha que, à medida em que se ajustam os capacitores da sonda, se desloca horizontalmente, dando informações sobre a frequência atual de ressonância do circuito, e verticalmente, informando a impedância, havendo esta alcançado 50 Ω quando a linha toca o fim da escala.

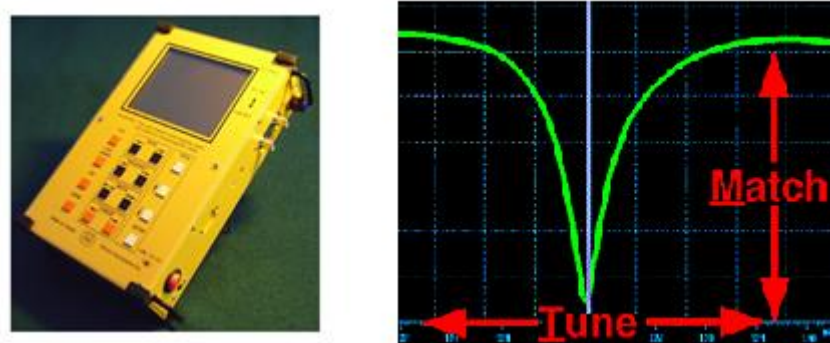


Figura 13 – Varredor de RF e seu display, com informações de frequência, largura de banda e impedância do circuito.

3.1 Relação Sinal-Ruído em RMN

Para o desenvolvimento de equipamentos para RMN, um dos parâmetros de maior importância a serem otimizados é a SNR, uma vez que esta impacta diretamente na qualidade dos dados ou mesmo imagens que se possa pretender gerar.

A fim de expressar a relação sinal-ruído, podemos utilizar a seguinte equação:

$$\frac{S}{N} \propto \frac{\omega \cdot M_0 \cdot V \cdot (B_1/I_b)}{\sqrt{4 \cdot k \cdot \Delta f \cdot R \cdot T}} \quad (5)$$

Sendo que T é a temperatura da bobina, k é a constante de Boltzmann, R é a resistência da bobina, Δf é a banda passante de frequências, é a relação entre o campo e corrente na bobinada sonda e V é o volume da amostra [10].

Para entendermos melhor o processo de geração de sinal e ruído em uma análise de RMN, tomemos como exemplo uma espira indutiva ligada em série a uma resistência e a uma tensão V, induzida pelos momentos magnéticos nucleares da amostra após o pulso de RF, como mostrado na Figura 13.

Fonte: Adaptado de [10].

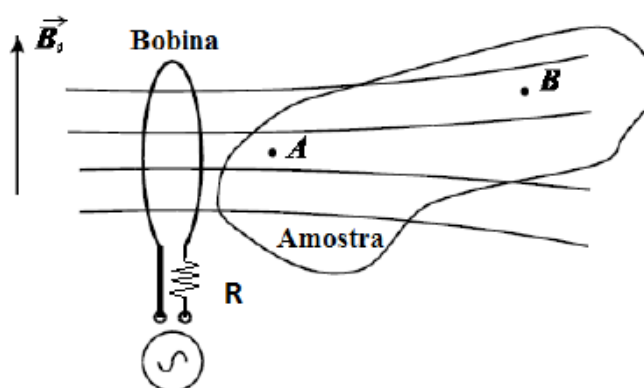


Figura 14 - Princípio da reciprocidade, estabelecendo o mesmo comportamento da bobina na transmissão e na recepção.

Considerando-se uma corrente arbitrária circulando pela espira indutiva, sabemos pela lei de Biot-Savart que um campo B será gerado com intensidade

inversamente proporcional à distância da bobina. Levando em conta dois spins nucleares nos pontos A e B, sabemos, portanto, que o campo no ponto A será maior do que no ponto B. O princípio de reciprocidade estabelece uma dependência entre transmissão e recepção do sinal [10]. Se durante a transmissão o campo gerado pela bobina no ponto A for maior do que no ponto B, durante a recepção o sinal produzido pelo spin localizado em A também será maior do que o sinal produzido pelo spin localizado em B. Desta forma, para obtermos uma bobina com alta sensibilidade é necessário maximizar a intensidade de B_1 na região da amostra [10].

Outro fator importante, e que impacta diretamente na SNR de sinais FID é o número de leituras (*scans*) realizados na aquisição do sinal. À medida que este número para uma mesma amostra é aumentado, o sinal obtido é igual para cada uma das medições, ao passo que o ruído é aleatório e irregular. Por conseguinte, a soma de sinal aumenta linearmente com o número de medições enquanto que o ruído aumenta com a raiz quadrada do número de medições. Assim, a SNR aumenta com a raiz quadrada do número de medições [11].

