



CNPq
Centro Nacional de Pesquisa
em Energia e Materiais

Relatório Anual 2014

Parte 2



sumário

Parte II

Laboratório Nacional de Luz Síncrotron	01
<i>O LNLS em 2014</i>	01
<i>Instalações Abertas à Usuários Externos</i>	02
<i>Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Interno</i>	23
<i>Parcerias Tecnológicas e Institucionais</i>	75
<i>Iniciativas de Capacitação e Treinamento</i>	84
<i>Infraestrutura, operação e melhorias técnicas</i>	88
<i>O Projeto Sirius</i>	109
Laboratório Nacional de Biociências	163
<i>O LNBio em 2014</i>	163
<i>Instalações Abertas a Usuários Externos</i>	165
<i>Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Internos</i>	170
<i>Parcerias Tecnológicas com Empresas</i>	220
<i>Infraestrutura, operação e melhorias técnicas</i>	229
<i>Iniciativas de Capacitação e Treinamento</i>	237
Laboratório Nacional de Ciência e Tecnologia do Bioetanol	255
<i>O CTBE em 2014</i>	255
<i>Instalações Abertas à Usuários Externos</i>	257
<i>Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Internos</i>	259
<i>Parcerias Tecnológicas e Institucionais</i>	306
<i>Iniciativas de Capacitação e Treinamento</i>	320
<i>Infraestrutura, operação e melhorias técnicas</i>	327
Laboratório Nacional de Nanotecnologia	345
<i>O LNNano em 2014</i>	345
<i>Instalações Abertas à Usuários Externos</i>	346
<i>Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Interno</i>	352
<i>Parcerias Tecnológicas e Institucionais</i>	371
<i>Iniciativas de Capacitação e Treinamento</i>	385

2. LABORATÓRIO NACIONAL DE LUZ SÍNCROTRON

2.1 O LNLS em 2014

Nesse ano de 2014 o LNLS atendeu 376 propostas de usuários externos, fornecendo quase 31.500 horas para esses experimentos, que beneficiaram aproximadamente 1.200 pesquisadores do Brasil (79%) e do exterior (21%). O anel Síncrotron teve a sua operação dentro do mesmo alto padrão de confiabilidade dos últimos anos (em torno de 97%). Seguindo o objetivo constante de melhoria da qualidade, continuou-se a modernização e ampliação da estrutura de linhas de luz abertas aos usuários. Um exemplo são os desenvolvimentos ligados ao projeto Labweb, cujo escopo engloba tanto o sistema de controle das linhas e experimentos, bem como adaptação para uso remoto. Vários desenvolvimentos foram feitos nas estações experimentais com o intuito de ampliar a capacidade de atuação do LNLS em diversas áreas, como meio ambiente, agricultura, catálise, líquidos, polímeros, superfícies, materiais em condições extremas, magnetismo, dentre outras. Nesse sentido, destacam-se as duas novas linhas de luz; a linha de Imagem por Raios X (IMX) e a linha de nano-espectroscopia de infravermelho (IR1). A IMX operou no primeiro semestre para *friendly users*, etapa que concluiu seu comissionamento. No segundo semestre já operou normalmente para usuários. Com isso, o LNLS passa a disponibilizar de maneira sistemática experimentos de tomografia de raios-X com resolução micrométrica, técnica que tem se mostrado importante para diferentes áreas de pesquisa. A linha IR1 esteve em processo de comissionamento ao longo do ano, com alguns experimentos sendo executados por pesquisadores convidados externos e internos ao CNPEM. A expectativa é abri-la para usuários no próximo ano. Esta será a primeira linha do LNLS a utilizar a faixa de energia de infravermelho, o que traz novas oportunidades, pois permite o estudo de características vibracionais dos materiais com potencial de aplicação em diversas disciplinas. As atividades ligadas ao projeto Sirius continuaram com a fabricação de protótipos e definição de componentes e dispositivos, tanto para as 13 linhas de luz quanto para os aceleradores. Neste ano foram concluídas atividades importantes,

como: 1) Execução da terraplenagem e drenagem no terreno; 2) Obtenção da autorização formal do Governo do Estado de São Paulo para cessão do terreno; 3) Obtenção de autorizações e licenças ambientais junto a Municipalidade de Campinas para início da obra; 4) Finalização e elaboração do projeto executivo e compatibilização entre as diversas disciplinas; 5) Conclusão do processo seletivo para escolha da construtora, fechamento dos termos contratuais e assinatura do contrato com a Racional Engenharia; 6) Início da construção do prédio do Sirius, marcada pelo lançamento da Pedra Fundamental e Assinatura de Termo de Compromisso do Projeto com o MCTI.

Esses resultados são consequência do trabalho de toda a equipe do LNLS, a qual eu gostaria de congratular e parabenizar pela sua excelência e motivação.

2.2 Instalações Abertas a Usuários Externos

2.2.1 Linhas de Luz de Difração de Raios X

O grupo XRD (Difração de Raios X) coordena três linhas de luz do LNLS: XRD1, XRD2 e XPD. No caso da linha XRD1, existem duas estações experimentais que alternam o uso do feixe de raios X: a primeira, dedicada à difração de raios X de amostras na forma de pó, é chamada de XRD1. Já a segunda estação, chamada XTMS, é usada para análises de difração de raios X conjuntamente a ensaios termomecânicos de ligas e metais. Em 2014 o grupo atendeu um total de 78 propostas aprovadas de usuários externos. A divisão das atividades nas linhas de luz está apresentada na tabela abaixo:

Destacam-se três publicações com fator de impacto de 5 a 6, produzidas pelos usuários deste grupo de linhas. Duas delas na área de filmes finos com o uso de técnicas de difração por incidência rasante e refletividade, e outra em difração de pó. Essas são técnicas amplamente utilizadas na caracterização estrutural de filmes e interfaces e de materiais policristalinos.

No trabalho intitulado *“Nondestructive monitoring of defect evolution in epitaxial CdTe thin layers grown on Si(111)”*, elaborado por Oliveira, J. M. e colaboradores e publicado no Journal of Physical Chemistry C, v. 118, n. 4, p. 1968-1973, 2014 (FI: 4.8), é reportado um estudo que combina as técnicas de

microscopia eletrônica, feita no LNNano, e difração de raios X, feita na linha XRD2 do LNLS. No estudo foi observada a evolução de defeitos cristalinos no crescimento epitaxial de filmes do semicondutor Telureto de Cádmio (CdTe) em substrato de silício (Si), em função da temperatura e espessura do filme, conforme ilustra a Figura 2. 1

Esse tipo de combinação de semicondutores é muito importante para a **indústria de microeletrônica, uma vez que o CdTe é um material muito usado em detectores de infravermelho, raios gama e até painéis solares.** Sua integração com o silício é essencial tanto para a combinação de eletrônicas de leitura quanto para a formação de painéis solares e de detectores de larga escala.

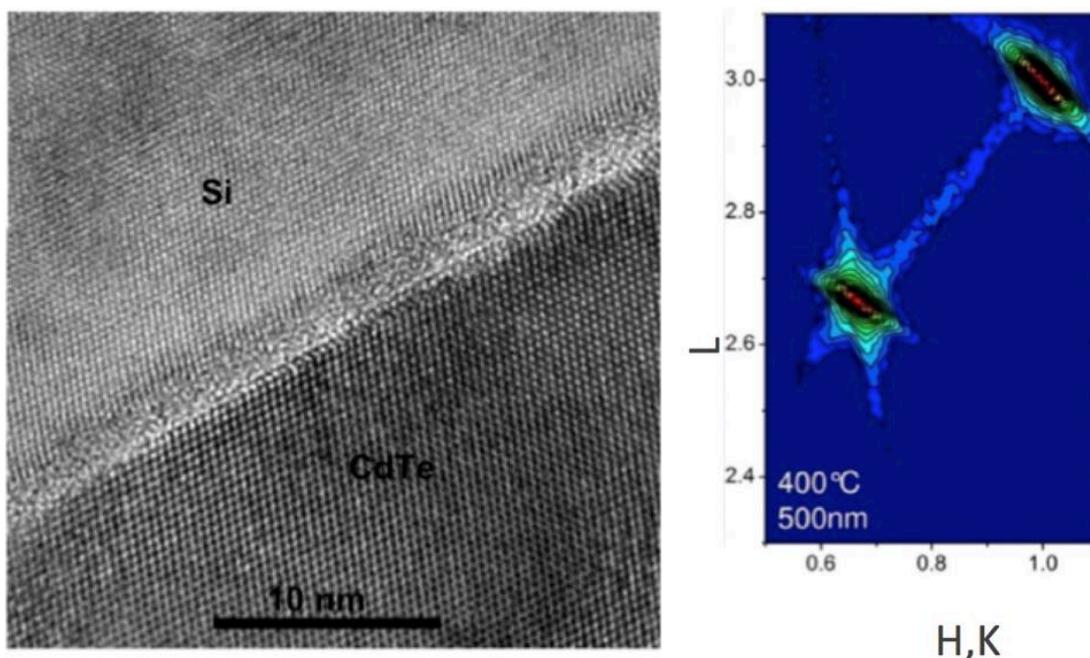


Figura 2. 1 – Imagem de microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (esq.) ao lado do mapeamento do espaço recíproco por difração de raios X na vizinhança do filme de CdTe (dir.)

O segundo destaque corresponde ao trabalho intitulado “*Silver nanoparticle-mesoporous oxide nanocomposite thin films: a platform for spatially homogeneous SERS-active substrates with enhanced stability*”, elaborado por Wolosiuk, A. e colaboradores e publicado na ACS Applied Materials & Interfaces, v. 6, n. 7, p. 5263-5272, 2014 (FI: 5.9). Nele é reportado um novo sensor de biomoléculas baseado no aumento de sensibilidade do

espalhamento Raman por superfícies metálicas – a chamada SERS (*Surface Enhanced Raman Spectroscopy*).

A técnica de SERS é muito importante para a detecção de biomoléculas por espectroscopia Raman em fluidos, e pode se tornar a principal técnica de **diagnóstico de alguns tipos de câncer**. A sensibilidade da técnica é diretamente ligada à existência de “excitações plasmônicas” em superfícies metálicas próximas às moléculas a serem detectadas. Os autores criaram sensores de baixo custo e alta eficiência, nos quais nanopartículas (NP) de prata são imobilizadas nos poros de filmes de óxidos mesoporosos. A refletividade de raios X na linha XRD2 foi utilizada para correlacionar a ressonância de plasmon com o carregamento de NP no filme, conforme ilustrado na Figura 2. 2.

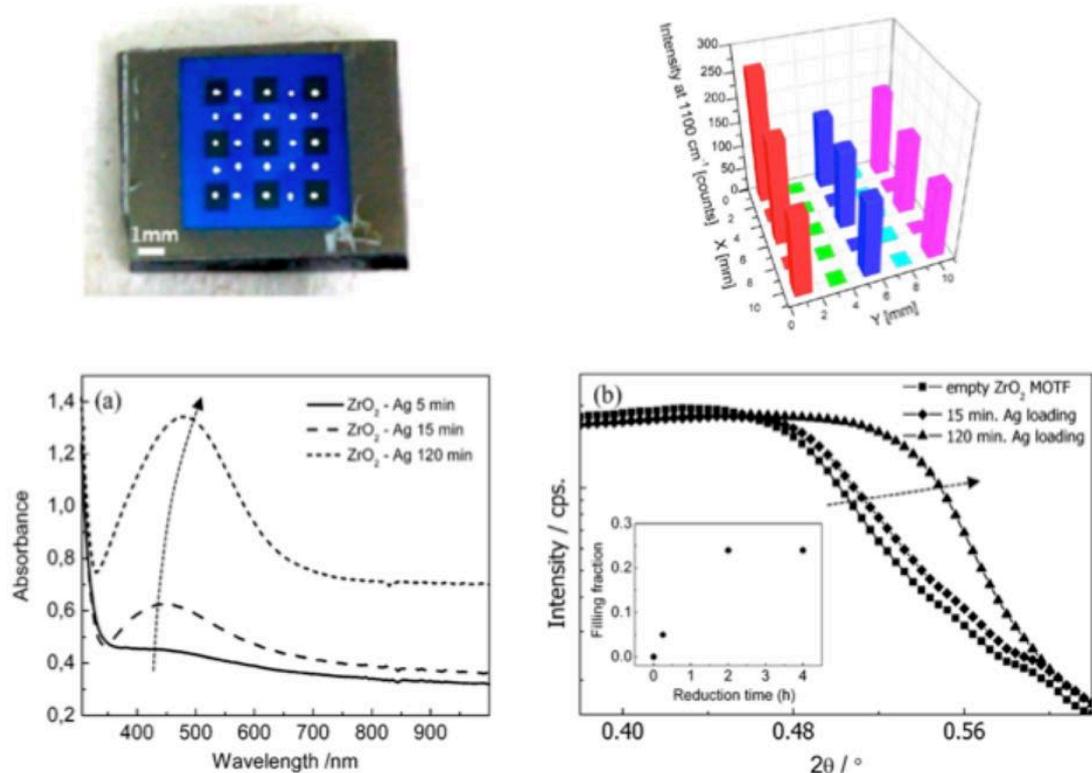


Figura 2. 2 – Esquerda superior: imagem do sensor com regiões cinza/azul com presença/ausência de nanopartículas de prata. Direita superior: intensidade do Espectro de Raman nos pontos brancos do sensor da molécula de 4-mercaptopiridina (usada como teste de sensibilidade). Esquerda inferior: ressonância de plasmon em função do carregamento de NP de prata. Direita inferior: refletividade de raios X demonstrando o carregamento de NP de prata.

O terceiro destaque é trabalho intitulado “*Relation between distortions in the oxygen sublattice and the local order of Zr in nanostructured ZrO₂-CeO₂ mixed oxides*”, elaborado por L. M. Acuña e colaboradores e publicado no Journal of

Physical Chemistry C, 2014, v. 118, p. 11445-11453 (FI: 4.8). No trabalho foi investigada a ordem cristalina de soluções sólidas de zircônia e céria **utilizadas no controle de emissão de NO_x, CO e hidrocarbonetos no escapamento de automóveis** utilizando a difração de pó na linha XPD.

Em particular, no conversor catalítico de céria (CeO₂), a mistura com zircônia (ZrO₂) evita sua sinterização e conseqüente perda de área superficial e atividade catalítica em ambientes mais hostis (altas temperaturas). Há, no entanto, uma fase cristalina de alta temperatura da mistura zircônia-céria, mais apropriada para aplicações tecnológicas, que pode ser mantida metaestável sob temperatura ambiente desde que os cristais possuam tamanhos nanométricos. Neste trabalho, por meio de uma combinação de experimentos de difração de pó e espectroscopia de raios X, os autores propuseram um mecanismo de distorção das sub-redes de oxigênio (Figura 2. 3) que podem explicar a metaestabilidade desses nanocristais.

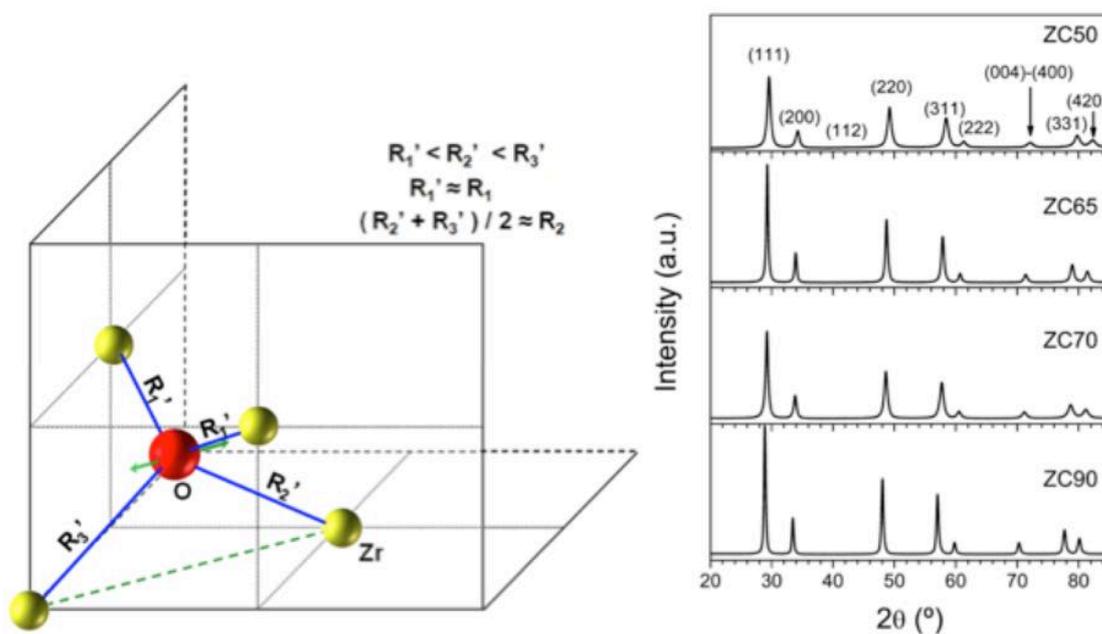


Figura 2. 3 – À esquerda: modelo para o deslocamento dos átomos de oxigênio (amarelo) ao redor do Zr. À direita: difratogramas obtidos na linha XPD em amostras de nanopós de zircônia-céria para várias concentrações de CeO₂ utilizados na elucidação do mecanismo de metaestabilidade da fase cristalina

2.2.2 Linhas de Luz de Fluorescência e Absorção de Raios X

O grupo FAX (Fluorescência e Absorção de Raios X) coordena cinco linhas de luz do LNLS: XAFS1, XAFS2, DXAS, XRF e XDS. Em 2014 o grupo atendeu um total de 121 propostas aprovadas de usuários externos.

Neste grupo de linhas destacaram-se cinco trabalhos realizados por usuários, publicados em 2014 com fatores de impacto entre 5 e 9. Muitos desses experimentos envolvem a síntese e o acompanhamento *in situ* de propriedades microscópicas de catalisadores. O LNLS possui uma infraestrutura diferenciada para esse tipo de experimento, que corresponde a uma fração considerável da produção científica dos usuários.

No primeiro trabalho em destaque, intitulado “*Reversible Sulfidation of Pt_{0.3}Pd_{0.7} Nanoparticles Investigated by In Situ Time-Resolved XAS*”, elaborado por J. Boita e colaboradores e publicado no Journal of Physical Chemistry C, v. 118 (2014), p. 5538–5544 (FI 4.8), foram estudados **nano catalisadores bimetálicos utilizados em reações de dessulfurização (remoção de enxofre do gás natural ou produtos de refino para evitar a emissão de SO₂, um gás muito venenoso)**.

