



UNIVERSIDADE FEDERAL DO PARÁ
INSTITUTO DE CIÊNCIAS EXATAS E NATURAIS
PROGRAMA DE PÓS – GRADUAÇÃO EM QUÍMICA



SÚMULA DA DISCIPLINA DO PPGQ/UFPA

DISCIPLINA: Aplicação Experimental de Espectroscopia de RMN: Operação e Preparo de Amostras (disciplina eletiva)

a) Código da disciplina: PPGQI0121

b) Carga Horária: 45h – **Distribuição:** 25h teóricas / 20h práticas
(Laboratório de RMN e estação de trabalho)

c) Créditos: 3

d) Ementa

Disciplina teórico-prática voltada à aplicação experimental da espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear (RMN), com ênfase na operação do espectrômetro, preparo adequado de amostras e aquisição de dados espectrais. Fundamentos operacionais da RMN aplicados à rotina experimental. Componentes do espectrômetro, princípios de funcionamento, parâmetros instrumentais e critérios de qualidade espectral. Procedimentos de segurança, boas práticas laboratoriais e uso de equipamentos multiusuários. Preparo de amostras líquidas, escolha de solventes deuterados, padrões de referência e acondicionamento. Aquisição e avaliação de espectros de RMN de ^1H e ^{13}C , introdução a experimentos bidimensionais. Identificação de artefatos, solução de problemas experimentais e avaliação da reprodutibilidade e confiabilidade dos dados espectrais. Processamento, visualização e avaliação da qualidade de espectros de RMN de líquidos utilizando software dedicado.

e) Conteúdo Programático

Unidade 1 – Introdução operacional à RMN

- Importância da RMN na pesquisa química

Programa de Pós – Graduação em Química (PPGQ-ICEN/UFPA)

Endereço: Rua Augusto Corrêa, 01 – Campus Universitário Básico do Guamá
Belém - Pará – Brasil – CEP: 66.075 - 110

- Papel da RMN na caracterização de compostos orgânicos
- Organização e funcionamento de laboratórios multiusuários

Unidade 2 – Fundamentos operacionais da RMN

- Princípios básicos aplicados à operação do equipamento
- Campo magnético, homogeneidade e shimming
- Pulsos de radiofrequência e aquisição do sinal
- Relaxação (T1 e T2) sob a perspectiva experimental

Unidade 3 – Componentes do espectrômetro

- Magneto, console, sondas e acessórios
- Sistema de lock, tuning e matching
- Influência dos componentes na qualidade espectral

Unidade 4 – Segurança e boas práticas em RMN

- Riscos associados ao campo magnético
- Procedimentos de segurança e prevenção de acidentes
- Manuseio adequado de amostras e solventes deuterados

Unidade 5 – Preparo de amostras para RMN

- Tipos de amostras
- Solubilidade
- Escolha de solventes deuterados
- Concentração, volume e tubos de RMN
- Uso de padrões internos e referência química

Unidade 6 – Aquisição de RMN de ^1H

- Ajustes iniciais e parâmetros experimentais
- Número de scans, ganho, largura espectral
- Avaliação da relação sinal/ruído

Unidade 7 – Aquisição de RMN de ^{13}C

Programa de Pós – Graduação em Química (PPGQ-ICEN/UFPA)

Endereço: Rua Augusto Corrêa, 01 – Campus Universitário Básico do Guamá
Belém - Pará – Brasil – CEP: 66.075 - 110

- Diferenças operacionais em relação ao ^1H
- Desacoplamento, tempo de aquisição e relaxação
- Otimização do experimento

Unidade 8 – Introdução a experimentos bidimensionais

- COSY, HSQC e HMBC (conceitos e aplicação prática)
- Critérios de escolha do experimento
- Limitações e cuidados experimentais

Unidade 9 – Avaliação da qualidade espectral

- Resolução, linha de base e ruído
- Identificação de artefatos comuns
- Reprodutibilidade e confiabilidade dos dados

Unidade 10 – Solução de problemas experimentais

- Problemas de shimming, lock e sinal
- Diagnóstico de erros no preparo de amostras
- Estratégias de correção e boas práticas

f) Bibliografia

• Básica

- 1) GÜNTHER, H. **NMR Spectroscopy: Basic Principles, Concepts and Applications in Chemistry**. 3rd ed. Wiley, 2013.
- 2) CLARIDGE, T. D. W. **High-Resolution NMR Techniques in Organic Chemistry**. 3rd ed. Elsevier, 2016.
- 3) SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X.; KIEMLE, D. J. **Spectrometric Identification of Organic Compounds**. 8th ed. Wiley, 2014.
- 4) PAVIA, D. L.; LAMPMAN, G. M.; KRIZ, G. S.; VYVYAN, J. R. **Introdução a Espectroscopia**. 5th ed. Cengage Learning, 2015.

Programa de Pós – Graduação em Química (PPGQ-ICEN/UFPA)

Endereço: Rua Augusto Corrêa, 01 – Campus Universitário Básico do Guamá
Belém - Pará – Brasil – CEP: 66.075 - 110

- **Complementar**

1) KEELER, J. **Understanding NMR Spectroscopy**. 2nd ed. Wiley, 2010.

2) SIMPSON, J. H. **Organic Structure Determination Using 2-D NMR Spectroscopy**. Academic Press, 2011.

3) SILVERSTEIN, R. M. et al. **Spectrometric Identification of Organic Compounds**. Wiley.

4) **Manuais técnicos do espectrômetro de RMN do PPGQ** (Bruker Ascend 400).