Uma mesma análise pode ter sua SNR incrementada proporcionalmente à raiz quadrada do número de *scans*, da seguinte forma:

$$\frac{(SNR)_1}{(SNR)_2} = \frac{\sqrt{n_1}}{\sqrt{n_2}} \quad (6)$$

O que significa que para se obter o dobro de SNR é preciso aumentar o número de *scans* em quatro vezes, se levarmos em conta apenas este fator.

Uma vez que o sinal final de FID é composto por uma soma dos sinais de vários *scans*, podemos obter uma SNR maior tanto quanto maior for número de *scans*. Consequentemente, o tempo de análise também tenderá a crescer, o que pode não ser interessante dependendo do tipo de análise a ser feita.

Muitos dos parâmetros que impactam na SNR são característicos do equipamento a ser utilizado, como o amplificador, ou então dependem da amostra, que muitas vezes não pode ser alterada. Como a SNR no interior de uma sonda RMN é proporcional a campo B_1 dividido pela corrente (I) aplicada, pode-se inferir que o ganho de SNR será muito maior para uma bobina pequena, uma vez que é

inversamente proporcional ao volume da bobina, para uma mesma potência aplicada [12].

3.1.1 A Solução por Acoplamento Indutivo

Conforme explicado anteriormente, uma amostra muito pequena em relação ao volume da sonda e, conseqüentemente, distante de suas espiras se colocada no centro das mesmas, acarreta em uma baixa sensibilidade na medição da RMN, prejudicando assim a SNR do sinal lido. Uma solução para este problema baseia-se na instalação junto à sonda de uma segunda bobina, de dimensões compatíveis com as da amostra. Esta solução leva a um aumento do campo B_1 no interior da sonda e, proporcionalmente, um aumento da SNR, por uma fração do custo necessário para a aquisição ou a fabricação de uma nova sonda, em tamanho reduzido [12].

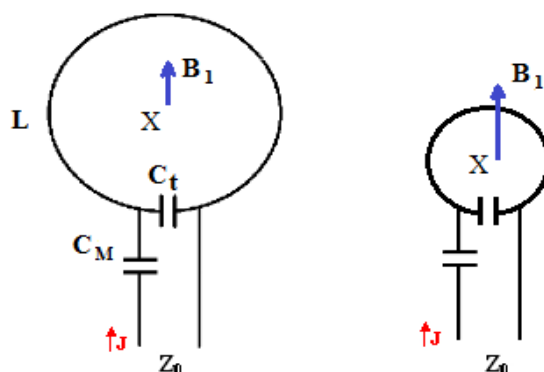


Figura 15 – Comportamento do campo magnético proveniente da amostra sobre bobinas de diferentes diâmetros.

Quando a bobina é sintonizada na frequência de Larmor dos núcleos em análise da amostra e configurada a uma certa impedância Z_0 , após a aplicação do campo B_1 , o sinal de RF vindo da amostra com uma potência P provoca na bobina uma corrente J . Suponhamos agora que se reduza o diâmetro da bobina por um fator F e a configure novamente à impedância Z_0 . Então, com uma mesma potência de sinal P vindo da amostra, teremos na bobina a mesma corrente J , porém, de acordo com a equação de Biot-Savart, o campo magnético B_1 gerado é maior por um

fator F . Conseqüentemente, ter-se-á uma sensibilidade aumentada por um fator F [17].

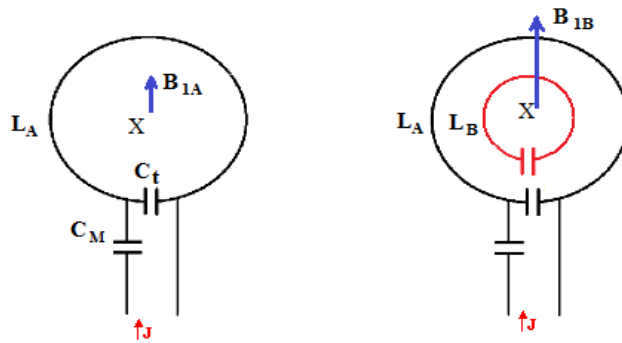


Figura 16 – Comportamento do campo magnético proveniente da amostra em uma sonda com e sem a bobina de acoplamento.

