

Estudo sobre efeitos de suscetibilidade magnética em espectros de RMN de sólidos

Ingrid N. Lopes (IC)*¹, João Vitor P. Vetoracci (IC)¹, Daniel F. Cipriano (PQ)¹, Jair C. C. Freitas (PQ)¹

ingrid.lopes@edu.ufes.br

¹Laboratório de Materiais Carbonosos e Cerâmicos - LMC, Departamento de Física, Universidade Federal do Espírito Santo, Av. Fernando Ferrari, 514, CEP 29075-970, Vitória-ES.

Palavras Chave: RMN, grafite, suscetibilidade magnética, anisotropia.

Introdução

A espectroscopia de ressonância magnética nuclear (RMN) no estado sólido tem se destacado como uma ferramenta poderosa para caracterização de materiais de carbono. No entanto, muitos desses materiais - como o grafite e os materiais grafiticos - apresentam suscetibilidade magnética volumétrica anisotrópica (ABMS, do inglês anisotropic bulk magnetic susceptibility), introduzindo perturbações significativas nos espectros de RMN de sólidos [1]. Neste trabalho, a espectroscopia de RMN de ³¹P no estado sólido foi utilizada para observar as manifestações dos efeitos ABMS em misturas contendo NH₄H₂PO₄ e grafite em diferentes concentrações.

Resultados e Discussão

Os espectros de RMN de ³¹P com polarização cruzada (CP) e rotação em torno do ângulo mágico (MAS) [2], das amostras de NH₄H₂PO₄ misturadas com diferentes concentrações de grafite (0 a 25,0% em massa) são mostrados comparativamente na Figura 1-a, tornando possível observar um aumento da largura de linha dos picos registrados em função do aumento da concentração de grafite. A largura à meia altura variou de 124 Hz para a amostra de NH₄H₂PO₄ pura até 2314 Hz para a amostra com 25% de grafite, um aumento de aproximadamente 18 vezes. Paralelamente a esse alargamento, foi observada uma redução nos valores de deslocamento químico isotrópico, como mostrado na Figura 1-b. Esses resultados mostram claramente as manifestações dos efeitos ABMS que não são suprimidos pela técnica de MAS e que devem ser levados em consideração na interpretação das informações presentes em espectros de RMN de sólidos obtidos para materiais com suscetibilidade magnética anisotrópica.

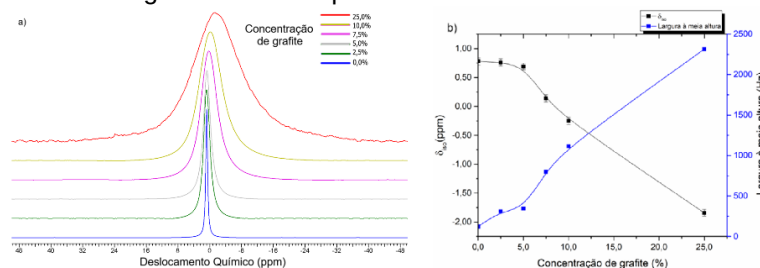


Figura 1. (a) Espectros de RMN de ³¹P CP/MAS registrados para as amostras de NH₄H₂PO₄ com diferentes concentrações de grafite. **(b)** Evolução do deslocamento químico isotrópico e da largura de linha com o aumento da concentração de grafite.

Conclusões

Os resultados dos experimentos de RMN de ³¹P CP/MAS mostraram claramente efeitos de alargamento de linha e variação de δ_{iso} com o aumento da concentração de grafite. Os quais são causados pela elevada anisotropia da suscetibilidade diamagnética do grafite, e não são completamente removidos com uso da técnica de MAS.

Agradecimentos

FAPES, CAPES, CNPq, LabPetro, UFES.

¹VANDERHART, D. L. Magnetic susceptibility and high resolution nmr of liquids and solids. Encyclopedia of Magnetic Resonance, John Wiley Sons, Ltd, 2007.

²FREITAS, J. C. C. Fundamentos da RMN no Estado Sólido e Aplicações. In: Fundamentos de Espectrometria e Aplicações. São Paulo: Atheneu, 2017. v. 7. 189-231 p.