

# science deep tech and innovation

## 4ª O2I OFICINA DE INSTRUMENTAÇÃO E INOVAÇÃO



Josie P. Silva<sup>1</sup> · Eldues O. Martins<sup>2</sup> · R. S. Sarthour<sup>1</sup> · Ivan S. Oliveira<sup>1</sup> · Alexandre. M. Souza<sup>1</sup>

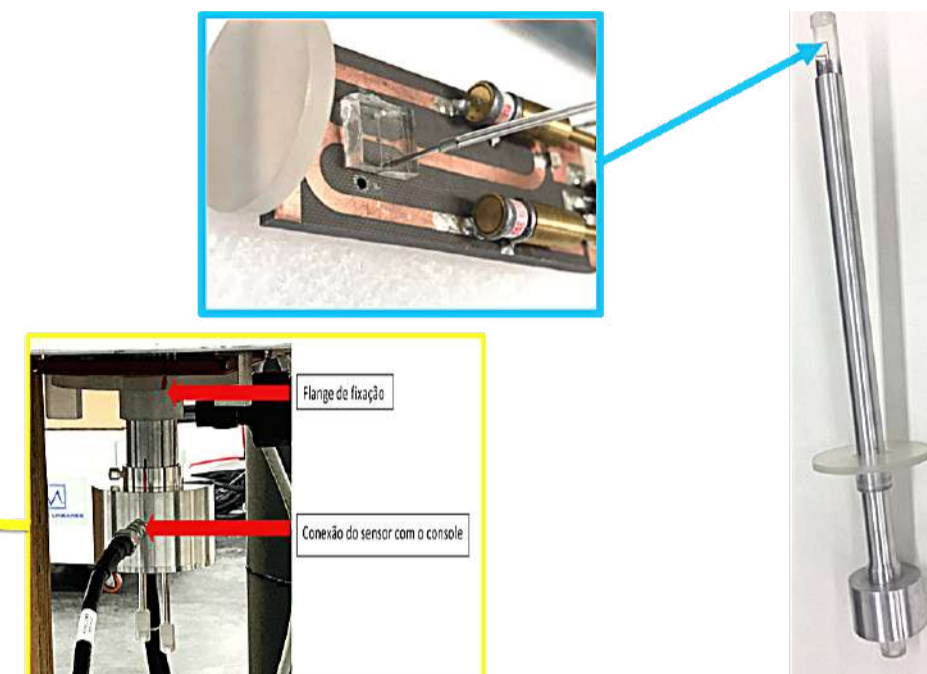
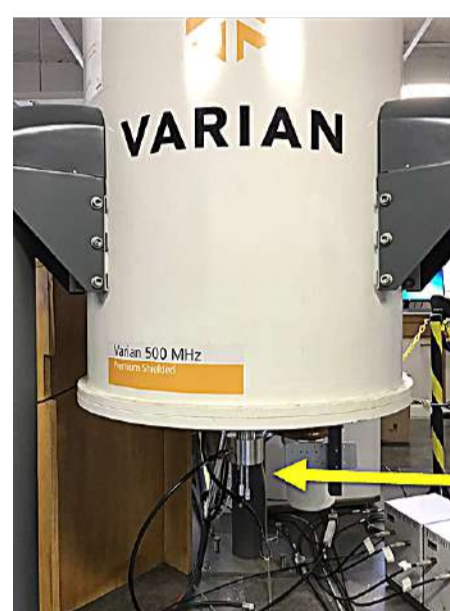
<sup>1</sup>Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear, Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas  
<sup>2</sup>Centro de Pesquisas Leopoldo Miguez de Mello, Petróleo Brasileiro S.A.

### Introdução

Em um espectrômetro de RMN a excitação e detecção do sinal são feitas através de uma sonda, que de maneira simplificada consiste de um circuito ressonante e seu invólucro.