Consideremos agora a situação mostrada na Figura 15. Quando uma bobina é inserida dentro de uma outra maior, no nosso caso, a sonda RMN, as duas bobinas se tornam indutivamente acopladas. No momento em que a amostra está emitindo o sinal RMN, o valor do campo de RF gerado em um ponto X no interior da bobina interna dever ser bem maior do que no arranjo com única bobina [17].

3.2 A Construção da Bobina de Acoplamento

A bobina auxiliar, a ser instalada no interior da sonda e, a partir da qual, será transmitido o sinal RMN da amostra, é chamada de bobina de acoplamento, formada pela indutância L_2 e a capacitância C_2 .

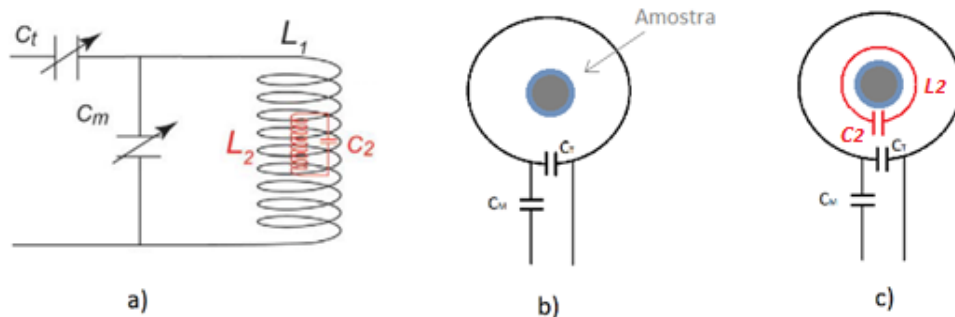


Figura 17 – a) Diagrama do circuito da sonda com o circuito de bobina auxiliar acoplada b) Diagrama indicando o tamanho da amostra em relação à sonda. c) Melhoria do fator de preenchimento com uso de bobina auxiliar acoplada.

O tamanho da bobina de acoplamento foi pensado de tal forma a maximizar o fator de preenchimento, dado pela relação entre o volume da amostra e o volume interno da bobina, mantendo a amostra ocupando o máximo possível do volume interior da bobina.

Para isto, foi escolhido como base para a fabricação da mesma um tubo de PVC de diâmetro interno de 25,4 mm (1 pol.). Devido à diferença de diâmetros entre a bobina de acoplamento e a sonda (125 mm), foi necessária a confecção de um par de flanges em material acrílico, servindo de suporte para que a bobina de acoplamento ficasse alojada no centro da sonda.



Figura 18 – A bobina de acoplamento desenvolvida para o experimento.

Na Figura 17, vemos a bobina montada, já com as flanges de acrílico, ao lado da amostra, formada por uma ampola de óleo de soja.

O próximo passo, após a definição das dimensões mecânicas da bobina, é calcular o valor das indutâncias e capacitâncias a serem instaladas, de forma a se manter uma frequência de ressonância sintonizada em 12 MHz.

A indutância de uma bobina depende da maneira como ela é construída, ou seja do seu formato, número de espiras e eventual existência de um núcleo de material ferroso ou outro material que apresente propriedades magnéticas específicas. No caso da bobina construída, inicialmente partiu-se com uma configuração de 24,5 mm de diâmetro (o mesmo diâmetro do tubo PVC) por 30 mm de comprimento, 12 voltas, formada por um fio de cobre AWG 18, de 1,024 mm de diâmetro.

Como não foi possível se obter um método exato para o cálculo de indutância de uma bobina e o fato da mesma depender de muitos fatores, cujos parâmetros são pouco conhecidos, como a permeabilidade magnética no material PVC, partiu-se para uma solução no sentido oposto: Uma vez construída a bobina com valores arbitrários de números de voltas ou comprimento, instalou-se na mesma um capacitor de capacitância conhecida, formando-se assim um circuito LC e, de posse de um osciloscópio e um gerador de sinais, foi possível determinar a frequência de ressonância do circuito e, a partir desta informação, mais o valor da capacitância, foi possível conhecer então a indutância da bobina.