Ocorre que no processo de dessulfurização, mesmo catalisadores de metais nobres podem sofrer envenenamento catalítico pelo enxofre, o que reduz sua utilidade. Neste trabalho os autores utilizaram a espectroscopia de absorção de raios X nas linhas XAFS1, DXAS e XDS para acompanhar em tempo real a cinética de ligação do enxofre (sulfidação) na superfície de catalisadores baseados em nanopartículas de paládio e platina, bem como a sua reversão perante um processo redutor. A linha DXAS é especialmente adequada para esse tipo de medida devido à sua resolução temporal. Com isso, os autores puderam propor um modelo microscópico (Figura 2. 4) que permite explicar as alterações estruturais envolvidas nessas nanopartículas durante a sulfidação e sua reversão.

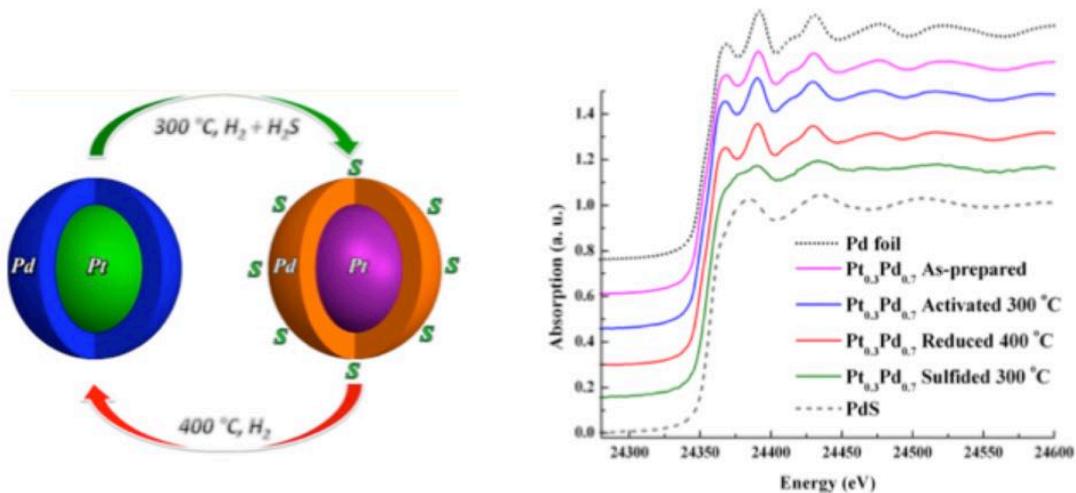


Figura 2. 4 – À esquerda: modelo esquemático onde a nanopartícula é sulfidada na casca de Pd e no caroço de Pt, mas que é reversível por tratamento em atmosfera redutora. À direita: espectro de XANES das nanopartículas na sulfidação, redução e ativação, comparado com PdS e Pd puros

Um segundo destaque, nesta mesma linha de catalisadores bimetálicos, foi o artigo intitulado “*Straightforward synthesis of bimetallic Co/Pt nanoparticles in ionic liquid: atomic rearrangement driven by reduction – sulfidation processes and Fischer – Tropsch catalysis*”, elaborado por D. O. Silva e colaboradores e publicado na *Nanoscale*, v. 6 (2014), p. 9085 (FI 6.7). Nesse trabalho foram estudadas novas rotas de síntese de catalisadores bimetálicos compostos de cobalto e platina (Figura 2. 5).



Figura 2. 5 – Representação esquemática da mudança entre o número de átomos de cobalto e platina na superfície da nanopartícula. Foi possível confirmar experimentalmente esse fenômeno com medidas de EXAFS e espectroscopia de fotoemissão na linha SXS.

Utilizando diversas técnicas experimentais (incluindo as linhas SXS e DXAS do LNLS) o grupo obteve informações sobre a **atividade desses catalisadores e demonstrou que a rota de síntese sugerida pode levar a produtos que têm algumas vantagens sobre sistemas comerciais equivalentes**. Em particular, foi observado que os catalisadores sintetizados, segundo o artigo, alcançam a eficiência catalítica normalmente requerida a temperaturas mais baixas que os seus equivalentes comerciais. Essa diferença de temperatura pode representar

uma economia de energia durante a produção dos produtos finais que, neste caso específico, são materiais obtidos a partir da nafta.

É importante ressaltar que o sucesso de experimentos como os dois anteriores depende da possibilidade de simular, com segurança, ambientes de reações de catálise com gases de alta toxicidade, na própria linha de luz, para que se possa acompanhar as modificações eletrônicas e estruturais dos catalisadores *in situ* e em tempo real. Para isso, o LNLS vem investindo em recursos humanos e infraestrutura de segurança, de forma a garantir que experimentos importantes como esses sejam possíveis em um ambiente multiusuário de forma segura para todos. A nova área de engenharia de segurança do trabalho, criada em 2014, tem assim trabalhado em total sintonia com as equipes experimentais do LNLS, de forma a promover a segurança dos experimentos ou até mesmo para propor novas soluções de engenharia e protocolos.

O terceiro destaque, desenvolvido a partir de medições feitas na linha XRF, corresponde ao trabalho “*Valproate reverts zinc and potassium imbalance in schizophrenia-derived reprogrammed cells*”, elaborado por B. S. Paulsen e colaboradores e publicado na *Schizophrenia Research*, v. 154 (2014), p. 30–35 (FI 4.4). Esse trabalho demonstrou uma **correlação entre o balanço de concentração de elementos químicos em células neurais e doenças neurais como a esquizofrenia.**

Por meio do uso da técnica de microscopia por fluorescência de raios X, foram observadas concentrações anormais de potássio e zinco nas células progenitoras neurais (NPCs) derivadas de clones de células-tronco pluripotentes de pacientes com esquizofrenia (Figura 2. 6). Com efeito, foi também observado que após estas células serem tratadas com *Valproato* (uma droga utilizada para tratamento da síndrome) os níveis de potássio e zinco retornaram ao normal. Esses resultados, além de aumentarem o conhecimento sobre a doença em nível molecular, também fornecem informações importantes sobre seu tratamento.

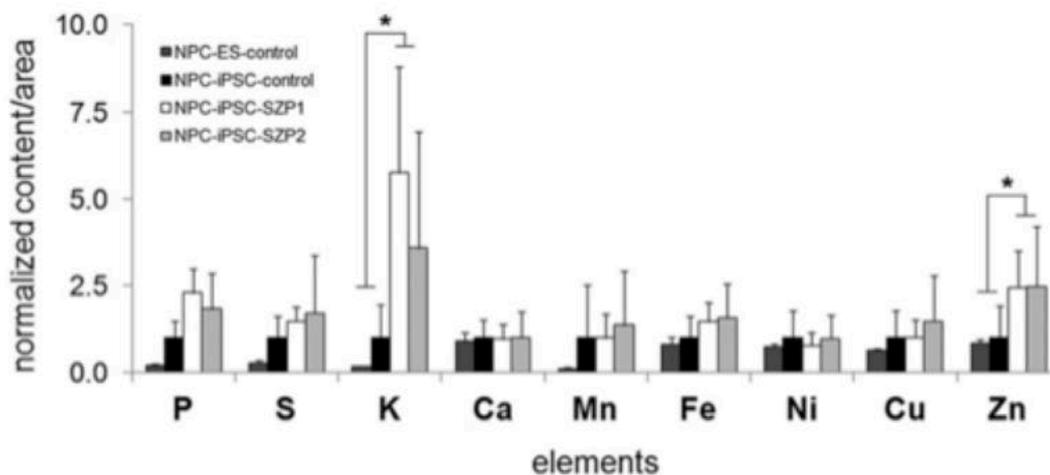


Figura 2. 6 – Comparação das concentrações de elementos-traço em células progenitoras neurais derivadas de pacientes de controle (NPC-ES-control, NPC-iPSC-control) e de pacientes com esquizofrenia (NPC-iPSC-SZP).

Um quarto destaque, desenvolvido com a utilização da linha XAFS2 e intitulado “*Insight into the effects of Fe addition on the local structure and electronic properties of SrTiO₃*”, foi elaborado por L. F. da Silva e colaboradores, e publicado na revista *Journal of Physical Chemistry C*, v. 118, (2014), p. 4930–4940 (FI 4.8). O trabalho trata de uma análise teórica e experimental dos efeitos da adição de Fe sobre o titanato de estrôncio (SrTiO₃).

O SrTiO₃ é um material utilizado em dispositivos eletrônicos de alta frequência, como tecnologias wireless. A adição de Fe é uma forma de criar uma fase ferroelétrica a temperatura ambiente. Os efeitos desta adição incluem mudanças na estrutura local, bem como nas propriedades elétricas e eletrônicas.

Do ponto de vista elétrico, os resultados mostram que STFO é um condutor misto (iônico e eletrônico) e que a contribuição eletrônica torna-se dominante com o aumento do teor de Fe. A análise por difração de raios X revela que a rede SrTi_{1-x}Fe_xO₃ encolhe com o aumento do teor de Fe (Figura 2. 7), enquanto medidas de espectroscopia de absorção de raios X na borda K do Ti e do Fe revelam a presença de algumas unidades sub coordenadas TiO₅, criadas por causa da substituição parcial dos íons Fe³⁺ substituindo Ti⁴⁺.

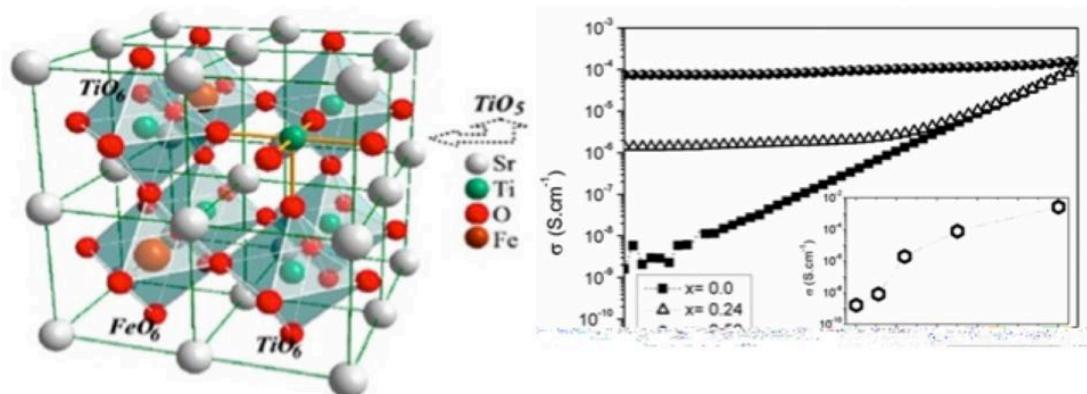


Figura 2. 7 – Estrutura local de deformação da rede do $\text{SrTi}_{1-x}\text{Fe}_x\text{O}_3$ juntamente com a condutividade em alta frequência. No inset da figura é possível observar a variação da condutividade com a fração de Fe no material.

O quinto destaque corresponde ao trabalho “*Lanthanide Orthoantimonate Light Emitters: Structural, Vibrational, and Optical Properties*”, elaborado por K. P. F. Siqueira e colaboradores e publicado na *Chemistry of Materials*, v. 26 (2014), p. 6351 (FI 8.535). Os autores estudaram a estrutura de materiais baseados em lantanídeos, que são conhecidos por suas excelentes propriedades luminescentes. Em particular, versões mais recentes destes **compostos, capazes de emitir luz de múltiplas cores, têm sido intensamente investigados para aplicações em displays, lasers e dispositivos optoeletrônicos.**

Neste trabalho, que utilizou a difração de raios X na linha XDS, demonstrou-se que a estrutura cristalina monoclinica das cerâmicas do tipo LnSbO_4 (Ln sendo um lantanídeo diferente de cério e promécio) é alterada de acordo com o raio iônico do lantanídeo (Figura 2. 8 à esquerda) e que este efeito permite sintonizar a cor da luz emitida pela cerâmica de forma química (Figura 2. 8 à direita). As características de alto fluxo e alta energia da linha XDS tiveram um papel determinante neste trabalho devido à necessidade de alta resolução na determinação das estruturas cristalinas, e também por envolverem a análise de materiais pesados, de difícil penetração.

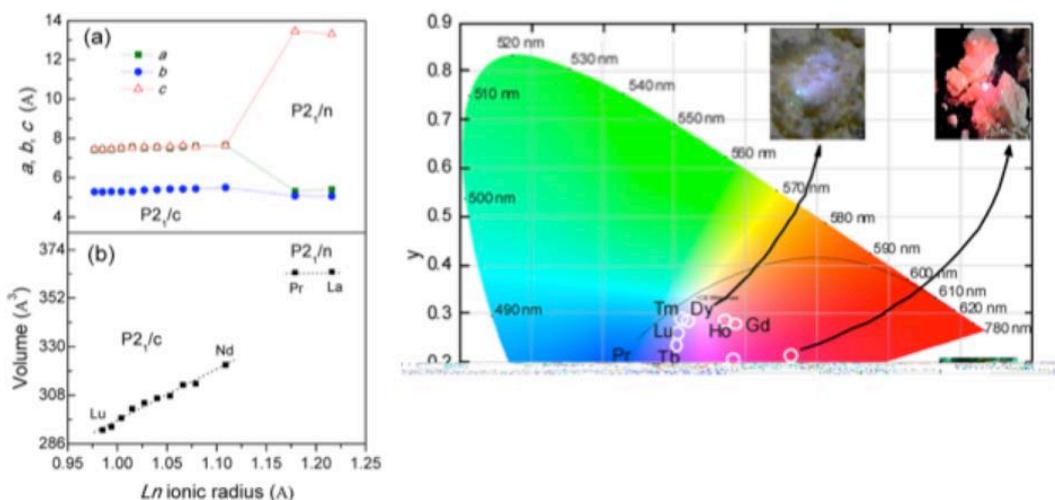


Figura 2. 8 – À esquerda: parâmetros da rede cristalina e volume da célula unitária em função do raio iônico do lantanídeo utilizado. À direita: diagrama cromático desses diferentes compostos emissores de luz, obtidos através das modificações cristalinas.

2.2.3 Linhas de Espectroscopia de UV e Raios X Moles

O grupo EUV (Espectroscopia de UV e Raios X Moles) coordena quatro linhas de luz do LNLS: SGM, TGM, PGM e SXS. Em 2014 o grupo atendeu um total de 50 propostas aprovadas de usuários externos. A linha PGM, em particular, teve um número pequeno de turnos para usuários em virtude da instalação de uma nova estação experimental, comissionada no primeiro semestre de 2014, além da reforma do sistema de controle.

Este grupo é formado por quatro linhas de luz, uma de UV, duas de raios X moles e uma de raios X *tender*. A faixa coberta por essas linhas de luz corresponde àquela na qual a fonte de luz UVX possui maior brilho, o que possibilita a execução de experimentos mais competitivos internacionalmente, como na linha PGM. Ao mesmo tempo, experimentos nesta faixa de energia exigem uma instrumentação mais complexa de vácuo e de detecção e, portanto, maiores investimentos.

Grande parte da ciência feita nestas instalações diz respeito a propriedades eletrônicas de superfícies, filmes finos e interfaces, como veremos nos destaques de artigos publicados por usuários. Com a nova estação experimental instalada na PGM (discutida na próxima sessão) o LNLS poderá

oferecer aos usuários uma das instrumentações científicas mais competitivas do mundo nestas áreas.

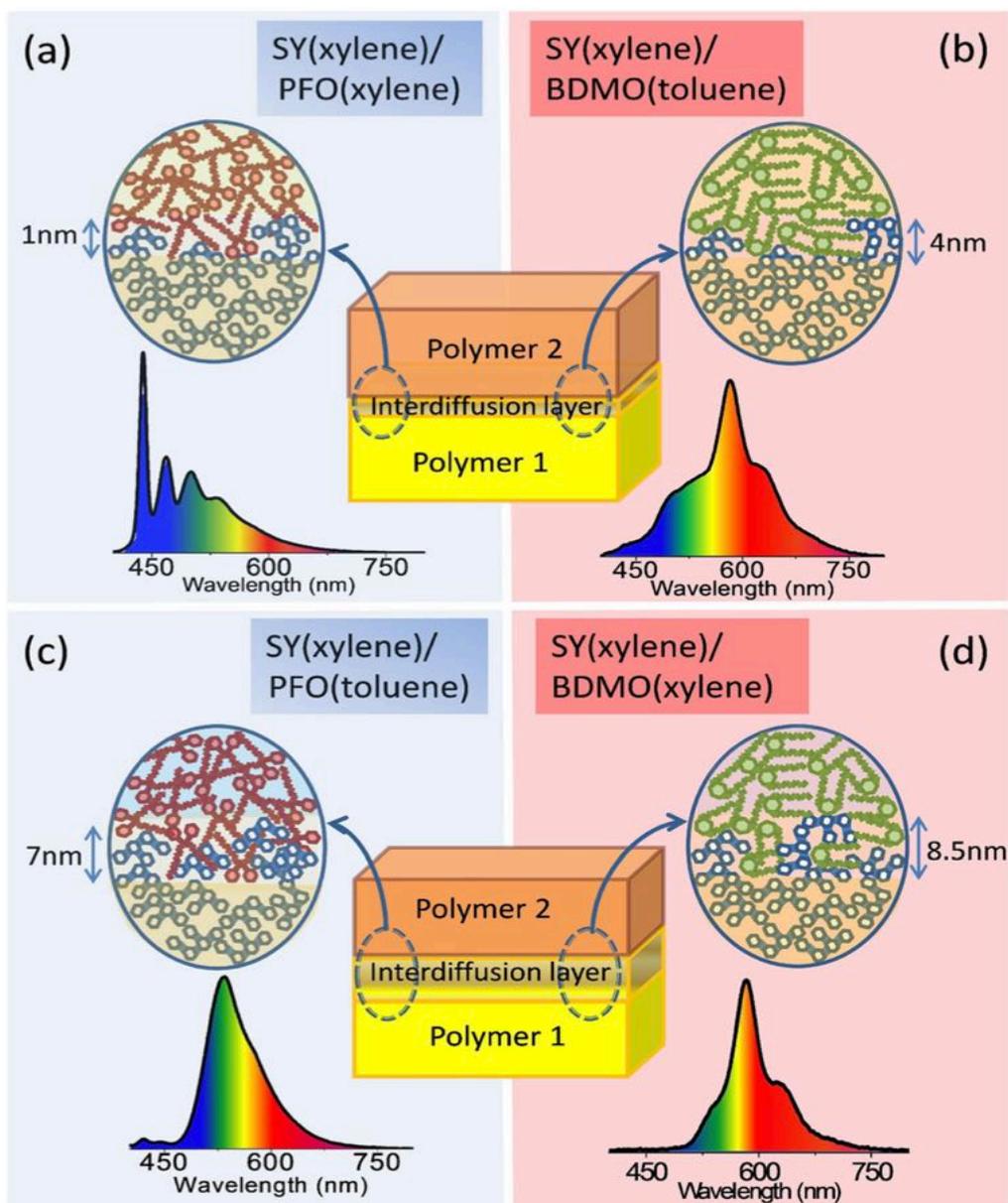


Figura 2. 9 – Quatro exemplos de combinações entre polímeros e solventes que produzem diferentes interfaces (medidas pela reflectividade ressonante) e, conseqüentemente, diferentes espectros de fotoluminescência, uns mais deslocados para o azul, outros para o verde ou o vermelho.

