

Emprego de sais inorgânicos como agentes de deslocamento químico em RMN de ^1H .

Guilherme Purcote dos Santos (IC)*, Caroline Werner Pereira da Silva (IC), Andersson Barison (PQ) e Fabio Simonelli (PQ). * gpurcote@quimica.ufpr.br

Laboratório de RMN e Laboratório de Síntese Orgânica, Departamento de Química – UFPR, Curitiba/PR.

Palavras Chave: RMN, RMN de ^1H , agentes de deslocamento químico.

Introdução

Classicamente, complexos contendo európio, praseodímio e itérbio foram extensivamente utilizados como agentes de deslocamentos químico para descongestionar os sinais nos espectros de RMN de ^1H , principalmente antes do desenvolvimento de magnetos de alto campo.¹ No entanto, mesmo em altos campos frequentemente são observadas sobreposição de sinais de RMN de ^1H de amostras em soluções aquosas. Por outro lado, as frequências de ressonância de hidrogênios individuais nos espectros de RMN de ^1H podem ser alteradas pela mudança da constante dielétrica do meio, através da adição de sais inorgânicos.² O estudo sistemático de sais inorgânicos, com este objetivo tem sido pouco explorado na literatura. Desta forma, o objetivo desse trabalho é estudar o efeito da adição de sais de metais alcalinos e de transição nos deslocamentos químicos de RMN de ^1H de compostos orgânicos em soluções aquosas, inicialmente utilizando-se sacarose e glucose, a fim de verificar a sua aplicação em análises de rotina.

Resultados e Discussão

Os espectros de RMN de ^1H foram obtidos a 400 MHz, pela dissolução de 10 mg de sacarose ou glucose em 0,6 mL de D_2O , contendo TMS- d_4 como referência (0,0 ppm), em tubos de RMN de 5 mm. Após a obtenção do espectro de RMN de ^1H desta solução foram adicionados sucessivamente 10 mg até um total de 50 mg dos sais de LiCl, NaCl, KCl, CeCl_3 e CoCl_2 e novos espectros foram obtidos.

A figura 1 mostra o descongestionamento parcial dos sinais na região de 3,70 – 4,00 ppm no espectro de RMN de ^1H da sacarose, após adição de NaCl ou CeCl_3 . Este efeito tem sido proporcional a quantidade de sal acrescentado. Por outro lado, alguns sais tais como CoCl_2 , causaram perda de resolução, além de dificultar o ajuste do campo magnético (*shimming*). Outro efeito observado, bastante interessante, foi a alteração na frequência de ressonância apenas do sinal da água, proporcional a quantidade de sal adicionado (Figura 2), demonstrando que o método pode ser utilizado para observar sinais sobrepostos a este.

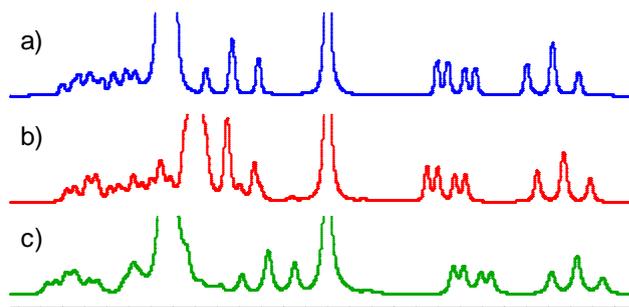


Figura 1. Espectros de RMN de ^1H da sacarose na ausência de sal (a) e após adição de NaCl (b) ou CeCl_3 (c).

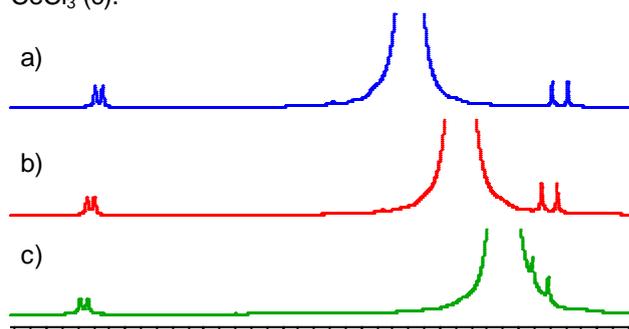


Figura 2. Espectros de RMN de ^1H da glucose na ausência de sal (a) e após adição de 20 (b) e 40 (c) mg de NaCl.

Conclusões

Alguns dos sais estudados se mostraram promissores como agentes de deslocamento químico. Na continuação do estudo serão realizados novos testes utilizando outros sais e também investigar o efeito sobre outras substâncias, visando desenvolver métodos práticos e simples para descongestionar os sinais nos espectros de RMN de ^1H de soluções aquosas.

Agradecimentos

UFPR, CNPq, CAPES e FINEP.

¹ Günther, H. NMR Spectroscopy: Basic principles, concepts, and applications in chemistry. 2nd Ed., Ed. John Wiley & Sons, 1995.

² Holwerda, D. L.; Ellis, P. D.; Wuthier, R. E. *Biochemistry* **1981**, 20, 418.