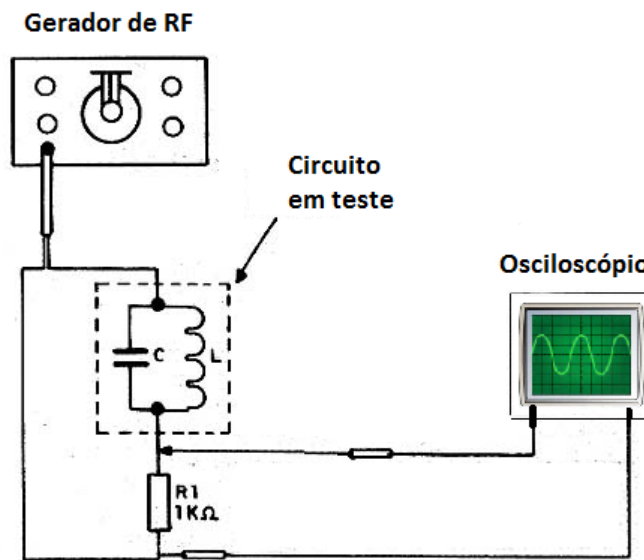


Figura 19– Método de aferição da frequência de ressonância de um circuito LC.

A frequência ressonância do circuito LC pode ser determinada da seguinte maneira: Inicialmente ajusta-se o nível de sinal do gerador de modo a obter uma leitura cômoda de tensão para o osciloscópio, devidamente configurado para a visualização dos sinais. Partindo-se de uma frequência mais baixa, na ordem de alguns poucos MHz, aumenta-se lentamente a frequência no gerador de RF, ao mesmo tempo em que se observa o osciloscópio.

Em determinando instante é possível observar uma súbita queda de tensão no circuito, indicada pelo osciloscópio. Ajustando o gerador de RF até que o sinal observado no osciloscópio seja o menor possível, encontra-se, desta forma, a frequência de ressonância do circuito LC. Isto ocorre porque na frequência de

ressonância o circuito apresenta máxima impedância e a corrente que passa no circuito, portanto, mínima, fazendo com que a corrente sobre o resistor de 1kΩ seja muito pequena e, portanto, a queda de tensão na resistência lida pelo osciloscópio seja pequena.

Sabendo-se que frequência de ressonância de um circuito LC é dada pela seguinte equação:

$$f_r = \frac{1}{2\pi\sqrt{LC}} \quad (7)$$

Seguindo o método descrito anteriormente e, partindo-se de uma capacitância conhecida de 10 pF, chega-se a uma frequência de ressonância de 46,98 MHz. Utilizando-se a equação (6), concluímos que o valor da indutância da bobina construída é de 1,15uH.

Ainda utilizando-se a equação (6), pode-se prever que, para uma frequência de 12 MHz, seria necessária uma capacitância de 150 pF.

Após poucos ajustes, devido à variação das capacitâncias utilizadas, foi concluída a montagem da bobina de acoplamento, dando-se início aos testes.

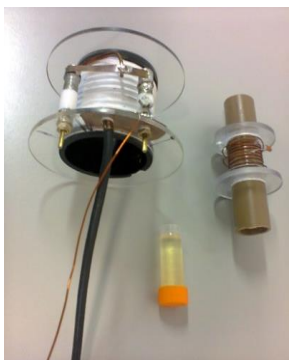


Figura 20 – À esquerda, a sonda RMN. À direita, a bobina de acoplamento desenvolvida. À frente, a amostra.

3.3 Aquisição do Sinal de RMN

Uma vez montada a aparelhagem, deu-se início às primeiras aquisições de sinais de RMN, inicialmente, sem a bobina de acoplamento, com a amostra suspensa no interior da sonda e posicionada no centro da mesma.

Nesta etapa procurou-se conhecer as propriedades da sonda RMN disponível no laboratório utilizando-se também outros tipos de amostras, de volume apropriado para a maximização do fator de preenchimento e, conseguindo-se então, sinais de FID em boa resolução.

O console de operação do espectrômetro é semelhante ao mostrado na Figura 11 onde pode-se observar o computador e, acima deste, o conjunto de amplificadores. No computador está instalado o software Tecmag NTNMR, a partir do qual é possível configurar uma série de parâmetros utilizados na análise, dentre os quais podemos citar:

- A frequência observada: Ou seja, em qual frequência o software realizará a leitura do sinal;
- Número de pontos de aquisição de sinal para um dado tempo de aquisição;
- Número de leituras (scans);

O processo de aquisição de dados em um sinal FID ocorre no computador do equipamento de espectroscopia RMN. A aquisição de dados para a composição do sinal de FID segue a seguinte sequência:

1. Espera-se um período de tempo correspondente ao tempo de relaxamento esperado para a amostra
2. Envia-se um pulso de curta duração, na frequência pré-estabelecida, e alta potência para a bobina da sonda, que irá excitar os núcleos em análise.
3. Detecta-se na entrada do amplificador o sinal de decaimento indutivo livre (FID) vindo da bobina da sonda.
4. Amplifica-se o sinal de FID, que é de baixa potência
5. Converte-se o sinal de FID em um sinal de tensão elétrica

6. Faz-se o processo de amostragem do sinal em intervalos pré-definidos
7. Armazena-se o sinal amostrado e digitalizado na memória do computador, somando-se o sinal atual à soma de sinais já armazenada.
8. Repete-se os passos de 1 a 8 por quantos forem *scans* forem desejados [14].