Dentre as pesquisas realizadas por usuários nessas linhas de luz, o trabalho intitulado “*Understanding molecular interactions in light-emitting polymer bilayers: The role of solvents and molecular structure on the interface quality*”, desenvolvido por M. de Pauli e colaboradores e publicado na Appl. Phys. Lett., v. 104 (2014), p. 163301 (FI 3.5) se destaca pela técnica experimental utilizada.

Neste trabalho os autores caracterizaram, em escala atômica, a interface entre dois **polímeros conjugados, frequentemente utilizados em OLEDs e que devem fundamentar a próxima geração de telas flexíveis, com alta definição e baixo consumo de energia**. Um dos desafios para construir dispositivos de alta performance é o controle do arranjo molecular na interface dos polímeros com os eletrodos e entre diferentes camadas de polímeros.

A técnica utilizada neste trabalho e realizada na SGM foi a de refletividade ressonante por raios X moles, que permite ver a organização das camadas atômicas de densidades eletrônicas muito próximas – algo que não seria possível com a técnica de refletividade por raios X convencional. A técnica possui especificidade química pela ressonância dos raios X moles com transições eletrônicas para orbitais moleculares.

Com ela, os autores observaram que a espessura da região de interdifusão pode ser controlada pela combinação adequada de solventes utilizados para produzir as bicamadas de polímeros, conforme mostra a Figura . A correlação entre a informação estrutural e as medidas de fotoluminescência indicou que a transferência de energia de excitação entre as camadas depende da espessura da camada de difusão, devido a interações moleculares mediadas pelo solvente.

Este trabalho mostra que a qualidade da interface influencia fortemente a resposta ótica das camadas de polímeros emissores de luz, que determina a performance dos dispositivos (conforme os espectros de luminescência mostrados na Figura 2. 9).

O segundo destaque foi o trabalho intitulado “*Patterning of quasi-periodic Co 2D-clusters underneath Graphene on SiC(0001)*”, elaborado por Lima e colaboradores e publicado na Chemistry of Materials, v. 26 (2014), p. 4172 (FI 8.5).

O grafeno vem se demonstrando ser um material com enorme potencial para muitas aplicações. Todavia, no que diz respeito a possíveis aplicações em microeletrônica, esse material tem que ser modificado com a inserção de átomos ou moléculas entre suas camadas e o substrato que o sustenta, em um procedimento conhecido como intercalação. Neste trabalho foi demonstrada a possibilidade de se intercalar partículas de cobalto sob o grafeno crescido sobre carbetto de silício.

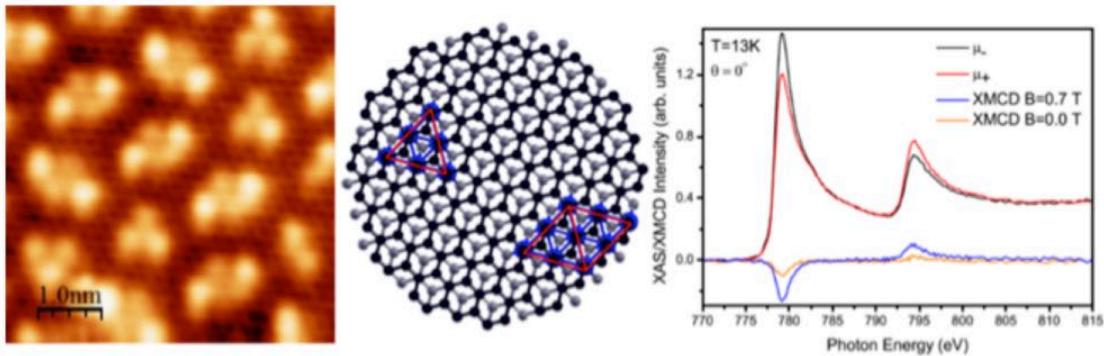


Figura 2. 10 – À esquerda: microscopia de tunelamento eletrônico mostrando partículas de cobalto depositadas sobre grafeno. Ao centro: representação esquemática de como o grafeno determina a estrutura das partículas de cobalto. À direita: espectro de dicroísmo circular magnético obtido na linha PGM, que corrobora o estado metálico das partículas de cobalto após intercalação sob a camada de grafeno.

O trabalho, que utilizou as técnicas de microscopia de tunelamento e espectroscopia de fotoemissão, não apenas demonstrou a intercalação, mas também mostrou que a camada de grafeno serve como uma membrana de proteção para as partículas após a intercalação, uma vez que nessa situação, mesmo exposto a concentrações elevadas de oxigênio, o cobalto mantém suas características metálicas, incluindo o momento magnético. Esse último fato foi demonstrado por meio da técnica de dicroísmo circular magnético de raios X (XMCD) em $B=0.7$ T e 0 T e a temperatura de 13 K (Figura 2. 10), explorando as capacidades de aplicação de campos intensos e baixas temperaturas da linha PGM.

O terceiro exemplo de destaque, intitulado “*Magnetic moment of Fe₃O₄ films with thicknesses near the unit-cell size*”, foi escrito por G.F.M. Gomes e colaboradores e publicado na Physical Review B, v. 90, p. 134422 (2014) (FI 3.5). Nele, a magnetização de filmes ultrafinos de magnetita foi medida por XMCD também na linha PGM.

A magnetita é o material magnético mais comum encontrado na natureza (pedra-imã), tendo sido utilizada nas primeiras bússolas inventadas pelo homem. Seu uso como material massivo é feito de muitas formas e em muitas áreas no nosso cotidiano. Porém, na forma de filmes finos, muitas vezes necessários para aplicações mais avançadas, existem grandes desafios.

Por um lado, há uma grande dificuldade de se produzir filmes muito finos e, por outro, as suas propriedades magnéticas se tornam muito distintas. Esse fenômeno foi estudado por XMCD e a dependência entre a magnetização e a espessura dos filmes determinada, como mostra a Figura 2. 11.

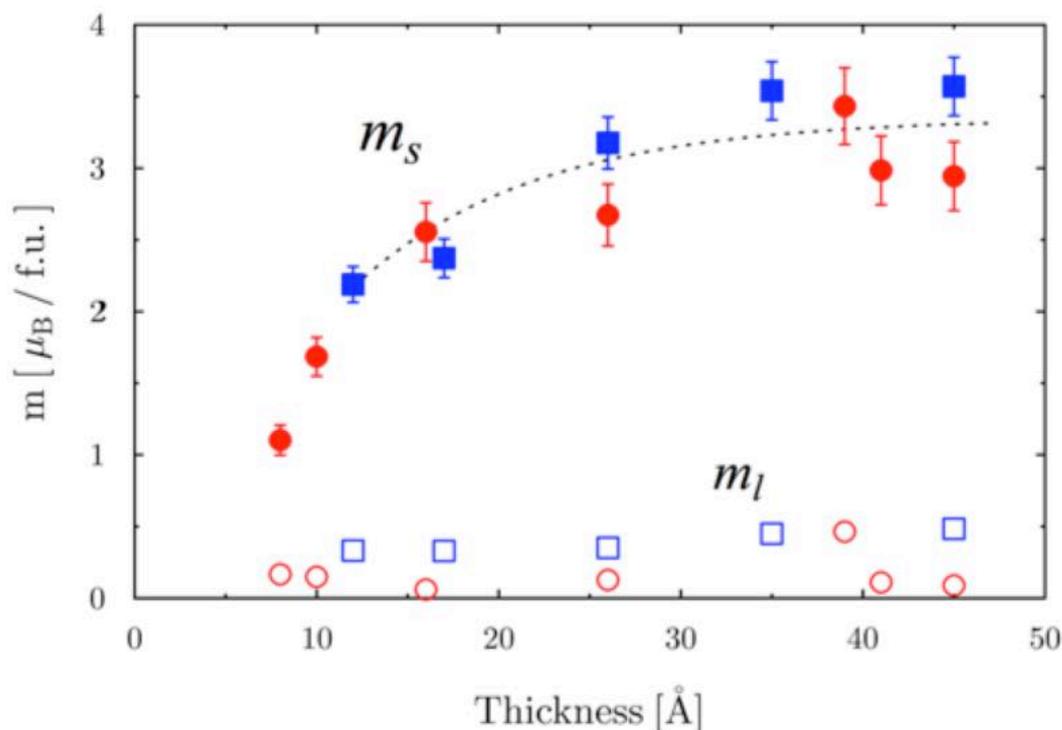


Figura 2. 11 – Magnetização determinada por XMCD em função da espessura dos filmes nanométricos de magnetita.

2.2.4 Linhas de Luz de Espalhamento de Raios X

O grupo ERX (Espalhamento de Raios X) coordena as linhas de luz SAXS1, SAXS2, MX1 e MX2. Em 2014 o grupo teve um total de 122 propostas aprovadas de usuários externos. Dentro desse número, 42 propostas foram executadas na linha SAXS1, 43 propostas foram executadas na linha SAXS2 e 37 na MX2. A linha MX1 ficou inoperante para usuários externos devido à falta do seu detector principal, que estava em reparo nos EUA.

Neste contexto, foram contabilizados 291 beneficiários e usuários externos na linha SAXS1 e 296 na linha SAXS2, totalizando mais de 4370 horas de feixe para a execução das propostas.

Existem duas linhas de espalhamento de raios X a baixos ângulos e duas de cristalografia de macromoléculas. Essas duas últimas, embora sejam mantidas

tecnicamente pelo LNLS, têm seus programas de usuários coordenados pelo LNBio, em colaboração com o LNLS. Assim, uma grande fração das propostas de pesquisa realizadas nessas linhas dizem respeito a problemas de biologia estrutural e matéria condensada mole.

O primeiro destaque do programa de usuários, intitulado “*Structural basis for glucose tolerance in GH1 beta-glucosidases*” foi desenvolvido por Giuseppe, P. O. e colaboradores e publicado na revista *Acta Crystallographica D*, D70 (2014) p. 1631 (FI 7.2). O trabalho trata da estrutura de enzimas tipo *beta-glucosidases* que participam do **processo de transformação de celulose em açúcares mais simples para o aproveitamento da biomassa como fonte de energia**.

Ocorre que um dos fatores mais limitantes desse processo de sacarificação é que essas enzimas são inibidas pela presença da glucose. Neste trabalho, os autores utilizaram as linhas MX2 e SAXS2 para comparar a estrutura molecular de duas famílias de *beta-glucosidases* (Figura 2. 12) e elucidar o mecanismo molecular pelo qual a família GH1 é cerca de 10 a 1000 vezes mais tolerante do que a família GH3. Essa descoberta poderá ser utilizada para desenhar enzimas mais otimizadas no processo de produção de etanol celulósico, em que a tolerância das enzimas a glucose é essencial.

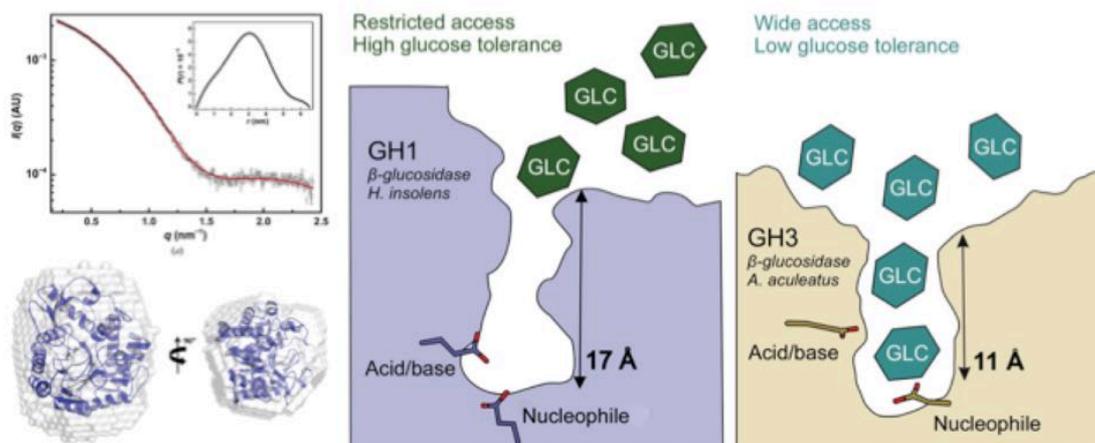


Figura 2. 12 – À esquerda: estrutura do envelope obtido por SAXS sobreposta à estrutura molecular obtida por cristalografia. À dir.) Modelo proposto para explicar a diferença de tolerância entre as famílias de enzimas.

Nesta mesma linha de pesquisa de enzimas para conversão de biomassa, um segundo destaque entre as pesquisas de usuários é intitulado “*Insights into the structure and function of fungal beta-mannosidases from glycoside hydrolase*

family 2 based on multiple crystal structures of the *Trichoderma harzianum* enzyme”, desenvolvido por A. S. Nascimento e colaboradores e publicado no FEBS Journal, v. 281 (2014), p. 4165 (FI 4.0).

As *beta*-*manosidases* participam da conversão de hemicelulose, um dos maiores componentes da biomassa proveniente do bagaço da cana de açúcar. As *beta*-*manoses* estão distribuídas entre as famílias 1, 2 e 5 das glycoside hydrolases (GH). **A estrutura da enzima publicada neste trabalho é importante por ser a segunda estrutura desta família e a primeira de um organismo eucarioto.** Sua comparação com a estrutura de outras enzimas da família GH2 (Figura 2. 13) contribui para entender os mecanismos de reconhecimento e ligação com a manose e a galactose.

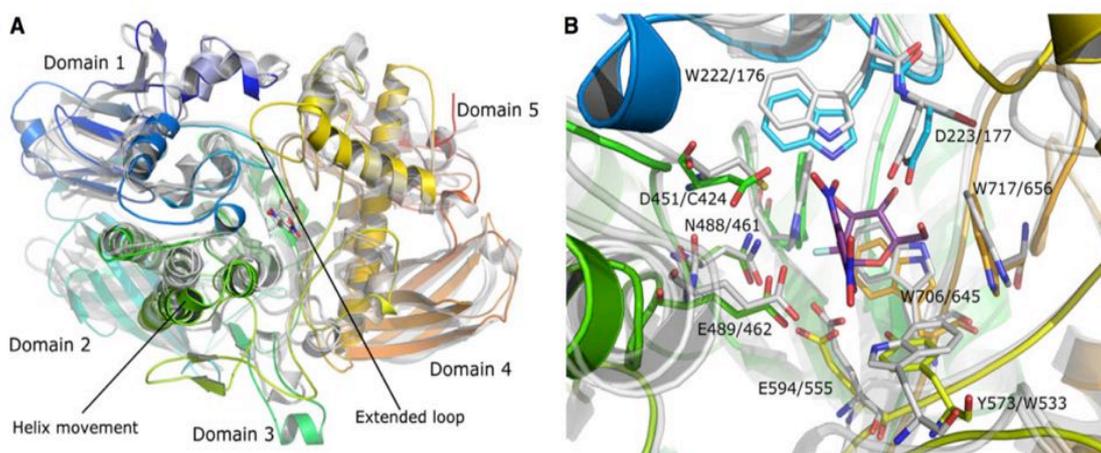


Figura 2. 13 – À esquerda: superposição da estrutura da enzima e comparação da estrutura da *beta*-*manosidase* *ThMan2A* (colorida) e de outra enzima da mesma família *BtMan2A* (cinza transparente). À direita: zoom no sítio ativo da *ThMan2A*.

O terceiro artigo em destaque, já na área de compostos híbridos orgânico-inorgânico, é intitulado “*Fine-tuning of a nanostructure, swelling, and drug delivery profile by blending ureasil–PEO and ureasil–PPO hybrids*”, de E. Molina e colaboradores, que foi publicado na revista *Polymer Chemistry*, v. 5 (2014), 1897 (FI 5.4).

Os autores estudaram a estrutura nanométrica de **materiais híbridos orgânico-inorgânicos, especialmente projetados para carregamento e entrega controlada de fármacos, de forma a reduzir seus efeitos colaterais e sua frequência de administração.** Partindo de precursores híbridos orgânico-inorgânicos formados por polímeros hidrofílicos (PEO)/hidrofóbicas

(PPO), ligados covalentemente a siloxanos (silicone) por pontes de ureia, os autores puderam observar (por SAXS) e, assim, projetar misturas homogêneas em diferentes proporções de polímeros para obter um controle preciso de taxa de liberação de diclofenaco sódico (SDCF), um antipirético, analgésico e anti-inflamatório de baixa solubilidade no suco gástrico, que é melhor administrado por carreadores. Os resultados de SAXS mostraram que a estrutura nanoscópica de todos os híbridos siloxano-poliéter pode ser descrita por um modelo de duas densidades eletrônicas (Figura 2. 14), que está diretamente ligada à possibilidade de controlar sua adaptação em diferentes situações para o carregamento de fármacos.

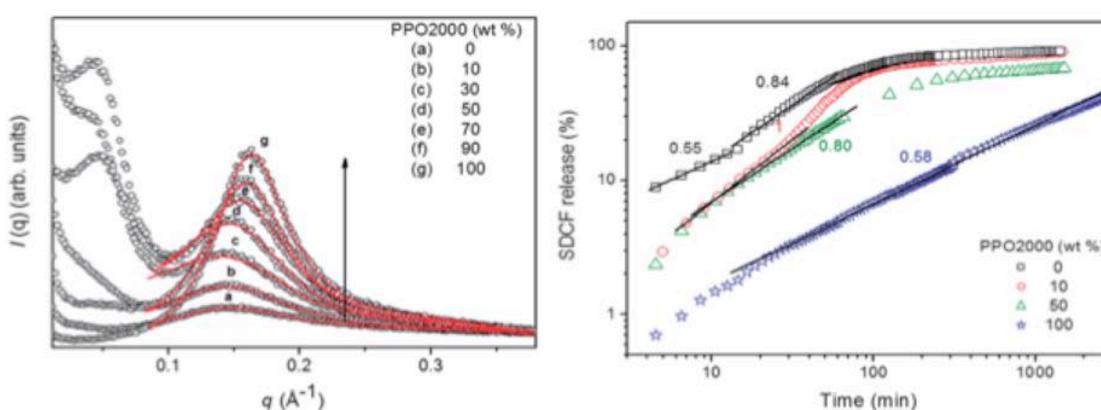


Figura 2. 14 – Curvas de espalhamento de SAXS que evidenciam as mudanças estruturais em nível nanométrico das diferentes misturas dos polímeros, juntamente com o perfil de liberação do anti-inflamatório SDCF em algumas destas misturas. Os dados evidenciam uma direta correlação entre a microestrutura do composto híbrido e a cinética de liberação do fármaco.

Um quarto destaque na área de nanopartículas inorgânicas, intitulado “*Screening the Formation of Silver Nanoparticles Using a New Reaction Kinetics Multivariate Analysis and Assessing Their Catalytic Activity in the Reduction of Nitroaromatic Compounds*” foi desenvolvido por W. C. Elias e colaboradores, e publicado na *J. Phys. Chem. C*, v. 118 (2014), p. 12962 (FI 4.8).