A técnica de RMN é amplamente utilizada em diversos campos de pesquisa, nas mais variadas aplicações, desde física, biologia e química. Entretanto a técnica já consagrada por sua aplicabilidade possui limitações relacionadas à sua sensibilidade. Primordialmente existem dois meios para chegarmos aos limites da técnica: aumentarmos o campo externo B0 ou aumentar a polarização dos spins com técnicas de hiper polarização. Para amostras com volume pequenos (micro e nano) microressonadores/microbobinas aumentam a sensibilidade da técnica possibilitando uma maior capacidade de interação, ou seja um melhor acoplamento entre o circuito ressonante e a amostra. [1-7]

Neste projeto pretendemos construir sondas com sistemas de microfluídica e posteriormente desenvolver aplicações.

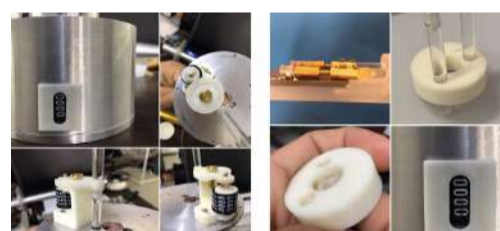


### Objetivo

No presente trabalho temos como objetivo apresentar o desenvolvimento de uma sonda para investigação de micro e nano amostras por espectrometria de ressonância magnética nuclear (RMN). A mesma foi projetada para operar em alto campo com magneto de 11.7 T, sintonizada em 500MHz com processamento de sinal realizado pelo console da Bruker, integrada com um sistema de microfluídica que possibilita medidas online com volumes inferiores à 50 nanolitros e fluxo laminar. A construção da sonda pode ser dividida em três grandes partes sendo elas o corpo da sonda, o circuito ressonante e o sistema de amostragem.

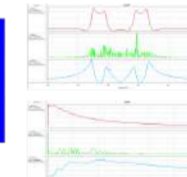
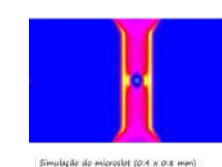
### Componentes Mecânicos

O corpo da sonda é constituído por um conjunto de componentes mecânicos fabricados com o objetivo de criar o acoplamento do sensor ao magneto, é a interface que permite a perfeita integração do sensor com o espectrômetro. É a estrutura mecânica necessária para fixar, dar suporte à amostra em uma posição específica do magneto, uma bobina que irá interagir com a amostra, um capacitor variável e uma linha de transmissão de rádio frequência. [8]



### O Sensor: Microressonador planar (Simulação, designer e fabricação)

O sensor de RMN (circuito RLC) é a parte da sonda que interage com a amostra, através dele são aplicados os pulsos (transmissão de radiações eletromagnéticas), absorção e reflexão desta energia. Simulações eletromagnéticas foram feitas com o software Ansoft HFSS (High Frequency Structure Simulator), que utiliza o método numérico das diferenças finitas. Nas simulações realizadas para o circuito projetado, é possível observar que o campo magnético produzido no microressonador planar é concentrado na região ao redor do microslot (parte da estrutura planar que se comporta como um indutor).