O sinal de FID é composto por duas componentes de RF, deslocados de 90° de fase um do outro. O resultado da mistura dos dois sinais é a diferença entre a frequência FID e a frequência de referência, que determina a janela espectral. Convenciona-se chamar este sinal de referência como a parte real do FID, enquanto que o sinal avançado de 90° é chamado de parte imaginária do FID.

A parte real contém o sinal de absorção, que provê os picos normalmente associados ao espectro. A parte imaginária do sinal contém o sinal de dispersão, derivado do sinal de absorção [15].

O software NTNMR permite que na tela principal seja observado a composição do sinal de FID durante o processo de aquisição de dados, em que ao longo dos *scans*, os sinais lidos vão sendo somados e, ao final do processo, é oferecido o sinal final composto, como pode ser visto na Figura 20. Uma vez reconhecido o pico de sinal, é possível separá-lo da zona do ruído e, por meio de uma de suas ferramentas, não apenas saber o valor RMS, tanto do sinal, quanto do ruído, mas também obter a SNR. O software permite também a exportação do sinal final para arquivo de texto, o que possibilita análise dos dados em outros softwares, como o Origin ou Microsoft Excel.

No presente trabalho, para fins de cálculo de SNR, foram considerados apenas os valores reais do sinal de FID.

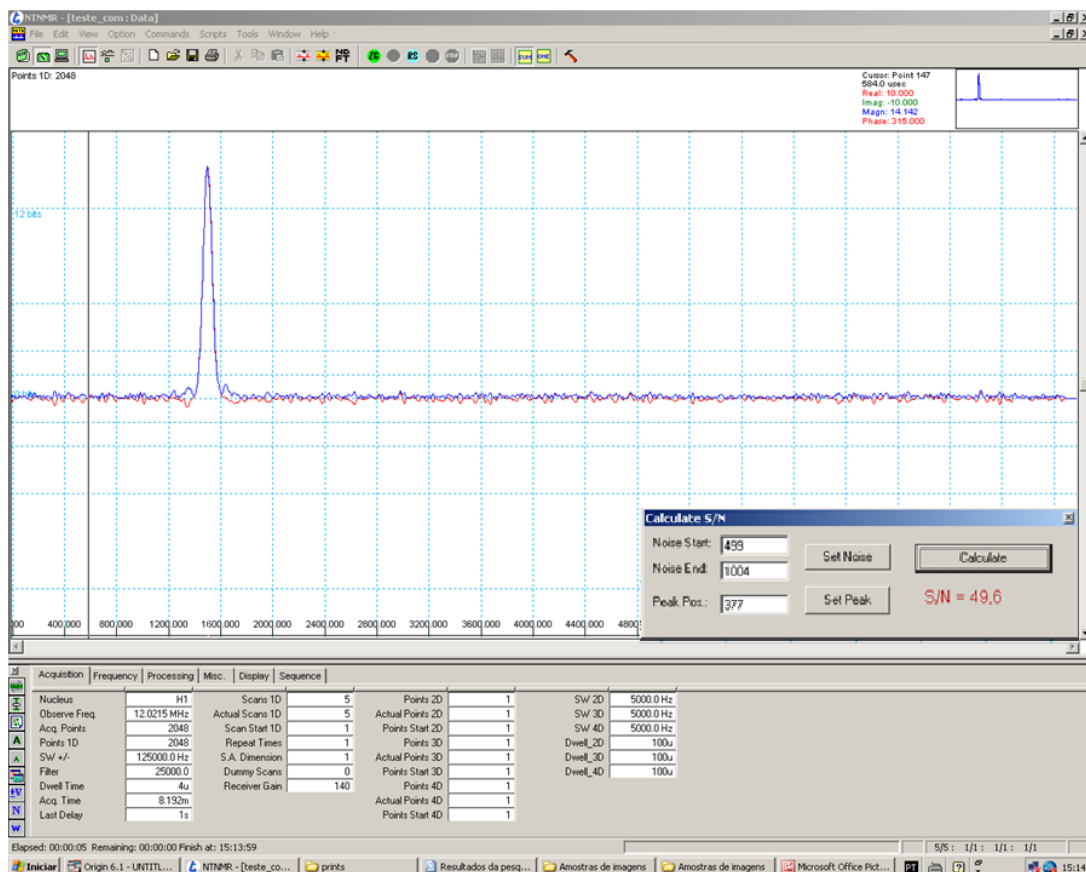


Figura 21 – Tela principal do software NTNMR, exibindo um sinal de FID.