Nele os autores **desenvolveram uma nova metodologia para preparar nanopartículas de prata com funcionalidades catalíticas empregando uma estratégia baseada no screening catalítico das partículas** (ilustrada na Figura 2. 15). O tamanho e forma das nanopartículas obtidas por essa nova metodologia foi determinado por microscopia eletrônica, SAXS e espalhamento dinâmico de luz.

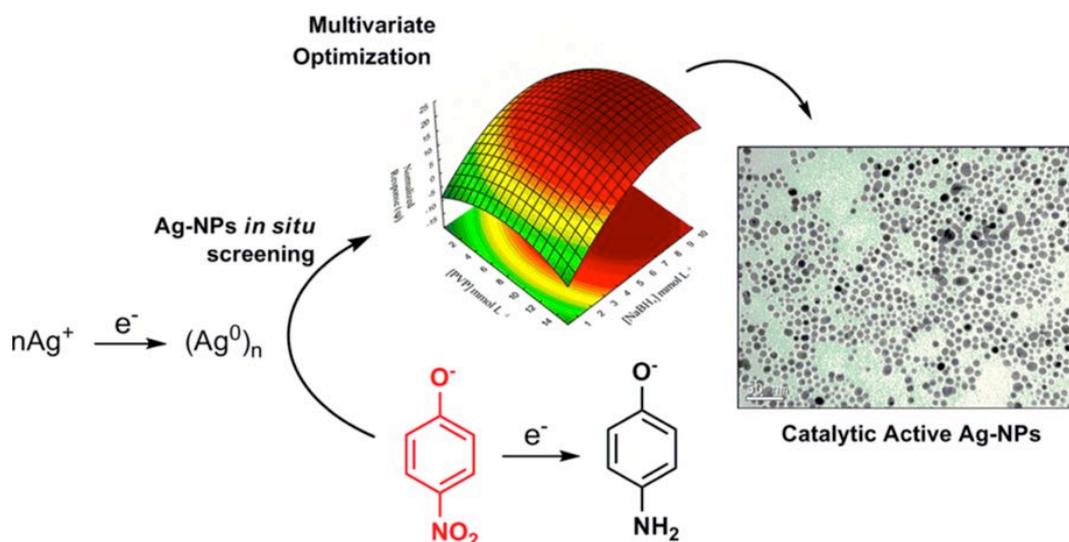


Figura 2. 15 – Esquema do método utilizado para controle multivariado da síntese das nanopartículas.

2.2.5 Linhas de Luz de Imagem

O Grupo de Imagem é formado por duas linhas de luz: a linha de Imagem por Raios X (IMX) e a linha de nanoespectroscopia de infravermelho (IR1). Essas são as estações mais recentes do LNLS, construídas nos últimos dois anos.

A linha IR1 está em fase de comissionamento desde novembro de 2013 e, em 2014, foram iniciados os testes com usuários externos e internos convidados, tendo sido executada 1 proposta.

Com construção iniciada em meados de 2011, a linha IR1 é a primeira do LNLS a utilizar a faixa de energia de infravermelho (IR), cobrindo um largo espectro que vai do visível (~600 nm) até IR médio (mid-IR ~16 μm). Essa nova faixa de energia traz oportunidades inéditas para a comunidade de usuários, pois permite o estudo de características vibracionais dos materiais, com potencial de aplicação em diversas disciplinas básicas, como química, biologia, física, geologia e paleontologia.

Esta linha possui um conceito diferenciado das linhas mais comuns de IR, uma vez que tem como objetivo a realização de espectroscopia de IR com resolução nanométrica (nano-FTIR). Nela, a amostra é mapeada pela ponta de AFM iluminada pelo feixe de luz síncrotron e, assim, são coletadas simultaneamente as informações de topografia e a resposta óptica do campo eletromagnético intensificado pela ponta de AFM da superfície da amostra. Este equipamento, chamado “microscópio de campo próximo”, é montado em um dos braços de

um interferômetro de Michelson, o qual é responsável pela transformação do sinal de campo próximo em resposta espectral (Figura 2. 16).

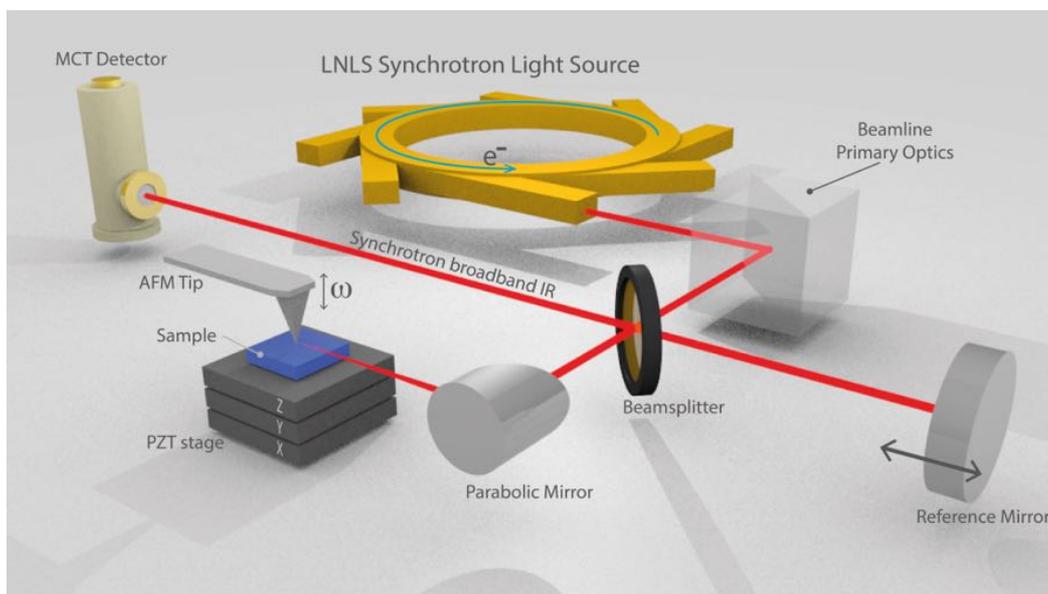


Figura 2. 16 – Arranjo experimental da linha IR1. O feixe de banda ultralarga de IR gerado pelo síncrotron é colimado e depois focalizado em um microscópio de campo próximo, o qual é montado em um interferômetro, possibilitando a realização de espectroscopia de IR em nanoescala.

Dada a dificuldade do experimento, apenas dois outros laboratórios no mundo fazem nano-FTIR (ALS-Berkeley e PTB-Berlin), nos quais as comprovações de viabilidade do experimento só vieram em meados de 2014 com os artigos *PNAS* **111**, p. 7191-7196 (2014), do ALS, e *Optics Express* **22**, p. 17948–17958 (2014), do PTB. O LNLS, por meio da linha IR1, está entrando para este grupo seleto de laboratórios que podem realizar nano-FTIR, pois no segundo semestre de 2014 foi possível realizar alguns experimentos com usuários convidados. Acredita-se que, em 2015, a linha seguirá operando com experimentos selecionados de usuários convidados, até que a técnica esteja completamente otimizada e dominada para abertura a toda comunidade.

A IR1 recebeu seus primeiros “friendly users” no segundo semestre de 2014. O trabalho em destaque neste ano na linha IR1 é parte da tese de doutorado de T. Puglieri, orientado por D. Farias do IQ-USP, **que estuda o produto de corrosão de metais no ponto de vista de transformações químicas**. Utilizando a IR1 foi possível observar a formação de nanoilhas de formiato de chumbo de tamanho médio de 400 nm, a partir do processo de corrosão. Dentro das ilhas evidenciou-se uma distribuição peculiar de intensidade óptica

de IR de banda larga, que provavelmente ocorre devido a um gradiente de espécies químicas do polímero que envolve as ilhas. A Figura 2. 17 ilustra a topografia das ilhas junto à respectiva imagem de banda larga de IR. Esse trabalho foi recentemente submetido para publicação no *Journal of Analytical Atomic Spectrometry* e é o primeiro da linha desenvolvido por um usuário externo.

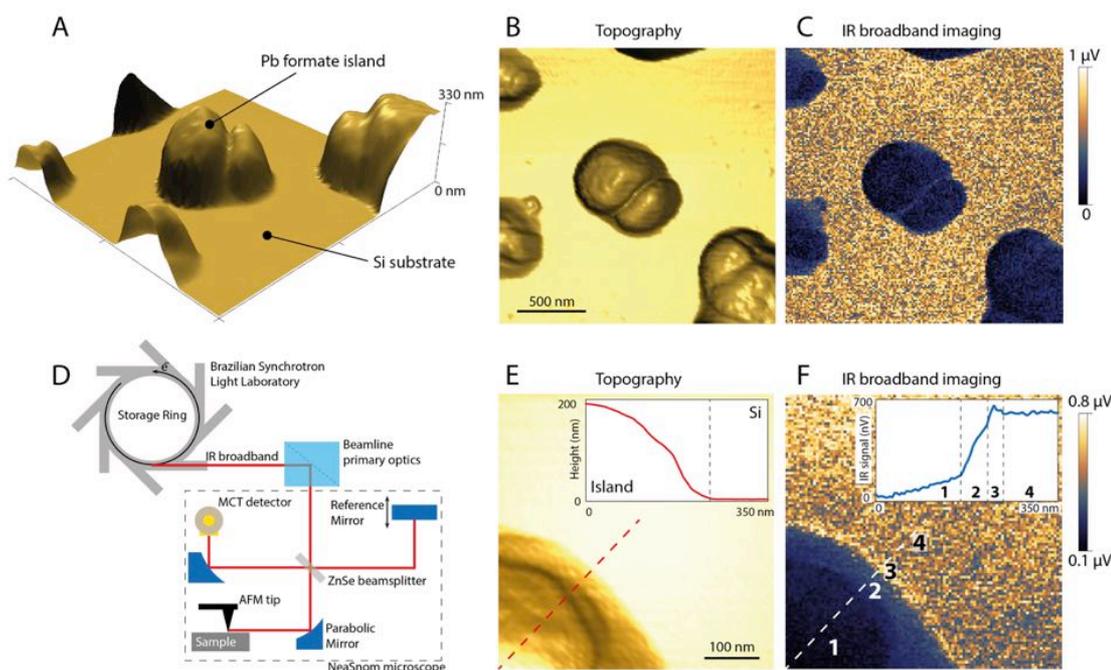


Figura 2. 17 – Topografia AFM e imagem de banda larga de IR das nanoilhas de formiato de chumbo, formadas como produto de corrosão.

A linha IMX atualmente encontra-se operacional e aberta aos usuários externos, e nela foram executadas 7 propostas em 2014. Usuários de diversas áreas têm utilizado esta linha, no entanto, devido às características de resolução e energia do feixe, aparentemente as áreas ligadas a biomateriais têm obtido os melhores resultados até agora. A seguir, destacam-se dois experimentos realizados por “friendly users” em 2014 e que estão em fase de submissão para publicação.

O primeiro destaque corresponde à pesquisa desenvolvida por R.C. Barroso e colaboradores da UERJ e da Fiocruz, na qual foi feita a tomografia por raios X do *Rodhinus prolixus*, conhecido como "Barbeiro", **um dos principais vetores do *Trypanosoma cruzi*, agente etiológico da doença de Chagas na**

América Latina. O uso de tomografia por contraste de fases permitiu observar detalhes finos da anatomia do *R. Prolixus*, principalmente dos músculos da faringe (Figura 2. 18), relevantes para o processo de infecção por esse vetor. Alguns destes detalhes são conhecidos por métodos histológicos, porém de forma mais custosa e destrutiva. No caso da tomografia, não há necessidade de dissecação e a estrutura em 3D do inseto é preservada.

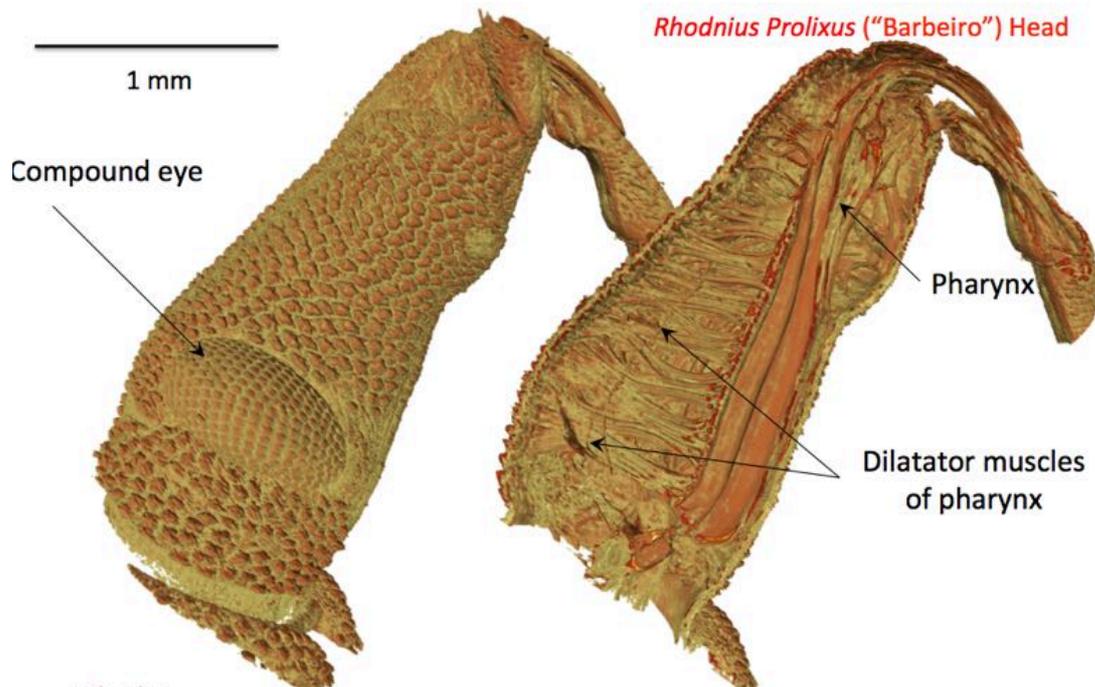


Figura 2. 18 – Imagem da cabeça do barbeiro, ressaltando a anatomia dos órgãos mais importantes para a compreensão do processo de transmissão da doença pelo vetor.

O segundo destaque corresponde a um trabalho para o qual foram feitas imagens de raios X de uma amostra de nervo ciático humano. As imagens exibiram alto contraste e alta resolução espacial, permitindo claramente a identificação de cada estrutura fascículo em torno do tecido conjuntivo (**Error! Reference source not found.**). Vale a pena notar que as estruturas nervosas só podem ser vistas nas imagens por microscopia óptica através da utilização de procedimentos de coloração, no entanto isso não é uma exigência para imagens de raios X por contraste de fase.

Assim, o objetivo deste trabalho em longo prazo é analisar o papel do imageamento por contraste de fase no **diagnóstico de neuropatias periféricas, em conjunto com a construção de uma base de conhecimento**

para a interpretação de imagens, de modo que os detalhes visualizados possam ser facilmente atribuídos a lesões conhecidas.

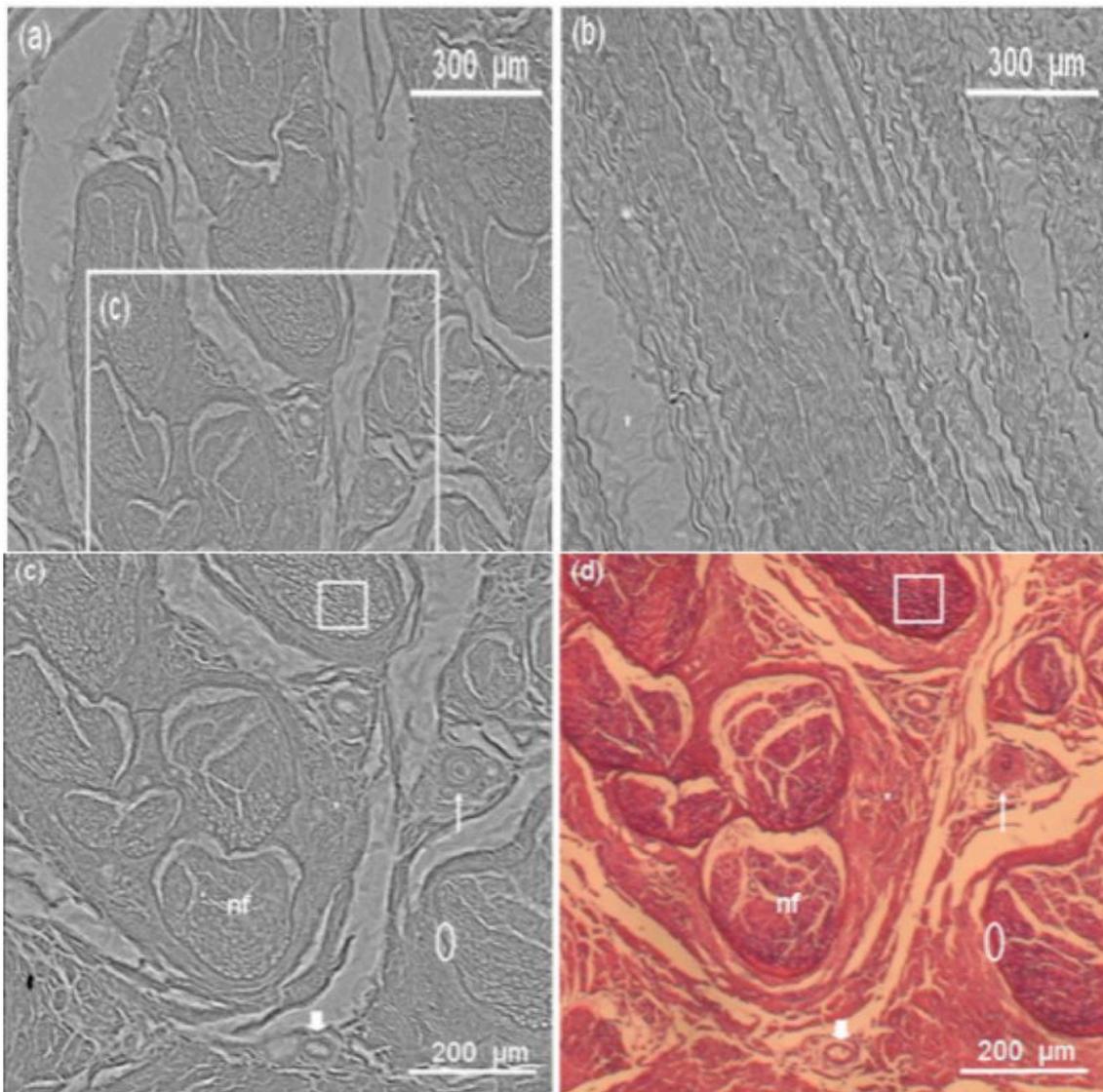


Figura 2. 19 – Imagens micrográficas de contraste de fase em radiação sincrotron de nervo ciático humano em cortes axial (A) e longitudinal (b). O detalhe da seção axial é mostrado em (c), com a imagem de microscópio óptico correspondente em (d). A radiografia por contraste de fase permitiu a visualização de fascículos nervosos (nf), arteríolas (seta fina), vénulas (seta grossa), epineuro (*), perineuro (elipse) e fibras nervosas (quadrados) como detalhes na imagem histológica (d).