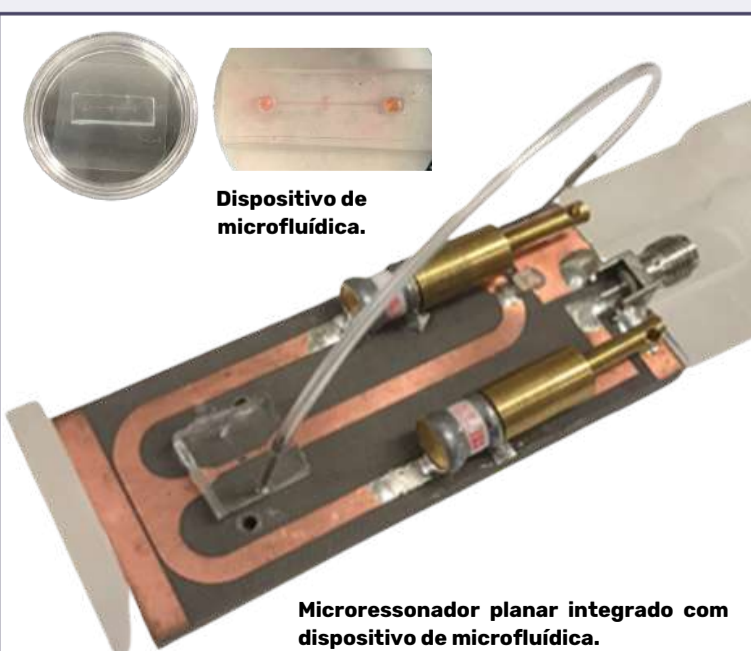
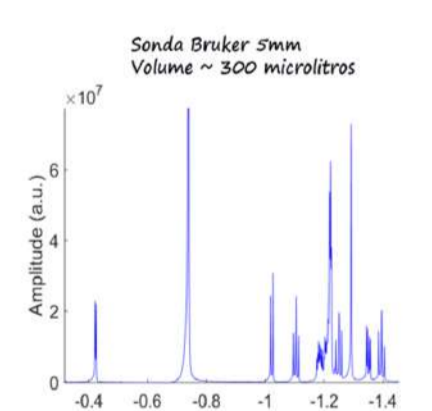
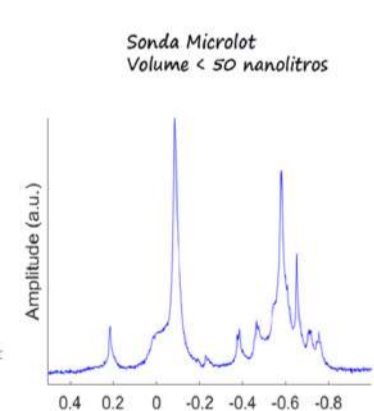
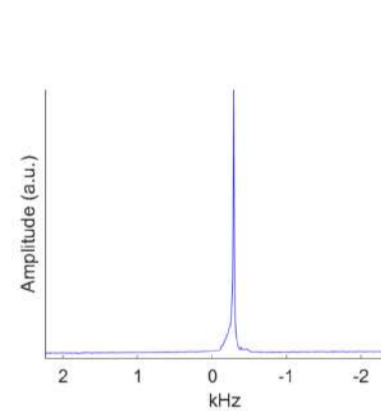
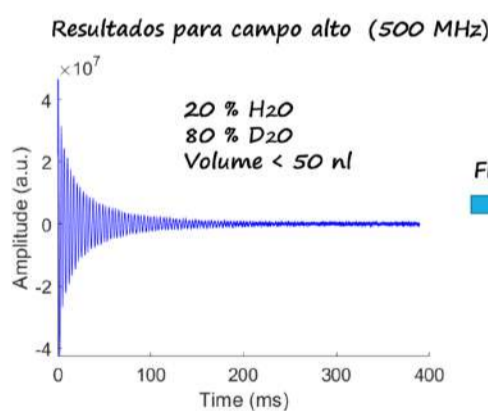
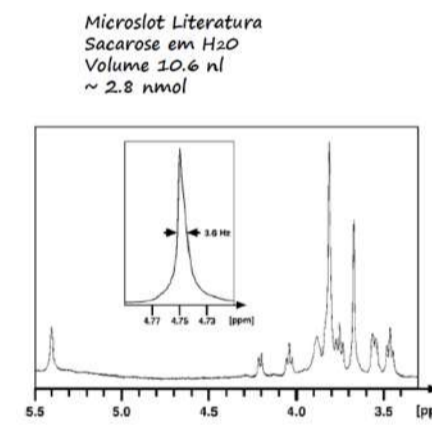
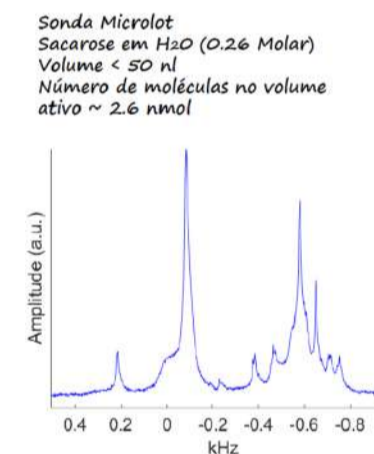
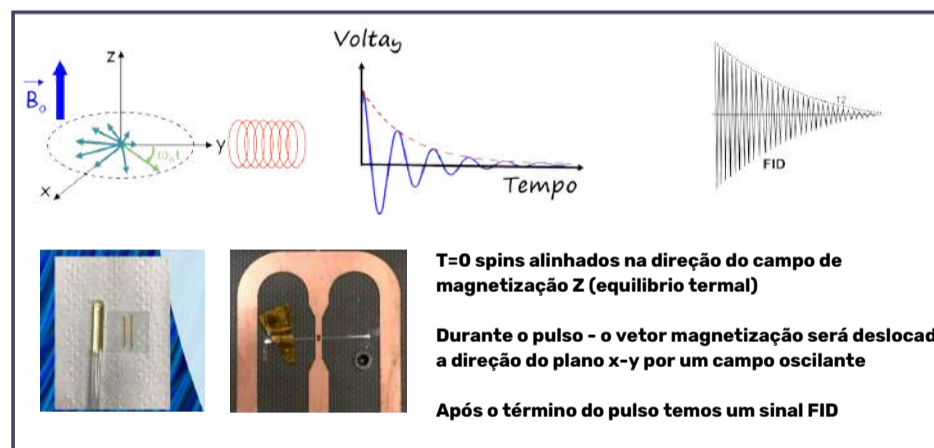