Na Figura acima, uma imagem da tela principal do software NTNMR, com destaque para a ferramenta que permite calcular a SNR de sinais de FID.

Com este software, é possível configurar os parâmetros para a análise RMN. Neste projeto, para cada *scan* o sinal foi adquirido em 2048 pontos espaçados em 4 μ s (*dwell time*) e utilizado um conversor AD de 12 bits.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Foram realizadas leituras de sinais FID da amostra padrão com e sem a utilização da bobina de acoplamento. Os sinais armazenados pelo software foram exportados para arquivo de texto e tratados por meio do Microsoft Excel, em seguida, foram gerados gráficos destes sinais, normalizados de acordo com seus valores máximos e sobrepostos afim de se obter uma boa visualização do efeito da técnica em questão sobre a SNR dos sinais.

Para a determinação da SNR dos experimentos, foi utilizada uma ferramenta do software NTNMR que calcula os valores RMS (*Root Mean Square*) de sinal e ruído que, para o caso discreto, de forma que a SNR pode ser calculada segundo a seguinte equação:

$$SNR = \frac{S_{RMS}}{N_{RMS}} = \frac{\sqrt{\frac{1}{n} \sum_{k=1}^n S_k^2}}{\sqrt{\frac{1}{n} \sum_{k=1}^n N_k^2}} \quad (8)$$

A tabela 1 expõe de maneira comparativa, os valores obtidos de SNR dos sinais de FID com e sem a bobina de acoplamento, para várias análises e com crescente número de *scans*:

Com bobina de acoplamento		Sem bobina de acoplamento	
N	SNR	N	SNR
5	46,8	5	13,7
10	78,2	10	18,7
25	80,2	25	23,9
50	118,0	50	30,0
100	156,0	100	46,2
150	212,8	150	62,4
200	231,6	200	74,6
250	276,5	250	86,5
300	311,2	300	95,8
350	342,5	350	104,6

Tabela. 1- SNR de análises feitas com e sem a bobina de acoplamento, em função do número de *scans* (N).

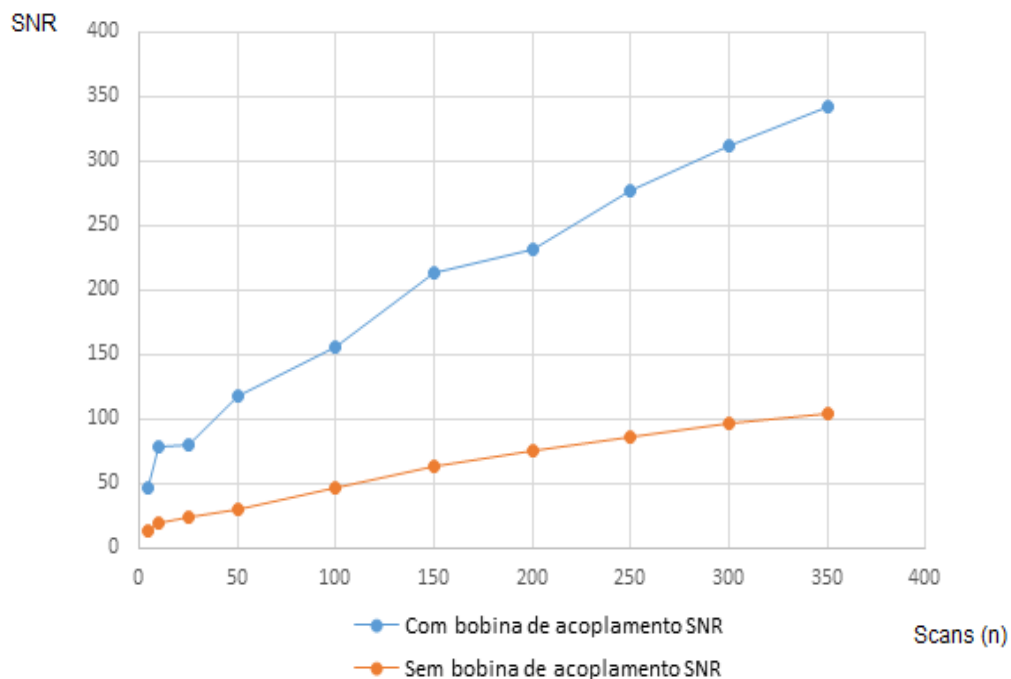


Figura 21 – SNR em função do número de *scans*, com e sem bobina de acoplamento.