2.3 Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Interno

O programa de pesquisa interna do LNLS é focado em algumas poucas grandes áreas científicas estratégicas para o país, como:

- Agricultura e meio ambiente

- Biomateriais e materiais moles (soft matter)
- Catálise
- Propriedades físicas de filmes finos, interfaces e nanoestruturas.
- Materiais em condições extremas

Em cada uma dessas áreas pesquisa são desenvolvidos experimentos com o uso de luz síncrotron de forma a investigar propriedades microscópicas da matéria, que permitam inovações no seu uso para bens de consumo. Além disso, as áreas nas quais está focado o programa de pesquisa do LNLS refletem, de certa forma, também boa parte da pesquisa realizada por usuários. Assim, o programa de pesquisa interna, ao mesmo tempo em que promove o avanço do conhecimento científico em áreas estratégicas com o uso da radiação síncrotron, busca também desenvolver instrumentação de ponta para a comunidade de usuários.

Além dos desenvolvimentos de instrumentação científica conectados diretamente a essas áreas científicas, são feitos também desenvolvimentos de instrumentação com aplicação mais ampla nas linhas de luz, nas áreas de:

- Detectores
- Ótica
- Controle e automação

Nesta sessão serão apresentados alguns projetos internos de pesquisa e desenvolvimento em destaque, que já geraram publicações ou que estão em andamento. Em alguns destes projetos os pesquisadores do LNLS configuram como líderes do projeto e em outros como colaboradores.

2.3.1 Agricultura e meio ambiente

Os principais projetos neste subprograma de pesquisa interna lidam com o uso da radiação síncrotron para investigar propriedade de solos, desde a dinâmica de seus micronutrientes até sua contaminação por elementos químicos pesados e o uso da radiação síncrotron para simular efeitos da radiação sobre ambientes e sistemas biológicos.

Esta atividade de pesquisa acontece há alguns anos nas linhas do LNLS por meio de colaborações com usuários, no entanto, este programa vem se

intensificando ao longo do último ano com a contratação de novos pesquisadores, colaboração com grandes projetos de usuários e por meio de colaborações internas no CNPEM, especialmente com o CTBE. Como resultado, o número de propostas de pesquisa realizadas por usuários externos nessas áreas também aumentou substancialmente, atraindo uma comunidade científica estratégica em um campo em que as técnicas de luz síncrotron podem produzir ganhos expressivos de conhecimento.

A expectativa é de que, a médio e longo prazo, possamos desenvolver uma liderança científica em aplicações de síncrotron em agricultura e meio ambiente, que são vocações nacionais. As linhas de luz SXS, XRF e TGM se destacam como as principais estações experimentais onde hoje esses projetos são executados. Para o Sirius, estão sendo planejadas linhas com características otimizadas para que sejam ferramentas na solução de problemas estratégicos nas áreas de agricultura e meio ambiente. A seguir, apresentamos algumas das principais linhas de pesquisa desenvolvidas pelos pesquisadores do LNLS em colaboração com grupos de pesquisa.

- Utilização de radiação síncrotron no desenvolvimento de materiais fertilizantes a partir de minerais fosfatados de baixa reatividade

Fosfatos naturais apatíticos são minerais fosfatados de baixa reatividade, ou seja, suas taxas de dissolução no solo são muito baixas quando comparados aos fosfatos de origem fosforítica, como aqueles utilizados na produção de fertilizantes fosfatados. Embora esses materiais sejam encontrados em abundância no Brasil, sua baixa reatividade limita sua maior utilização na agricultura como fonte de fósforo (P) para culturas. Para **melhorar sua performance como fertilizante fosfatado**, esses materiais têm sido submetidos a tratamentos térmico e ácido, de forma a melhorar sua reatividade e eficiência agrônômica. Análises de XANES na borda K do P têm sido utilizadas para selecionar os tratamentos que resultam em uma maior proporção relativa de espécies químicas de P relacionadas a espécies de maior biodisponibilidade.

Líder: Edson Mattiello (UFV)

Colaborador no LNLS: Dalton Abdala

➤ Geoquímica de minerais de ferro em solos

Solos ricos em (hidr)óxidos de ferro (Fe) submetidos a irrigação e alagamento temporário são comuns em áreas do Brasil Central sob plantio de arroz. Variações sazonais das condições de drenagem desses solos fazem com que esses minerais sofram mudanças estruturais, conduzindo a importantes transformações geoquímicas e mineralógicas que afetam a ciclagem do Fe, componente majoritário desses minerais, e de outros importantes elementos nutrientes às plantas, como fósforo (P) e enxofre (S). Recentemente tem se observado taxas de formação de nódulos de *plintita* anormais (muito diferentes das encontradas na natureza) e formação de novas fases de minerais de Al e Fe. Análises de EXAFS na borda do Fe têm sido utilizadas para estudar as **mudanças estruturais sofridas no ambiente local atômico do Fe durante esses processos, bem como suas implicações na geoquímica desses solos e na dinâmica de outros elementos de relevância ambiental e agrícola.**

Líder: Alfredo DeCampos (UNICAMP)

Colaborador no LNLS: Dalton Abdala

➤ Uso de características espectrais de P K-edge XANES na análise de fosfatos de cálcio e sua relação com sucessões ecológicas ocorridas em ambientes antárticos

Como efeito das mudanças climáticas ocorridas no planeta ao longo das últimas décadas, diversas alterações nos biomas terrestres podem ser observadas. **O presente estudo visa obter informações quanto às alterações na ecologia de ambientes antárticos como resultado das mudanças climáticas.** Características espectrais de P K-edge XANES de fosfatos de cálcio têm sido utilizadas neste estudo como *proxies* para acompanhar essas sucessões ecológicas nos ambientes antárticos nas últimas décadas. Características como grau de cristalinidade dos fosfatos formados, bem como das espécies de fosfatos resultantes do estabelecimento de espécies animais ou vegetais são buscadas para explicar a sucessão ecológica ocorrida nesses ambientes. Essas informações têm sido obtidas não só por espectroscopia XANES, mas também por mapas de fluorescência de raios X na linha de luz XRF. Os dados obtidos estão em análise.

Líder: Carlos Ernesto Reynolds Gonçalves Schaefer (UFV)

Colaborador no LNLS: Dalton Abdala

- Efeitos biológicos e químicos da radiação solar simulada

Neste projeto procura-se entender os **efeitos da radiação solar no espaço, sobre células bacterianas**. Exposições ao feixe de radiação da linha TGM são utilizados para mimetizar esses efeitos. De maneira complementar a estudos anteriores, além de ter sido avaliada a sobrevivência das células, foram utilizados marcadores moleculares de maneira a caracterizar e quantificar os danos celulares produzidos pela radiação e pelo vácuo, de forma comparativa com outras condições simuladas.

Líder: Douglas Galante

Colaboradores: Fabio Rodrigues (IQ-USP), Núcleo de Pesquisa em Astrobiologia (NAP – Astrobio, PRP-USP).

- Caracterização estrutural, baseada em raios X, de argilas e argilas calcinadas caoliníticas da Argentina com interesse industrial

Muitas das aplicações industriais das argilas empregam alguma forma de tratamento térmico (queima da argila) e, mesmo que as transformações induzidas pela queima tenham sido intensamente estudadas, restam diversas controvérsias sobre os mecanismos microscópicos responsáveis por tais mudanças de fase. **Esse estudo tem por objetivo investigar as argilas caolíníticas** (aquelas compostas basicamente por caolín), dopadas com os minerais normalmente encontrados nesses materiais (principalmente óxidos de ferro e titânio), com diferentes graus de cristalinidade e sob diversos tratamentos térmicos. Isso é feito por meio de espectroscopia de raios X, buscando compreender os mecanismos microscópicos das transformações envolvidas durante tais tratamentos térmicos. Os dados experimentais obtidos em 2014 neste projeto estão em análise.

Líder: Nicolás Rendtorff, e Leandro Andrini (CETMIC, La Plata, Argentina)

Colaborador no LNLS: Flavio Cesar Vicentin

- Complexos ternários entre cálcio e sulfatos: uma abordagem em múltiplas escalas

A ação climática transforma as proporções dos minerais da camada superficial do solo, empobrecendo-o com a redução de importantes nutrientes para os vegetais, tais como os íons K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} e o aumento do teor do íon Al^{3+} , que, por ser tóxico aos vegetais, limita o crescimento das raízes. Por essa razão, a calagem é um procedimento essencial nos cultivos agrícolas em países tropicais. Todavia, devido a limites de solubilidade, os íons repostos durante a calagem não conseguem alcançar camadas mais profundas do solo, de forma a corrigir o teor de Al^{3+} . A equipe observou que a aplicação de gipsita reduz a atividade do íon Al^{3+} , favorecendo o crescimento de raízes nas camadas mais profundas do solo e proporcionando às plantas uma maior resistência à seca, o que resulta em colheitas melhores. Todavia, o mecanismo exato desse efeito não é conhecido. O resultado esperado desse estudo é **utilizar espectroscopia de absorção de raios X nas bordas K do cálcio e alumínio para entender quais complexos químicos são formados na presença do íon SO_4 da gipsita.**

Líder: Marcelo Alves (ESALQ)

Colaborador no LNLS: Flavio Cesar Vicentin.

- Aplicação de técnicas espectroscópicas *in situ* em estudos de mineralogia de solos

Este trabalho é desenvolvido em parceria com o CTBE. O fósforo, um elemento essencial para plantas, está geralmente presente em grande concentração em resíduos orgânicos. Entretanto, na maioria dos solos brasileiros o fósforo é fortemente ligado na matriz mineral, o que restringe a sua disponibilidade para as plantas. Esse é um fator limitante na nutrição vegetal e, por consequência, na produção agrícola. Até o presente temos um conhecimento limitado das fases sólidas dos produtos químicos aplicados no solo, o que dificulta a previsão em longo termo dos efeitos dos resíduos orgânicos quando utilizados para fertilização. A fim de obter mais informações sobre a dinâmica química desses materiais em condições reais de aplicação no solo, esse projeto se propõe a empregar técnicas de **espectroscopia de raios X de forma a obter informações sobre os processos químicos que ocorrem nas diversas interfaces presentes no solo.**

Líderes: Isabella Clerici de Maria (IAC) Raffaella Rossetto (APTA) Marcelo Galdos (CTBE)

Colaboradores no LNLS: Dalton Abdala e Flavio Cesar Vicentin.

➤ Especificação de Arsênio por espalhamento Raman ressonante

A forma mais comum de intoxicação por Arsênio acontece pela ingestão de líquidos ou comidas contaminadas. As fontes de contaminação do solo e, portanto, da água e dos alimentos, podem ser naturais ou artificiais, como a contaminação por pesticidas. No entanto, a **avaliação do risco real do Arsênio depende de uma avaliação do seu estado de oxidação**. Neste trabalho uma técnica espectroscópica nova foi desenvolvida para avaliar o estado de oxidação do Arsênio, permitindo a especificação desse elemento. Esta técnica está em estágio de desenvolvimento e já gerou a publicação do artigo *“Arsenic Speciation by X-Ray Spectroscopy using Resonant Raman Scattering”* no Journal of Applied Spectroscopy, v. 80(6), p. 912–916. O artigo é de autoria de Sánchez, H. J., Leani, J. J., Pérez, C. a., & Pèrez, R. D. (2014).

Líder: H. J. Sánchez (Universidade de Córdoba, AR)

Colaborador no LNLS: Carlos A. Perez.

➤ Aplicação de XANES na investigação da contaminação de solos Argentinos por chumbo e antimônio

A contaminação de solos por atividades de caça pode ocorrer pela liberação de metais na crosta de cartuchos de armas de fogo. Esse é um problema intensificado na região centro-norte de Córdoba, sendo o mesmo já classificado como detrito industrial contendo tanto chumbo como antimônio. **A meta do estudo é entender o processo de corrosão dos cartuchos e o modo como esses elementos são dissolvidos no solo e se tornam biodisponíveis para as culturas agrícolas da região**. Um dos trabalhos publicados em 2014 dentro desta linha de pesquisa foi: *“Study of lead levels in soils by weathering of metallic Pb bullets used in dove hunting in Córdoba, Argentina”*. O artigo, escrito por M. Rubio e colaboradores, foi publicado na X-Ray Spectrometry, v. 43(3), p. 186–192.

Líder: M. Rubio (CEPROCOR, Córdoba Argentina)

Colaboradores no LNLS: Flávio Vicentin e Carlos Perez

Além dos projetos de pesquisa descritos acima, podemos destacar os seguintes desenvolvimentos de instrumentação para pesquisa realizados em 2014, alguns em fase de projeto conceitual e outros em fase de execução:

➤ Câmara experimental de fluorescência

O projeto, em fase conceitual, prevê a construção de uma estação experimental multipropósito, capaz de realizar medidas de fluorescência, luminescência e absorção. A principal aplicação deste tipo de instrumento será a **determinação de propriedades espectroscópicas de semicondutores e materiais luminescentes utilizados em lasers e displays**. Esse projeto está sendo desenvolvido juntamente com o de **SRCD** (Câmara experimental para difração circular com radiação síncrotron). Acordou-se previamente que, caso o instrumental seja aprovado para instalação no LNLS, ele será submetido e financiado como parte de um projeto temático da FAPESP. O projeto já está em sua versão técnica e tem seus orçamentos prontos. Atualmente está em preparação o projeto científico, tendo em vista sua justificativa de financiamento e instalação na linha TGM. A instalação de uma câmara desse tipo permitiria que uma série de medidas fossem feitas sem a necessidade frequente de troca de câmaras, já que ela conta com diversas formas de detecção e com um conjunto flexível de porta amostras, capaz de acomodar diferentes *setups* experimentais. Atualmente está sendo feito o estudo para otimizar a instalação dessas diferentes câmaras experimentais, de maneira e reduzir a necessidade de serviços de montagem mecânica na linha (criação de ramificações ou instalações em *tandem*).

Líder: Douglas Galante

Colaboradores: Hermi Brito (IQ-USP), Mario Valerio (DFI – UFS), Fabio Rodrigues (IQ – USP)

➤ Microscópio de emissão de fotoelétrons

Em novembro de 2014 foi recebido o microscópio MEPHISTO de emissão de fotoelétrons (PEEM), doado pelo SRC de Wisconsin (EUA). Esse microscópio utilizará o feixe de síncrotron na faixa de UV da linha TGM como fonte de iluminação. Ele é especialmente otimizado para fazer **imagens de superfícies de materiais semicondutores, com resolução lateral de até 20 nm e**

especificidade química. As imagens são feitas com contraste da função trabalho do material, pela excitação de elétrons com energia próxima aos níveis de valência. Essa nova instrumentação será importante para as comunidades de pesquisa em semicondutores e ciências ambientais, entre outras. A montagem do microscópio será feita durante 2015, após adaptações visando a sua a instalação na linha de luz e desenvolvimento das melhorias necessárias para seu bom funcionamento. Espera-se que ele esteja disponível para os primeiros usuários ainda em 2015.

Responsável: Dr. Douglas Galante

Colaboradores: Pupa Gilbert (Universidade de Wisconsin, EUA) , Daniel Ariosa (Universidad de la República, Uruguay)

2.3.2 Biomateriais e materiais moles (soft matter)

Este subprograma de pesquisa concentra as atividades de P&D em materiais biológicos e fármacos, materiais poliméricos e coloides. O LNLS possui estações experimentais com instrumentação especializada para investigar materiais biológicos, desde a escala atômica, como é o caso da cristalografia de proteínas, escala nanométrica, pelas técnicas de SAXS e de nano-FTIR, até escalas de micrometros, como na linha de tomografia de raios X e na linha XRF. Boa parte dos experimentos relacionados a este programa de pesquisa interna ocorre nas linhas de SAXS, linhas de imagem (IR e IMX) e uma parte também nas linhas XRF e TGM.

Nesses programas de pesquisa há uma forte colaboração entre o LNLS e o LNBio, tanto por meio da administração das instalações para usuários externos – como na MX1 e MX2 – quanto na pesquisa interna, como veremos a seguir. Essa interação deverá ser intensificada na área de imagem de sistemas biológicos, na qual o LNBio também mantém um programa científico, principalmente com a entrada em operação dos novos equipamentos de imagem, especialmente as linhas IR e IMX. Para o Sirius, os pesquisadores envolvidos nesses programas de pesquisa estão planejando linhas de luz e estações experimentais desenhadas para fornecer o equivalente ao estado da arte em imagem biológica, em todas as suas escalas de comprimento.

A seguir, serão descritas algumas das principais linhas de pesquisa em desenvolvimento, seus objetivos e os resultados alcançados em 2014.

➤ Nanopartículas inorgânicas com possíveis aplicações biomédicas

Esse tema de pesquisa visa **desenvolver nanopartículas para carregamento de fármacos ou mesmo para tratamento de doenças**. Em 2014 os trabalhos foram focados na forma como o recobrimento das nanopartículas pode influenciar no desempenho biomédico de um determinado sistema com baixa toxicidade. Isto é bem ilustrado em um artigo publicado recentemente na revista Langmuir, escrito por Capeletti, L. B. e colaboradores, intitulado *"Tailored silica-antibiotic nanoparticles: overcoming bacterial resistance with low cytotoxicity"*, no qual é apresentada uma estratégia de síntese de uma nanopartícula de sílica que contém o antibiótico tetraciclina aprisionado nos poros. Essas nanopartículas foram eficientes contra bactérias suscetíveis e resistente aos antibióticos. Além disso, as nanopartículas não apresentaram citotoxicidade aparente quando em contato com células de mamíferos, o que abre uma grande oportunidade para o tratamento de bactérias resistentes. Já no trabalho publicado na Chemical Engineering Journal, v. 241 (2014), 103, intitulado *"Supercritical CO₂-organosilane mixtures for modification of silica: Applications to epoxy prepolymer matrix"*, diferentes funcionalizações baseadas em líquidos iônicos, bem como CO₂ supercrítico, foram desenvolvidos e demonstram enorme potencial biomédico e em catálise. Em paralelo, a agregação das nanopartículas tem se mostrado um fator-chave nas aplicações biomédicas, tendo em vista que ela induz a mudanças radicais nas interações biológicas. O trabalho *"Partial aggregation of silver nanoparticles induced by capping and reducing agents competition"* publicado na revista Langmuir (v. 30, 2014, p. 4879) ilustra pela primeira vez a importância do perfil de agregação e de sua correlação com os efeitos biológicos, conforme representa esquematicamente a Figura 2. 20.