### Resultados

Com a sonda fabricada realizamos alguns testes e em seguida a mesma foi colocada em operação.

Foram realizadas algumas medidas com amostras padrão, em alto campo, compostas por 20 % H2O diluída em 80% de D2O com um volume menor que 50 nanolitros, realizamos também medidas de sacarose diluída em H2O com volume menor que 50 nanolitros e aproximadamente 2.6 nanomol de moléculas no volume ativo. Os resultados obtidos nas medidas realizadas dentro do período serão mostrados nas figuras que seguem lado.

Comparando-as com outras medidas realizadas é possível avaliarmos que a sonda está operando conforme esperado, ajustes no tratamento das amostras e no tratamento do sinal medido estão sendo implementados afim de obtermos maior precisão nos espectros.



### Conclusão e Perspectivas

- Neste trabalho desenvolvemos uma sonda de RMN para alto campo;
- Resultados preliminares mostram que uma pequena quantidade de amostra em tubos capilares pode ser medida com esta sonda;
- Desenvolvemos um dispositivo de microfluídica para ser acoplado a sonda;
- Pretendemos como próximo passo do trabalho testar os dispositivos de microfluídica na sonda microslot e posteriormente desenvolver aplicações.

### Agradecimentos

A Petrobras aqui representada por Eldues Martins pela parceria estabelecida e pelo financiamento do projeto de pesquisa.  
A equipe do Litmec, em especial à Barbara Aguiar, Elmo Brandão, Ronaldo Soares e Rodrigo Felix.  
À toda equipe do Labnano e do Magdyn, em especial à Roberta Dutra, Juciane Alves, Adnan Syed, Rubem Sommer e João Paulo Sinnecker.

### Literatura relacionada

- [1] Sergey S. Zalesskiy et al Miniaturization of NMR Systems: Desktop Spectrometers, Microcoil Spectroscopy, and "NMR on a Chip" for Chemistry, Biochemistry, and Industry Chem. Rev., 2014, 114 (11), pp 5641-5694
- [2] Raluca M. Fratila and Aldrik H. Velders. Small-Volume Nuclear Magnetic Resonance Spectroscopy Annu. Rev. Anal. Chem. 49 4 (2011)
- [3] Michael E. Lacey et al. High-Resolution NMR Spectroscopy of Sample Volumes from 1 nL to 10 µL. Chem. Rev. 99, 3133 (1999)
- [4] Hakho Lee, Eric Sun, Donhee Ham & Ralph Weissleder. Chip-NMR biosensor for detection and molecular analysis of cells. Nature Medicine 14 869 (2008)
- [5] Nan Sun et al Palm NMR and 1-Chip NMR. IEEE Journal of Solid State Circuits. 46, 1, (2011).
- [6] Y. G. Maguire, Microslot- scalable eletromagnetic instrumentation, Tese de Doutorado, MIT-USA (2007)
- [7] Maguire, Y., Chuang, I.L., Zhang, S. & Gershenfeld, N. Proc. Natl. Acad. Sci. USA 104, 9198-9203 (2007).
- [8] Doty, F David. " Probe design and construction." (2007).