A partir do gráfico mostrado na Figura 21, pode-se verificar de forma intuitiva o efeito da utilização da bobina de acoplamento sobre a SNR, que cresce proporcionalmente à raiz quadrada do número de *scans*, de acordo com o previsto pela equação 6.

Em uma das análises realizadas, foram exportados para arquivo de texto os dados dos sinais de FID e montou-se uma tabela com valores normalizados pelo maior valor, em passos de 4 μ s, tanto para o caso com a bobina de acoplamento, quanto sem. Com os valores desta tabela foi montado o gráfico mostrado na Figura 22:

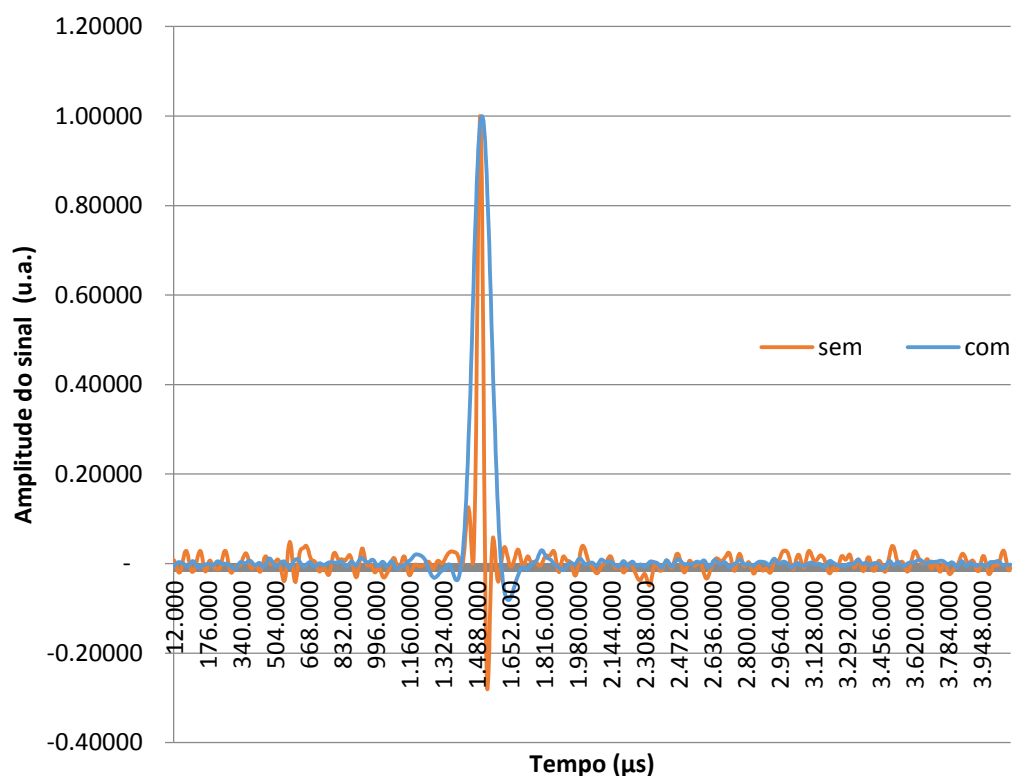


Figura 22 - Gráfico do sinal ponderado de FID com e sem a bobina de acoplamento.

Pela Figura 22 é possível perceber que a utilização da bobina de acoplamento produziu como efeito uma diminuição considerável dos níveis de ruídos em relação à máxima intensidade do sinal. Para este caso específico, o sinal de FID utilizando-se da bobina de acoplamento, a SNR foi de 78,2 e quando a mesma não foi utilizada, a relação sinal-ruído foi de 18,7.