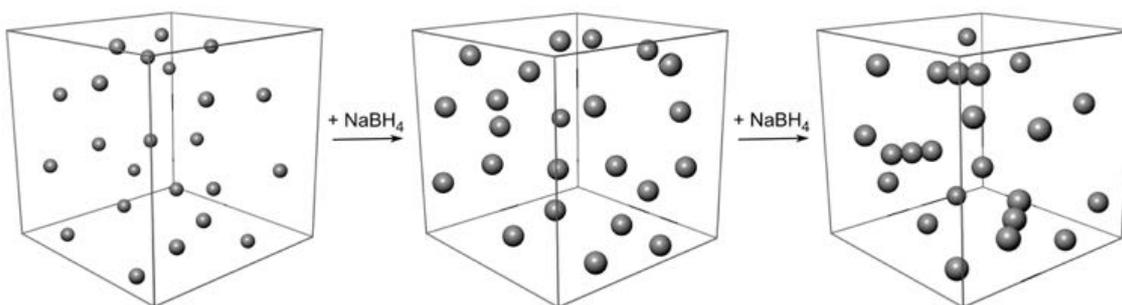


Figura 2. 20 – Esquema representativo do crescimento (Imagem da esquerda – imagem do meio) e do estágio inicial de agregação das nanopartículas (imagem do meio – imagem da direita) induzido pela presença de íons (aqui representado por NaBH₄). Figura adaptada de Oliveira e Cardoso (Langmuir 2014, 30, 4879).



Figura 2. 21 – Capa da revista Langmuir, volume 30 de 2014, na qual o trabalho “Partial aggregation of silver nanoparticles induced by capping and reducing agents competition” foi publicado.

Devido à grande importância da descoberta, o trabalho ilustrou a capa da revista Langmuir, como mostra a **Error! Reference source not found.**

Líder: Mateus B. Cardoso

Estudantes: J. F. A. de Oliveira (Doutorado/UNICAMP), L. B. Capeletti (Doutorado/UFRGS)

Financiamento: FAPESP (Auxílio Regular, Bolsa de Doutorado)

Colaboradores: J. Kobarg (LNBio), J.H.Z. dos Santos (UFRGS)

- Aplicação de absorção de raios X na investigação da composição mineral de cálculos renais provenientes de diferentes pontos do trato urinário
- As urolithiasis (formação de “pedras” no trato urinário), que afligem em torno de 5% da população das nações industrializadas, são resultado de um desajuste

biológico da urina, e geralmente contêm cristais de oxalatos, fostatos ou ácido úrico. Espectroscopia de absorção de raios X é uma das técnicas mais adequadas para estudar a estrutura geométrica e eletrônica de tais cálculos, uma vez que, devido à falta de cristalinidade de longo alcance, técnicas tradicionais, como a difração de raios X, são pouco empregáveis. **O intuito deste projeto é verificar como a localização na qual foram extraídos os cálculos afeta a composição química dos mesmos, empregando a técnica de XANES.**

Líder: Letícia Kuplich (UERJ)

Colaborador no LNLS: Flávio Vicentin

- Caracterização espectroscópica do ambiente químico de Li em fungos com atividade antipsicótica

Sais de Li são classicamente usados como medicamentos antipsicóticos, porém apresentam muitas reações adversas em sua forma livre. Recentemente, um grupo de pesquisa da UFV conseguiu enriquecer fungos comestíveis com Li e demonstrou que esses fungos, quando ingeridos, apresentam atividade antipsicótica significativa, com efeitos colaterais muito reduzidos. O potencial de aplicação desse tipo de alimento enriquecido com Li atualmente depende de uma melhor compreensão do estado do elemento químico nessas condições e de seus mecanismos de ação biológica. Neste projeto estão sendo realizados experimentos na linha TGM para a **caracterização espectroscópica do Li que está sendo testado como aditivo em fungos comestíveis**. O uso de técnicas espectroscópicas, inclusive por síncrotron, pode contribuir para resolver essa questão e até mesmo permitir o melhoramento da técnica.

Líder: Douglas Galante

Colaboradores: Leonardus Vergutz (UFV) e Maria Catarina Megumi Kasuya (UFV)

- Estrutura média e local do cabelo humano

Embora a queratina, uma proteína presente na maioria das células animais, seja uma das proteínas mais estudadas, a organização supramolecular de filamentos intermediários dessa proteína ainda é pouco conhecida. Além disso,

essa proteína tem a habilidade de mudar sua estrutura em função do ambiente em que se encontra. O cabelo humano é um exemplo de arquitetura de filamentos intermediários que vêm sendo investigados nos últimos 50 anos. **O objetivo deste projeto é investigar a estrutura da medula, córtex e cutícula do cabelo humano com o uso de feixes de raios X submicrométricos (no síncrotron NSLS em Brookhaven) e microscopia eletrônica de transmissão (feita no LNNano).** Os resultados obtidos neste projeto demonstram que, à medida em que se passa do exterior do cabelo para a medula, o arranjo das fibrilas de queratina se torna cada vez mais desordenado. Esses resultados, em preparação para publicação, representam um grande avanço na compreensão da estrutura supramolecular de filamentos intermediários de queratina.

Líder: Vesna Stanic

Colaboradores: Brookhaven National Laboratory

Além dos projetos de pesquisa interna destacados, houve também o desenvolvimento de instrumentação e métodos experimentais específicos para determinação da micro e nanoestrutura de sistemas biológicos e poliméricos, como descritos a seguir:

➤ Tomografia por contraste de fase em sistemas biológicos

A microtomografia de raios X de amostras biológicas fornece imagens com resolução melhor do que 1 micron. Uma das maiores dificuldades, no entanto, é que amostras biológicas possuem um contraste muito fraco por absorção de raios X, o que dificulta a identificação de estruturas com boa relação de sinal/ruído. O uso do contraste por refração ao invés de absorção de raios X (o dito contraste de fases), feito em instrumentos de tomografia instalados em síncrotrons, permite um contraste milhares de vezes superior. Várias técnicas de imagem por contraste de fases foram desenvolvidas nos últimos anos. Uma delas é a interferometria por grades, que foi convertida com sucesso para o trabalho com fontes laboratoriais de raios X e, adicionalmente, permite a obtenção de imagens quantitativas. **O objetivo deste projeto consiste em montar um *setup* experimental de modo a explorar a modalidade contraste de fase com interferometria por grades em amostras biológicas.**

Recentemente os primeiros resultados quantitativos deste projeto foram obtidos, e serão mostrados em um próximo relatório. A técnica será disponibilizada para usuários em 2015.

Líder: Mateus B. Cardoso

Estudantes: Garbiel Fior (IC/UFSCAR)

Financiamento: FAPESP (Bolsa IC)

Colaboradores: Irene Zanette (TUM)

➤ Sistema de célula de fluxo em capilar para experimentos de SAXS

O desenvolvimento deste tipo de sistema visa melhorar os experimentos de SAXS em líquidos, mantendo-os sob fluxo e **reduzindo, assim, o dano por radiação em amostras biológicas pela renovação dessas amostras. Isso reduz o volume de amostra necessária para uma medida de SAXS e diminui também o tempo necessário para a troca de amostras líquidas, o que hoje é considerado um gargalo de operação da linha SAXS1.** Em 2014 o sistema foi testado com sucesso, atingindo as especificações do projeto concebido pela equipe da linha SAXS1 e reduzindo o volume de amostra mínimo necessário de 300 µL para 50 µL. Obteve-se também uma melhora da relação sinal/ruído e da repetibilidade das medidas. Esse sistema será disponibilizado para a comunidade de usuários em 2015. Em seguida, ainda em 2015, será instalado também um sistema de purificação de amostras online e um sistema robótico.

Líder: Florian Meneau

➤ Câmara experimental para difratação circular com radiação síncrotron (SRCD)

Neste projeto, que está em *fase conceitual*, está sendo desenvolvida uma nova estação experimental para a realização de medidas de difratação circular na faixa do EUV – UV (com comprimento de onda entre 140 – 350 nm). A principal aplicação desse tipo de instrumento é a determinação de **estrutura secundária de biomoléculas** (como proteínas). Chegou-se a uma proposta de projeto técnico e orçamento baseado no sistema da empresa McPherson – o qual foi incluído como parte do projeto de INCT coordenado pelo Prof. Samuel Goldemberg, da Fiocruz de Curitiba. O projeto conta com o apoio e a

colaboração de Bonnie Wallace e Robert William Janes (University of London), pioneiros da técnica. Ambos estiveram em visita técnica ao LNLS em agosto de 2014.

Líder: Douglas Galante

Colaboradores: Rosangela Itri (IF-USP), Hermi Brito (IQ-USP), Bonnie Wallace (Univ. London), Fabio Rodrigues (IQ-USP)

➤ Sistema de deformação controlada *in situ* para polímeros

A observação da micro e nanoestrutura de materiais sob condições de deformação permite otimizar suas propriedades mecânicas, por meio da compreensão dos seus mecanismos microscópicos de deformação. Neste projeto está sendo instalado um sistema de estiro da Linkam com carga controlável para medidas simultâneas de SAXS. Em outubro de 2014 foram feitos os primeiros testes com o instrumento. Nesses testes foram usadas amostras de compósitos de PVA e do copolímero plurônico F127. Os resultados preliminares sugerem o alinhamento das cadeias de PVA na direção de estiro, enquanto o copolímero ficou empacotado entre as cadeias de PVA.

Líder: Florian Meneau

Colaborador: P Taladriz (Unicamp)

➤ Novo método de FTIR por campo próximo

- Neste projeto está sendo desenvolvido um novo conceito de detecção do sinal de campo próximo no experimento de nano-FTIR. Até o momento, todos os experimentos de nano-FTIR (com fonte síncrotron ou laser) utilizam um interferômetro de Michelson dito assimétrico, o qual baseia-se na interferência de um feixe de campo próximo (baixo ruído) com um feixe de campo distante (com ruídos da fonte síncrotron). Recentemente, foi testado o uso de um interferômetro de Michelson simétrico, que utiliza dois feixes de campo próximo no experimento, que gerou uma melhora expressiva na relação sinal-ruído e na estabilidade nos interferogramas e, conseqüentemente, nos espectros de IR. Para amostras orgânicas, como o polímero PMMA, são necessárias muitas acumulações para se obter um espectro relação sinal-ruído suficiente para a resolução das bandas de absorção do material (Figura 2. 22). O experimento recém-realizado no PMMA confirma a viabilidade do novo método, pois foi

capaz de verificar as bandas de absorção previstas para esse material, em pleno acordo com a literatura. O método é pioneiro e será submetido a publicação em breve em revistas de médio a alto impacto.

Líderes: Raul de Freitas e Francisco Maia

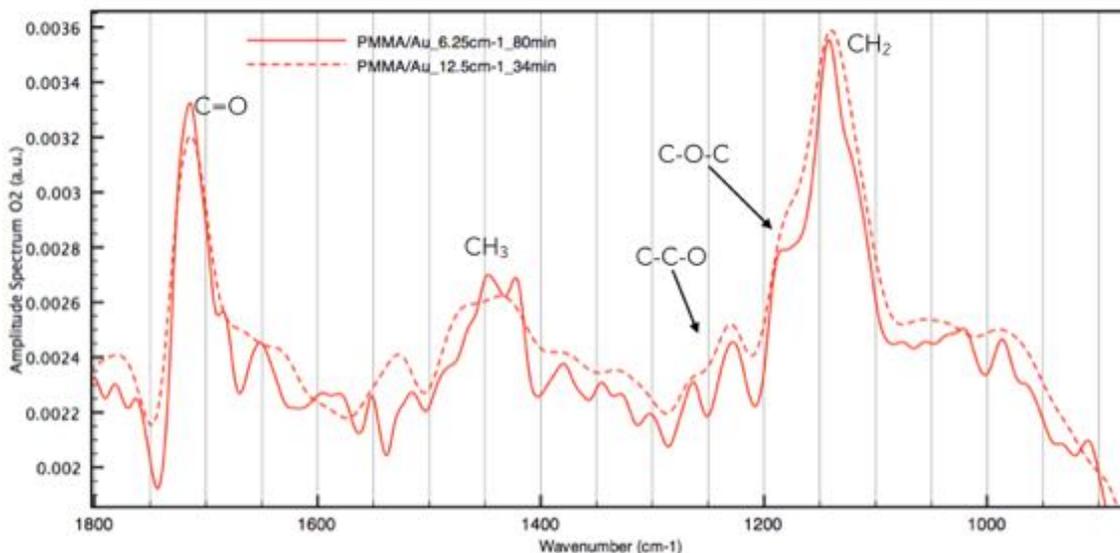


Figura 2. 22 – Espectro de FTIR em campo próximo obtido pelo novo método.

➤ Métodos numéricos mais eficientes para tomografia computadorizada

Dentro dos desenvolvimentos para microtomografia de raios X, há um intenso esforço na busca por novos métodos computacionais, que permitam um processamento mais rápido e mais preciso das projeções radiográficas em volumes tridimensionais. Esses métodos normalmente são custosos computacionalmente e requerem algoritmos que aproveitem ao máximo as informações obtidas. Especialmente quando se trata de amostras biológicas, cada projeção por transmissão de raios X causa um dano ionizante irreversível. Portanto, são necessários algoritmos cada vez mais eficientes para lidarem com pouca informação. Dentre os principais resultados neste ano, tivemos a criação de um método de processamento que reduz efeitos espúrios de anéis nas imagens tridimensionais e a publicação de um trabalho sobre um método computacional mais rápido na revista *Journal of Physics: Conference Series*, v. 490 (2014) 012148, por E. Miquelles e colaboradores.

Líder: Eduardo Miquelles

Colaboradores: A. R. De Pierro e E. S. Helou (UNICAMP)

2.3.3 Catálise

Catalisadores são substâncias utilizadas como facilitadores de reações químicas em praticamente todos os processos industriais que envolvem a transformação de produtos primários. A busca por catalisadores mais eficientes e mais acessíveis é uma área extremamente ativa da pesquisa científica, com impacto direto sobre a economia, qualidade de vida e meio ambiente. Como essas substâncias promovem reações químicas através de mudanças na sua própria estrutura cristalina ou em sua configuração eletrônica, as técnicas experimentais com luz síncrotron são ferramentas particularmente adaptadas para o desenho racional de catalisadores. Mais ainda, como uma das maiores virtudes do uso de raios X é poder “enxergar através da matéria”, é possível projetar experimentos e instrumentações específicas, nas quais as mudanças microscópicas dos catalisadores são observadas em ambientes e condições simuladas próximas às utilizadas nos processos industriais reais. É, portanto, natural que a área de catálise seja uma das mais ativas, tanto na comunidade de usuários quanto na pesquisa interna do LNLS. Essa atividade se reflete nas publicações dos usuários, nas interações industriais e nas novas instrumentações desenvolvidas no LNLS.

Vale a pena ressaltar que, na medida em que esses experimentos tentam simular condições de operação dos catalisadores para medidas *in situ*, os ambientes de amostra se tornam cada vez mais complexos e sujeitos a condições de operação com gases altamente reativos e tóxicos. Para isso, a área de segurança de trabalho, implantada dentro do LNLS em 2014, deve ser envolvida no planejamento do experimento, garantindo um balanço apropriado à simulação real de ambientes hostis e garantindo a segurança de operação. A implantação de tal área foi um dos principais destaques na infraestrutura para pesquisa e desenvolvimento do LNLS.

A seguir, serão descritos alguns dos destaques dos projetos de pesquisa e desenvolvimento nesta área, em andamento no LNLS no ano de 2014.

- Efeito de promotores Ni e Pd no processo de carburação de catalisadores de carbetos de tungstênio suportados em carvão

Os catalisadores promovidos à base de carbetos de tungstênio são aplicados na reação catalítica de conversão de celulose para a obtenção de **produtos químicos de maior valor agregado, como etilenoglicol**. Esses catalisadores possuem propriedades catalíticas semelhantes às dos metais nobres. No entanto, há muito a ser explorado para entender a interação carbetos/promotor/suporte e sua correlação com o sítio ativo nas reações de conversão da biomassa, bem como para evitar ou minimizar a deposição de carbono na superfície durante a síntese dos carbetos, o que causa a desativação do catalisador. Outro grande desafio e oportunidade explorada pelo grupo nesta área é o estudo das propriedades químicas, estruturais, superficiais e eletrônicas, correlacionadas ao desempenho catalítico como ativação, seletividade e estabilidade. A partir dessa correlação entre as propriedades catalíticas e as características físicas do catalisador, será possível preservar, ampliar e otimizar essas propriedades durante a síntese ou o tratamento térmico dos catalisadores e, assim, possibilitar a produção de uma nova geração de catalisadores, mais eficientes e baratos para a aplicação industrial. Um resultado importante nesta linha de conversão catalítica de celulose utilizando esses catalisadores, em 2014, foi a defesa de mestrado de Glauco Ferro Leal (IQ-USP-São Carlos, bolsa CNPq), coorientada no LNLS.

Líder: Cristiane. B. Rodella

Alunos: Glauco Ferro Leal (IQ-USP-São Carlos)

Pós-docs: Dean H. Barrett, Débora M. Meira (CAPES)

Colaboradores: Antônio Aprígio da Silva Curvelo (IQ-USP-São Carlos)

- Estabilidade térmica de catalisadores de Ni e Co suportados em TiO₂ nanoestruturada

Catalisadores de Ni e Co suportados em TiO₂ podem ser empregados na reforma seca do metano para gás de síntese. Um dos principais desafios para essa aplicação é compreender as mudanças de fase cristalina da titânia (anatasse-rutilo) e a sinterização e cristalização das partículas de Ni e Co. Neste projeto, esses fenômenos são investigados em experimentos *in situ* na linha XPD, simulando as condições de ativação e reação catalítica. O objetivo é comparar os catalisadores nanoestruturados com outros sem controle de

tamanho e forma e, assim, avaliar a correlação entre as propriedades estruturais e as propriedades catalíticas como estabilidade, conversão e seletividade.

Líder: Dean H. Barrett, Cristiane Rodella

Aluno: Jacqueline Cristina Oliveira (IC – bolsa PIBIC)

➤ Espectroscopia de superfície de catalisadores heterogêneos em condições de operação

O objetivo desta linha de pesquisa é a correlação da performance catalítica com a estrutura atômica e eletrônica da superfície do catalisador. Com este fim, são empregadas técnicas de espectroscopia de elétrons (XPS e TEY-XANES) para caracterizar a superfície de catalisadores em condições de operação, utilizando raios X moles em fontes síncrotron em diferentes países. Um projeto de pesquisa sobre reações de oxidação em metais nobres iniciou-se no Instituto Fritz-Haber, Berlin, Alemanha. Por exemplo, medidas de XPS *in situ* em catalisadores de Ag durante a reação de epoxidação de etileno mostram que a adição do promotor Cl modifica o balanço de espécies de oxigênio que formam o sítio ativo do catalisador, causando um aumento da seletividade para o produto de interesse, conforme descrito no artigo intitulado “*Promoters in heterogeneous catalysis: The role of Cl on ethylene epoxidation over Ag*”, escrito por T.C.R. Rocha e colaboradores e publicado na J. Catal. V. 312 (2014), p. 12–16.

Esta linha de pesquisa continuará na linha de luz SGM. Atualmente, é possível caracterizar catalisadores apenas antes e depois de reações, utilizando a câmara de XPS em UHV do LNLS. Porém, estudos *in situ* serão realizados utilizando a câmara de TEY-XANES *in situ*, em desenvolvimento, e o espectrômetro AP-XPS, que atualmente passa por processos de modificação e melhoria. Amostras de catalisadores-modelo de complexidade controlada serão fabricadas por técnicas de deposição de filmes finos utilizando a estação de preparação e caracterização *in situ* da SPECS, recentemente instalada na linha PGM.

Líder: Tulio Rocha

Colaborador: Axel Knop-Gericke (Instituto Fritz Haber, Alemanha),

➤ Superfícies de óxidos complexos em ambientes de reação

Catalisadores de óxidos mistos de Fe e Cr dopados com Cu são utilizados em reações de deslocamento água-gás na indústria química. Sabe-se que esses materiais apresentam coexistência de diferentes fases cristalinas, dependendo das condições de reação. Porém, não se sabe como essas transformações do *bulk* afetam a superfície do catalisador. O objetivo deste projeto é estudar como a composição e o estado de oxidação da superfície dos catalisadores varia em função do ambiente de reação e da temperatura. Os catalisadores serão caracterizados em condições de reação, usando uma combinação de espectroscopias *in situ* na região UV-VIS e raios X moles. Os resultados obtidos mais recentemente mostram que diversos catalisadores foram caracterizados durante a reação por XPS e XANES, e análises preliminares mostram a redução completa da superfície do catalisador e uma transição isolante-metal durante a reação, que pode estar intimamente associada à atividade catalítica.

Líder: Tulio Rocha

Colaboradores: Universidade Lehigh

➤ Desenvolvimento de catalisadores para síntese de hidrogênio a partir do etanol: estudo de diferentes suportes

O suporte de um catalisador é o material, normalmente sólido e com grande área superficial, na qual o catalisador é fixado. A reatividade de catalisadores heterogêneos e de catalisadores nanoestruturados ocorre justamente nos átomos de superfície. Consequentemente, é essencial que sejam desenvolvidas formas de maximizar a área superficial do elemento catalisador sobre o suporte, o qual, apesar de normalmente ser inerte e não participar da reação catalítica, pode afetar a seletividade e a cinética da reação. Os objetivos deste trabalho são estudar a influência da composição e da estrutura dos suportes na atividade e na seletividade de alguns catalisadores para produção de hidrogênio. Um resultado recente conectado a esta linha de pesquisa, em que foram estudados os efeitos da distribuição de catalisadores de Cu suportados em ZrO_2 na desidrogenação do etanol, foi o artigo intitulado “*Effect of Cu content on the surface and catalytic properties of Cu/ZrO₂ catalyst for*

ethanol dehydrogenation”, escrito por I. C. Freitas e colaboradores e publicado no Journal of Molecular Catalysis A., v. 381, (2014), 26.

Líder: Daniela C. Oliveira

Estudantes: Arthur E. P. de Lima (IC, UNICAMP)

Financiamento: FAPESP (bolsa IC)

Colaboradores: J. M. C. Bueno (UFSCAR)

- Propriedades eletrônicas de porfirinas com atividade catalítica: um estudo por espectroscopia de absorção de raios X

As porfirinas e metaloporfirinas são moléculas criadas pela natureza, e que estão envolvidas em diversos processos biológicos vitais, como fotossíntese (clorofila), transporte de oxigênio (hemoglobina) e ativação de oxigênio (citocromos) e diversos processos bio-catalíticos. O objetivo deste projeto é estabelecer um melhor entendimento da estrutura eletrônica e de suas possíveis correlações com a atividade catalítica das metaloporfirinas, tendo em vista seu uso em processos catalíticos mais eficientes. Para isso, foi proposto um estudo utilizando espectroscopia de absorção de raios X (XAS). Inicialmente foram escolhidas duas amostras que representam bem a classe de metaloporfirinas e metaloproteínas: Hemina e Hemoglobina. Ambas contêm um átomo de ferro no centro e são bastante similares localmente. Os espectros XAS na região da vizinhança da borda de absorção são mostrados na Figura 2. 23.

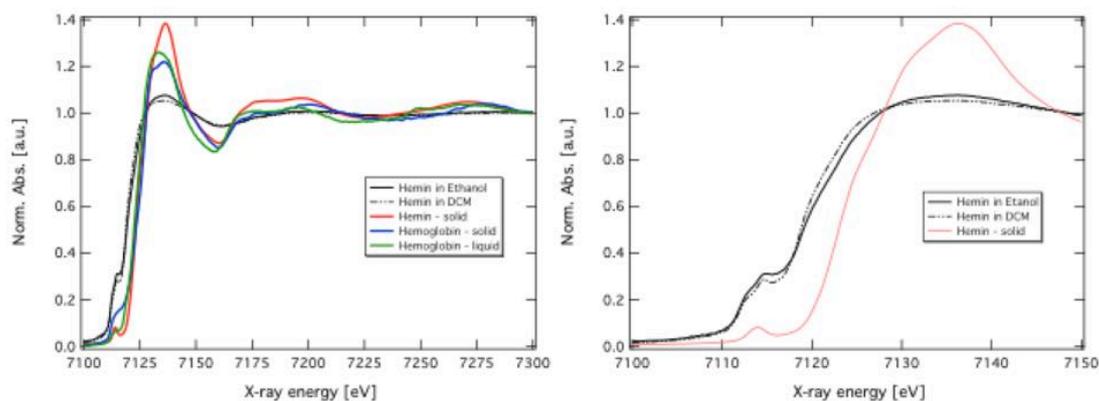


Figura 2. 23 – Espectros XANES de amostras de hemoglobina e metaloporfirinas em estado sólido e líquido. Nota-se a diferença dos espectros das amostras em forma sólida e líquida.

Um fato interessante é que os espectros apresentaram forte dependência com o estado físico da amostra (sólido ou líquido). Isso é particularmente notável no caso da Hemina. Esses resultados preliminares já permitem concluir que, ao se dissolver a porfirina, há uma mudança estrutural, possivelmente com a coordenação de moléculas do solvente nas proximidades do centro férrico, ou mesmo com a quebra de uma ligação entre o ferro e um átomo de cloro que faz parte da estrutura intacta. A análise desses dados experimentais e o desenho de novos experimentos terão continuidade em 2015.

Líder: Frederico A. Lima

Estudantes: Kauan M. Rodrigues (IC, UNICAMP)

Financiamento: FAPESP (bolsa IC)

Há um constante desenvolvimento de métodos experimentais que exploram a capacidade de se fazer experimentos com raios X em ambientes de amostras complexos, nos quais mudanças microscópicas nos catalisadores são observadas em condições próximas às utilizadas nos processos industriais reais. Esses desenvolvimentos envolvem desde a construção de fornos, sistemas de injeção e análise de gases de reação e novos esquemas de detecção. Neste campo, os principais projetos de desenvolvimento em destaque em 2014 foram:

- Desenvolvimento de uma cela de reação para promover estudos *in situ* e *em operando* de catalisadores pelas técnicas de difração e absorção de raios X no LNLS

O objetivo deste projeto é o desenvolvimento de reatores do tipo *plug-flow* em geometria capilar, buscando fazer medidas de absorção de raios X (XAS) e difração (XRD) *in situ* com a possibilidade do uso em altas pressões de trabalho (20 bar) e altas temperaturas (1000⁰C), para aplicação em catálise *in situ*. Essas celas permitem a correlação direta dos resultados obtidos pelas duas técnicas, pois as análises são executadas nas mesmas condições experimentais. Além disso, ela faz a medida de absorção de raios X no modo de fluorescência em condições de reação (controle de atmosfera e temperatura). As propriedades catalíticas de atividade, seletividade e estabilidade poderão ser avaliadas durante o processo de caracterização

estrutural e eletrônica dos catalisadores, através do uso de um microcromatógrafo a gás (micro-GC) acoplado na saída da cela de reação. Isso possibilitará a execução de experimentos em associação com as medidas de atividade e seletividade (*operando condition*) e permitirá a correlação das interações entre as características estruturais e as propriedades catalíticas. Após o comissionamento, o reator capilar e acessórios estarão disponíveis para toda a comunidade de usuários do LNLS que tenha interesse no estudo de catalisadores heterogêneos e outros materiais funcionais em condições ambientais controladas.

Líder: Santiago Figueroa

Financiamento: FAPESP (Auxílio Regular)

- XRD e XAFS combinadas para o estudo de materiais sondando ordens de longo e curto alcance

De forma conectada com o projeto anterior, o objetivo deste projeto é combinar as técnicas de estrutura fina de absorção de raios X (XAFS) e difração de raios X (XRD) em um único experimento, com o intuito de realizar caracterizações *in situ* sobre condições *operando* em um único experimento, em uma mesma linha de luz. Desta forma, é possível otimizar o tempo de medida e observar o sistema nas mesmas condições experimentais determinadas no início do experimento.

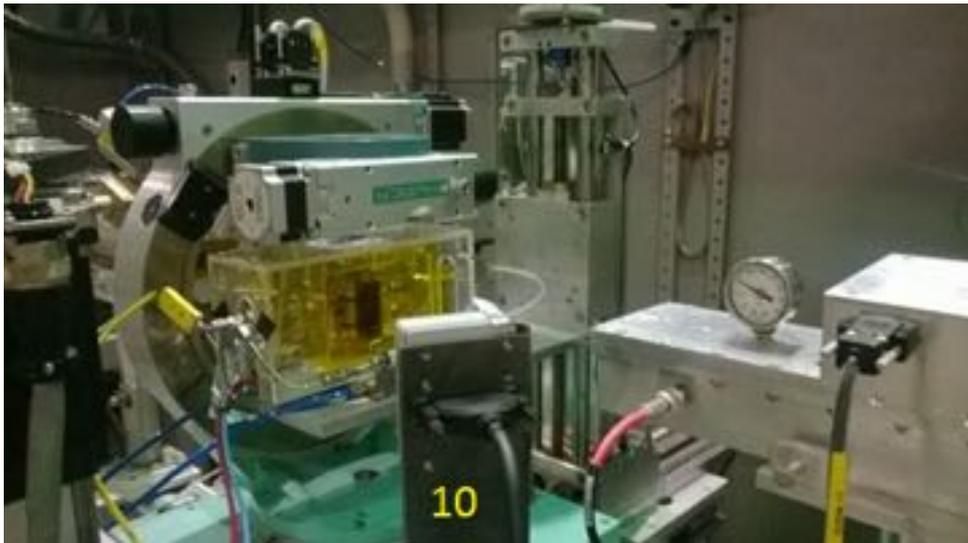


Figura 2. 24 – Montagem final da linha para os experimentos. Detector Mythen (10) fixado no braço 2θ .

Após a montagem desses experimentos (Figura 2. 24) estão sendo feitos os primeiros testes de operação. Para comprovar a viabilidade da instrumentação foi estudado o hidreto Mg_2CoH_5 , utilizado em aplicações industriais como armazenador de hidrogênio. O experimento foi realizado sob condições controladas de temperatura e atmosfera de gases, utilizando um microrreator capilar. Foram feitas medidas consecutivas de XAFS e, em seguida, medidas de XRD. Com os dados de um espectrômetro de massas, acompanhou-se a dessorção de gases, a modo de ver o comportamento do sistema em condições *operando*. Correlacionando os resultados de difração, absorção e espectrometria de massas, notou-se que a liberação inicial do H_2 não está ligada à mudança de fase do sistema, sendo essa liberação associada a H_2 intersticial.

Líder: Santiago Figueroa

Alunos: Matheus Falcão de Sousa (Bolsista de verão)

➤ Espalhamento ressonante inelástico de raios X (RIXS) aplicado à catálise
A técnica de espalhamento ressonante inelástico de raios X (RIXS) vem sendo aplicada com sucesso na investigação de supercondutores e outros sistemas de elétrons fortemente correlacionados. Este projeto visa à aplicação de RIXS na região de raios X moles para a caracterização *in situ* de catalisadores sob condições de reação e eletrodos para produção de hidrogênio pela separação da água. A primeira fase contempla o desenvolvimento e implementação de

instrumentação que permita o estudo dos materiais em tempo real no ambiente de operação em linhas de luz dos laboratórios síncrotron ALS (Berkeley, EUA) e BESSY II (Berlin, Alemanha). Na segunda fase serão estudadas reações de oxidação em catalisadores de metais nobres. Durante 2014, um dos principais resultados alcançados foi o projeto, construção e teste de uma célula de reação (**Error! Reference source not found.**²⁵). Esse resultado foi publicado no trabalho intitulado “*Reaction cell for in situ soft x-ray absorption spectroscopy and resonant inelastic x-ray scattering measurements of heterogeneous catalysis up to 1 atm and 250 °C.*”, elaborado por Kristiansen PT, Rocha TCR, Knop-Gericke A, Guo JH, and Duda LC, e publicado no Review of Scientific Instruments 84, 113107 (2013). Este desenvolvimento terá um impacto importante para o Sirius, já que uma das suas linhas de luz, a **Ipê**, está sendo projetada sob este programa científico.

Líderes: Axel Knop-Gericke (Instituto Fritz Haber, Alemanha), L.C. Duda (Universidade de Uppsala, Suécia)

Colaborador no LNLS: Tulio Rocha

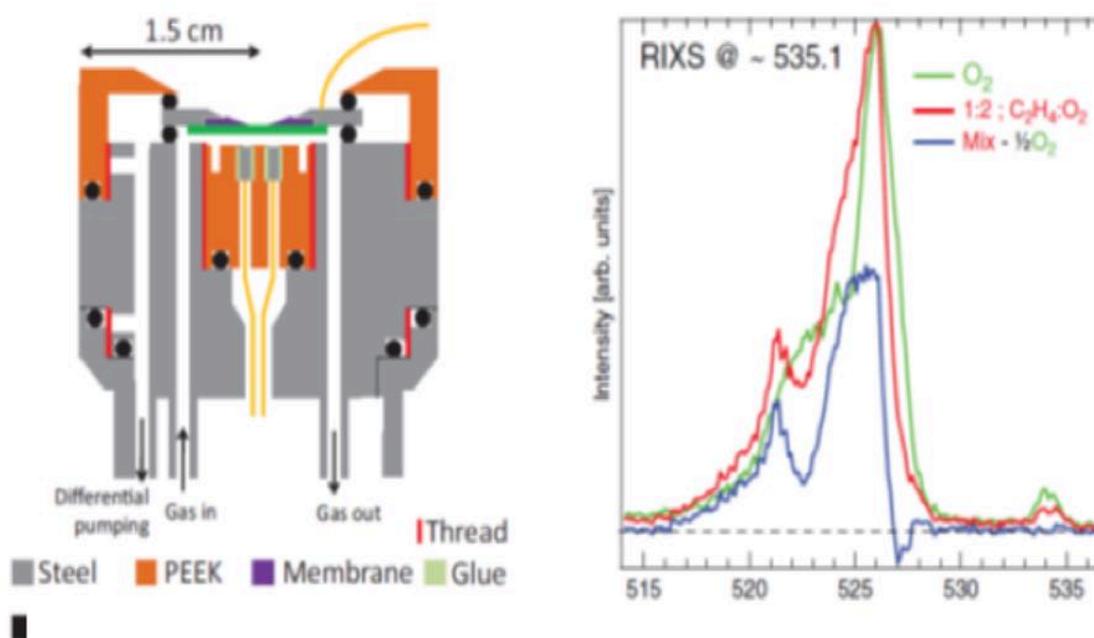


Figura 2. 25 – Diagrama da célula de reação para experimentos RIXS in situ (à esquerda) e primeiros espectros de catalisadores de Ag em 250 C sob atmosfera de oxigênio ou mistura de reação (à direita).

2.3.4 Propriedades físicas de filmes, interfaces e nanoestruturas

Este subprograma científico concentra a pesquisa em aspectos fundamentais de sistemas com propriedades eletrônicas exóticas formados em filmes, interfaces e nanoestruturas. Em geral, os projetos têm um caráter muito mais de pesquisa básica em propriedades da matéria do que os temas apresentados anteriormente.

Embora haja, em algumas ocasiões, intersecções com os temas abordados nesta área como, por exemplo, no que trata de propriedades físicas de nanopartículas, boa parte das aplicações práticas desses sistemas se encontra na indústria microeletrônica, relativamente longe da cadeia de inovação do parque industrial nacional. Não obstante, os avanços atingidos neste programa têm um impacto na fronteira do conhecimento global sobre a matéria condensada em seus aspectos mais fundamentais. Esta é, inclusive, uma área de grande produtividade científica nacional, experimental e teórica, e que motiva o desenvolvimento de métodos experimentais inovadores com o uso da luz síncrotron, que acabam impactando em diversas áreas.

Um aspecto importante dos experimentos realizados nesta área é que a instrumentação instalada no LNLS hoje para caracterização estrutural e espectroscópica destes sistemas está entre as mais competitivas do mundo. A linha PGM, por exemplo, única linha de alto brilho baseada em ondulator no LNLS, conta com uma estação para espectroscopia e imagem na faixa de raios X moles, instalada e comissionada em 2014, que está entre as mais avançadas do mundo. Associada a isso está a linha XRD2, que permite medidas de refletividade e difração e incidência rasante, importante para caracterização estrutural desses sistemas, de forma complementar.

Em seguida, apresentaremos alguns dos projetos de pesquisa e desenvolvimento de instrumentação em andamento em 2014.

- Transistores de camada dupla baseados em condutores iônicos cristalinos
O controle de propriedades físicas por meio da aplicação de campos elétricos tem um grande potencial para aplicações práticas. Em particular, esse princípio

está por trás de praticamente toda a tecnologia microeletrônica, em que se utilizam os transistores de efeito de campo (FET). Este projeto busca controlar as propriedades de uma camada supercondutora sob uma camada de condutor iônico. Essa última tem por função polarizar a interface de uma camada ultrafina de um material supercondutor, alterando eletrostaticamente o seu nível de dopagem. Emprega-se espectroscopia de raios X para acompanhar os estados eletrônicos dos elementos constituintes do supercondutor, a fim de assegurar que os efeitos macroscópicos observados na resistência do dispositivo sejam devidos à real variação da dopagem por efeito do campo elétrico, e não um artefato devido à reação química da camada de condutor iônico com o filme supercondutor.