Em média, a utilização da bobina de acoplamento possibilitou um ganho de 3,5 vezes na SNR, o que, fazendo uso da equação 6 (página 35), permite-se afirmar que uma análise pode ser feita com cerca de 12 vezes menos *scans* para se obter uma mesma SNR, possibilitando ganhos de tempo na análise na mesma proporção.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

A solução implementada no presente trabalho para a melhoria da SNR em sondas RMN se mostrou eficaz, confirmando os resultados positivos alcançados por projetos semelhantes desenvolvidos. O ganho em SNR possibilita, em aplicações comuns de espectroscopia RMN, um ganho significativo de tempo nas análises, o que permite que a solução seja viável, por exemplo, no caso da utilização da tecnologia de RMN pela indústria, que pode demandar um número grande de análises, para fins de qualidade ou controle de variados tipos de produto, em cuja análise pode ser indicado o uso da espectroscopia.

Os resultados alcançados por este projeto permitiram a verificação da técnica do acoplamento indutivo em sondas RMN, focando-se no aspecto da SNR, havendo ainda outras possibilidades futuras de se explorar o tema, levando em conta outros aspectos, como a questão dos fatores de qualidade das bobinas ou um próprio aprofundamento em questões relativas ao efeito das indutâncias mútuas envolvidas.

6 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] C. B. d. S. Silva, “Processamento de sinais de ressonância magnética nuclear usando classificador neural para reconhecimento de carne bovina,” Dissertação – Universidade de São Paulo, São Carlos, 2007.
- [2] J. C. Edwards, “Principles of NMR,” [Online]. Available: <http://www.process-nmr.com/nmr1.htm> [Acesso em 31 de Outubro de 2015]
- [3] D. Papoti, “Desenvolvimento de bobinas de RF transmissoras e receptoras do tipo phasedarrays para experimentos de imagens por ressonância magnética em ratos,” Tese - Universidade de São Paulo, São Carlos, 2011.
- [4] L. A. C. Lucinéia Vizzotto Marconcini, “Análise quantitativa de pequenas amostras por RMN em baixa resolução usando bobinas acopladas indutivamente,” Curitiba, 2010.
- [5] L. A. COLNAGO, L. A. FORATO, R. R. TULLIO e G. M. d. CRUZ, “Novas metodologias para avaliar a qualidade da carne - avaliação da qualidade da carne e derivados pela ressonância magnética nuclear.” 2006.
- [6] F. Z. Ribeiro, “Avaliação da qualidade de frutas por Ressonância Magnética Nuclear em baixa resolução,” Dissertação - Universidade de São Paulo, São Carlos, 2008.
- [7] A. A. Mazzola, “Princípios Físicos da Ressonância Magnética,” [Online]. Available: http://rle.dainf.ct.utfpr.edu.br/hipermidia/images/documentos/Principios_fisicos_da_ressonancia_magnetica.pdf [Acesso em 31 Outubro 2015].
- [8] C. J. d. Nascimento e C. B. Jr., “Ressonância Magnética Nuclear: Gradus Primus,” Biotecnologia Ciência & Desenvolvimento, nº 21, p. 52, Julho - Agosto 2001.
- [9] T. J. Bonagamba e M. d. R. Zucchi, “Prática: Ressonância Magnética Nuclear - RMN,” em Laboratório Avançado de Física Laboratório de Ensino do IFSC-USP.
- [10] “O sinal da ressonância magnética,” [Online]. Available: http://www.cetac.com.br/informacoes_academicas4.htm. [Acesso em 31 de Outubro de 2015]
- [11] R. Micena, M. Miranda, L. Forato, R. Bernardes-Filho e L. Colnago, “Melhoria da relação sinal-ruído de sonda RMN por meio de acoplamento indutivo,” In: Simpósio Nacional de Instrumentação Agropecuária, São Carlos, 2014.

- [12] “NMR Data acquisition,” [Online]. Available: cbc.arizona.edu/rss/nmr/pdfs/params.pdf. [Acesso em 31 Outubro 2015].
- [13] A. McHutchon, “RLC Resonant Circuits,” [Online]. Available: <http://mlg.eng.cam.ac.uk/mchutchon/ResonantCircuits.pdf>. [Acesso em 31 Outubro 2015].
- [14] [Online]. Available: <http://www.chm.davidson.edu/vce/NMR/PhaseAngle.html>. [Acesso em 31 Outubro 2015].
- [15] S. SÝKORA, “Antenna Reciprocity Theorem in Magnetic Resonance” [Online]. Available: http://www.ebyte.it/library/educards/nmr/Nmr_AntennaTheorem.html [Acesso em 31 de Outubro 2015]