Líderes: Pedro N. Schio e Julio C. Cezar

Colaboradores: Javier Garcia-Barriocanal e Jacobo Santamaría (Universidade Complutense, Espanha)

➤ Fabricação e estudo da estrutura eletrônica de heteroestruturas de óxidos multiferroicos

Óxidos multiferroicos têm atraído a atenção da comunidade científica devido à interação que apresentam entre suas propriedades magnéticas e dielétricas. Macroscopicamente essa interação possibilita a variação do estado magnético da amostra através da aplicação de um campo elétrico externo, ou o contrário, o controle da polarização elétrica através da aplicação de um campo magnético. Essas características oferecem um grande potencial para aplicações, inclusive com a possibilidade de desenvolvimento de sistemas de armazenamento de informação não volátil. Por outro lado, ainda não existe um material multiferroico que seja adequado para utilização prática e, a fim de melhorar suas propriedades, é necessário entender em nível microscópico os fenômenos básicos responsáveis pela interação entre os graus de liberdade dielétrico e magnético. A meta principal desse projeto é estabelecer uma equipe capaz de crescer e caracterizar filmes contendo materiais ferroelétricos e multiferroicos. No momento atua-se em duas frentes de pesquisa dentro desse projeto: (1) estudo da interação entre domínios ferromagnéticos e domínios ferroelétricos, com especial atenção à caracterização da parede de

domínio ferroelétrico; (2) interação entre camadas multiferroicas e supercondutoras em dispositivos na forma de multicamadas de óxidos.

Líder: Júlio C. Cezar

Aluno: Caroline Mouis (UNICAMP)

Financiamento: FAPESP (Projeto Jovem Pesquisador/ Bolsa de Doutorado)

➤ Síntese, estrutura e propriedades magnéticas de filmes finos e de bicamadas acopladas

A eletrônica de spin, ou simplesmente spintrônica, explora os efeitos do spin do elétron na condução elétrica. A deterioração das propriedades funcionais em filmes ultrafinos pode associar-se ao efeito intrínseco de tamanho finito, à microestrutura do filme ou à presença de efeitos estruturais de crescimento. Pode também resultar de efeitos estruturais de superfície, como a coordenação reduzida de átomos superficiais ou modificações nas posições atômicas induzidas por tensão ou difusão química nas interfaces. As propriedades funcionais podem então ser preservadas, ou modificadas, pelo controle fino da estrutura e otimização das condições de crescimento. Esse tema está exemplificado em três artigos recentes [1-3] envolvendo a compreensão de fenômenos básicos de interações (e estruturas) magnéticas em nanoestruturas com alta anisotropia magnética. A possibilidade de alterar a anisotropia magnética de um material ferromagnético manipulando um antiferromagnético foi demonstrado recentemente [4]. Os projetos desenvolvidos dentro desse tema baseiam-se na combinação de dois eixos experimentais: (1) Crescimento de camadas de dimensões nanométricas acopladas, utilizando epitaxia de feixe molecular (MBE) com controle *in situ* estrutural e químico; (2) Estudos de propriedades magnéticas e eletrônicas com seletividade elementar por técnicas de absorção raio X. O emprego de técnicas de luz síncrotron e o uso das facilidades de síntese existentes no LNLS são essenciais.

Referências:

[1] A.D. Lamirand, M.M. Soares, **H.C.N. Tolentino**, A. Y. Ramos, M. De Santis, J. C. Cezar, A. De Siervo, M. Jamet, *Physical Review B(RC)* **88** 140401 (2013)

[2] M.M. Soares, A.D. Lamirand, A. Y. Ramos, M. De Santis, **H.C.N. Tolentino**, *Physical Review B* **90**, 214403 (2014)

[3] A.D. Lamirand, M.M. Soares, A. Y. Ramos, **H.C.N. Tolentino**, M. De Santis, J. C. Cezar, A. De Siervo, Journal of Magnetism and Magnetic Materials **373**, 6-9 (2015)

[4] P. Kuswik, P. L. Gastelois, M. M. Soares, H. C. N. Tolentino, M. De Santis, A. Y. Ramos, A. D. Lamirand, M. Przybylski, and J. Kirschner, "Effect of CoO/Ni orthogonal exchange coupling on perpendicular anisotropy of Ni films on Pd(001)" submitted Physical Review Letters (2014)

Líder: Hélio C. N. Tolentino

Colaboradores: Julio C. Cezar, Marcio M. Soares (LNLS); Aline Ramos, Maurizio De Santis, Stéphane Grenier (Institut Néel, France); Dominique Givord, Vitoria Barthem (Instituto de Fisica UFRJ); Waldemar Macedo, Pedro Gastelois (Instituto de Fisica UFMG), Marek Przybylski e Piotr Kuswik (Academic Centre for Materials and Nanotechnology, Crakow, Poland)

➤ **Fabricação e caracterização de materiais do tipo isolantes topológicos**

Isolantes topológicos são uma classe de materiais que apresentam alta resistência elétrica em seu volume, isto é, dentro do material, mas por outro lado, por questões geométricas, podem apresentar superfícies que são metálicas. Esses materiais despertaram interesse recentemente devido ao desenvolvimento de técnicas de crescimento de filmes finos, nos quais é possível obter películas com espessura da ordem de algumas monocamadas atômicas desses materiais. Nessa situação, suas propriedades de superfície dominam as propriedades macroscópicas. Além disso, uma série de questões básicas, em particular sobre a robustez do estado metálico superficial, ainda estão em aberto. Em 2014 foi iniciado o estudo de tais materiais com o emprego dos recursos recentemente instalados para fabricação de filmes finos e sua caracterização *in situ* utilizando absorção e fotoemissão de raios X na linha PGM. Pretende-se, com esse trabalho, elucidar a estrutura eletrônica de tais materiais para melhor compreender suas propriedades macroscópicas.

Líderes: Marco Guarise e Julio C. Cezar.

➤ **Estudo de propriedades químicas e eletrônicas de heteroestruturas de grafeno sobre dicalcogênios esfoliados via nano-FTIR sincrotron**

Nesta colaboração entre o LNLS e a Universidade de Wisconsin, pretende-se estudar, em domínio nanométrico, propriedades químicas e eletrônicas de heteroestruturas baseadas em mono e bicamadas de grafeno sobre superfície esfoliada de dicalcogênios de metais de transição. Esse tipo de material oferece um grande potencial de aplicação em novos dispositivos optoeletrônicos de ultra desempenho, assim como possibilitam estudos de física básica. Por serem materiais idealmente bidimensionais, compostos por poucas camadas atômicas, o seu estudo se torna restrito a poucas técnicas. Além disso, novas propriedades fundamentais são observadas em interfaces e na proximidade de defeitos, as quais são raramente exploradas atualmente. O colaborador americano já enviou amostras de MoS_2/Si e MoS_2/Au para os primeiros testes, os quais serão realizados nos próximos meses. A expectativa é de que se possa explorar, com resolução espacial de até 50 nm, a estrutura química e excitações eletrônicas próximas ao nível de Fermi. Este trabalho prevê resultados de elevado fator de impacto, dado o caráter inovador da linha IR1, e também pelo grau de relevância do material.

- Aplicação da espectroscopia de raios X a incidência rasante (GIXRF/GIXANES) no estudo de filmes finos de óxidos semicondutores dopados com metais de transição

Este projeto visa estudar a estrutura e espectroscopia de filmes finos de óxidos semicondutores, muito utilizados na indústria microeletrônica, combinando técnicas de espectroscopia por incidência rasante. A técnica que está sendo desenvolvida neste projeto aumenta substancialmente a sensibilidade nas medidas de filmes finos, que normalmente produzem sinais muito tênues. Neste ano foram feitos avanços substanciais na implementação de um software de simulação de perfis de GIXRF, incluindo novas ferramentas matemáticas para aceleração do processo de cálculo da curva teórica, bem como efeitos de reforço. Em particular, foi publicado um trabalho intitulado “*Numerical aspects of grazing incidence XRF*” no Journal of Physics: Conference Series 490 (2014) por Miqueles, E., Perez., C. e Suárez, V. Estes resultados são importantes para projetar as condições ideais para realização e interpretação dos dados obtidos nesse tipo de medidas. Foram também fabricados por *sputtering* diversos filmes finos-padrões, caracterizados pela técnica de XPS. Esses filmes, bem

caracterizados por uma técnica independente, poderão servir agora de *benchmarking* da nova técnica. Os últimos avanços na implementação do programa de simulação de perfis de GIXRF em Python, bem como simulações em sistemas específicos, foram apresentados na forma de comunicação oral no XIII Encontro SBPMat 2014 (João Pessoa-PB). O formalismo matemático da simulação de perfis em profundidade será publicado na revista **Computer Physics Communications** no início de 2015.

Líderes: Carlos A. Perez e Eduardo Miqueles

Alunos: Vanessa I. T. Suárez (Doutorado/UFV)

Financiamento: CAPES (Bolsa de doutorado)

- Novo método para síntese de nanopartículas compactas de prata cobertas por magnetita

Uma pausa introduzida na temperatura, em uma decomposição térmica de ferro de um único passo, em presença de sementes de prata formadas na mesma mistura da reação, dá origem a novas heteroestruturas compactas: as nanopartículas de Ag@Fe₃O₄ com núcleo Ag e recobrimento de Magnetita, com forma semelhante a um minúsculo tijolo. Este novo método é relativamente simples de implementar e poderia contribuir para superar o desafio de obter uma heteropartícula multifuncional, na qual um metal nobre está rodeado por magnetita. Análises estruturais das amostras mostram as nanopartículas de prata de 4 nm embrulhadas dentro de estruturas externas cúbicas compactas de óxido de Fe, com um formato retangular curioso. As propriedades magnéticas indicam um comportamento superparamagnético como próximo, com uma histerese fraca à temperatura ambiente. O valor da anisotropia envolvida faz com que essas partículas ofereçam potencial para aplicações em nanomedicina. Esses resultados foram publicados recentemente na revista Nature Scientific Reports 4:6839 (2014)

Líderes: K. Pirota e M. Knobel (UNICAMP)

Colaborador no LNLS: Santiago Figueroa

- Propriedades estruturais de heterojunções de grafeno

Heterojunções de grafeno são uma nova classe de materiais que poderão ser usados como sensores biológicos e catalisadores. O objetivo deste projeto é

caracterizar, por espalhamento de raios X em incidência rasante (GISAXS), a estrutura de interface de diversos tipos de heterojunções de grafeno com nanopartículas metálicas, e comparar essas combinações com as estruturas resultantes da interação com outros substratos.

Líder: M. C. Dalfovo (CONICET-UNLP, Argentina)

Colaborador no LNLS: Vesna Stanic

- Propriedades vibracionais de mono e bicamadas de grafeno sobre substrato de SiC via nano-imagem IR e nano-FTIR sincrotron

Este projeto visa um maior entendimento sobre os mecanismos de ligação molecular e propriedades eletrônicas de mono e bicamadas de grafeno formadas via evaporação de SiC. O trabalho já fornece dados suficientes para distinção das fases de Grafeno formadas na superfície de SiC, via a razão de intensidades espalhadas. Além disso, o nível de sinal observado sugere o próximo passo na investigação: nano-FTIR nas diferentes estruturas formadas. Atualmente os dados coletados estão sendo avaliados e discutidos para possível publicação em periódico desta área. O uso da linha IR1 foi essencial para esta primeira avaliação desse sistema.

- Nucleação e crescimento de nanocristais de dióxido de estanho
- Nanocristais de óxido de estanho estão entre os semicondutores de óxidos metálicos mais estudados e empregados em proteção contra corrosão, catalisadores e painéis solares, entre outros. O mecanismo de nucleação e crescimento desses nanocristais, no entanto, não é bem compreendido. Neste projeto está sendo desenvolvido um novo método experimental baseado em luz síncrotron para o estudo do crescimento e nucleação *in situ* desses nanocristais.

São combinadas técnicas de espectroscopia de absorção de raios X e Raman com espalhamento de raios X a baixos ângulos para estudar esses mecanismos. Um dos resultados atingidos foi a criação de um modelo de formação de cinco passos (Figura 2. 26), que permitirá a propor novos métodos de síntese dessas nanopartículas em aplicações tecnológicas. Estes resultados foram publicados na revista Chemistry of Materials (FI 8.5)

Líder: Florian Meneau

Colaboradores: B. L. Caetano, C. V. Santilli, S. H. Pulcinelli (UNESP), Valérie Briois (SOLEIL)

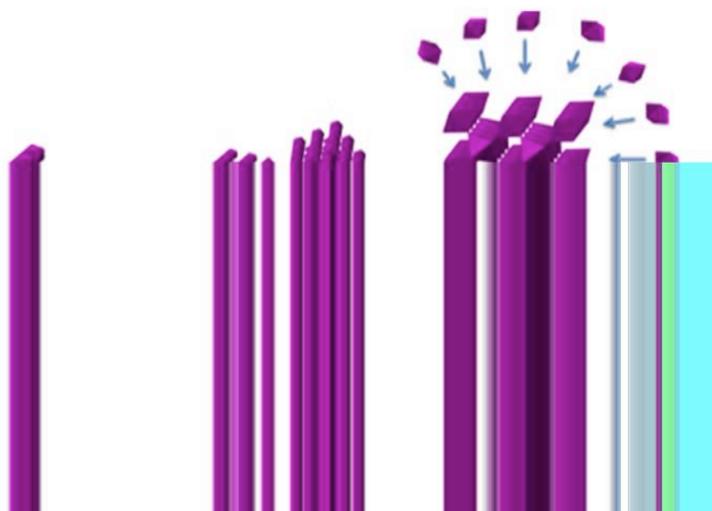


Figura 2. 26 – Modelo de cinco passos para o processo de nucleação e crescimento dos nanocristais de SnO₂

As instrumentações associadas a esta área científica normalmente envolvem microscopia e sistemas analisadores de fotoelétrons para formação de imagens ou para espectroscopia de estados de superfícies, ou mesmo técnicas de análise estrutural, como difração de incidência rasante em filmes.

Como mencionado anteriormente, utilizando recursos providos do Projeto Sirius e da FAPESP, em 2013 foi comprado um sistema extremamente completo de preparação e caracterização de amostras, composto por: (1) analisador de elétrons para ARPES; (2) câmara de crescimento por epitaxia de feixe molecular (evaporação); (3) câmara de crescimento por laser pulsado (ablação); (4) microscopia de varredura (de tunelamento e força atômica); (5) sistema de ultra-alto-vácuo para transferência entre as diversas câmaras e a linha de luz; (6) microscópio de emissão de fotoelétrons.

Todo o sistema foi entregue no campus do CNPEM/LNLS em janeiro de 2014 e instalado ao longo do mês de março de 2014. Desde então, os diversos equipamentos vêm sendo comissionados, tanto instalados junto à linha de luz quanto fora dela. A seguir, descreveremos alguns dos principais desenvolvimentos em andamento:

- Microscopia de fotoelétrons com contraste magnético

Um dos trabalhos de comissionamento envolveu a visualização de vórtices magnéticos em microdiscos de *permalloy* feitos por litografia no CBPF. Este é um sistema de pesquisa de um usuário, que foi utilizado para comissionar o microscópio PEEM. Na Figura 2. 27 é possível notar um contraste claro/escuro

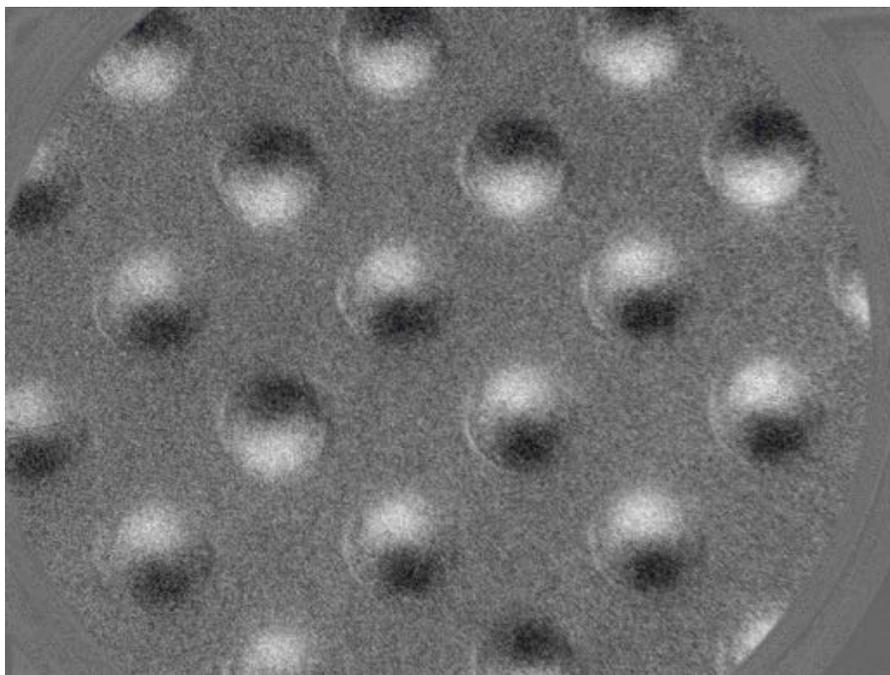


Figura 2. 27 – Imagem obtida por microscopia de emissão de fotoelétrons em uma matriz de discos de permalloy. Cada disco tem três microns de diâmetro e 40 nm de espessura. O campo de visão da imagem é de 30 microns.

em cada disco devido à configuração de vórtice dos momentos magnéticos no plano do disco. O contraste foi obtido empregando radiação circularmente polarizada. Em particular, este foi primeiro resultado no microscópio de emissão de fotoelétrons utilizando a polarização circular disponibilizada na linha U11-PGM.

Líder: Júlio C. Cezar

Colaborador: Flávio Garcia (CBPF)

- Sistema de ARPES para determinação experimental da estrutura eletrônica de novos materiais

ARPES é uma técnica que se mostrou muito adaptada ao estudo de materiais supercondutores, e que se pretende empregar no estudo de materiais ferroelétricos e multiferroicos. Este projeto vem complementar a expertise de um profissional de reconhecida competência na área (Prof. Juan Carlos

Campuzano) na implementação de um sistema completo de crescimento de filmes finos e caracterização *in situ* dos mesmos. O objetivo do projeto é empregar a técnica de ARPES como caracterização complementar àquelas descritas nos dois parágrafos anteriores.

Líder: Julio C. Cezar

Colaboradores: Juan Carlos Campuzano (Universidade de Illinois em Chicago, Programa de Pesquisador Visitante Especial), Pascoal Pagliuso e Cris Adriano (UNICAMP)

Financiamento: Sirius, FAPESP e CNPq, via projeto Ciência sem Fronteiras.

➤ Difração com incidência rasante em superfície de líquidos

Este projeto visa desenvolver um sistema para medidas de difração e espalhamento de raios X por incidência rasante (GID/GISAXS) em superfície de líquidos, em especial em filmes de Langmuir com materiais orgânicos. Este tipo de experimento permite observar a organização de moléculas na interface de líquidos, simulando ambientes como uma membrana celular, com aplicações variadas em biotecnologia, eletrônica e nanomedicina. Para que se possa fazer difratar o feixe de raios X na superfície de um líquido, é necessário defletir o feixe para baixo, já que a superfície do líquido está sempre na horizontal. Para isso, foi inserido um espelho defletor antes do difratômetro, garantindo controle de ângulo de incidência do feixe sobre uma cuba de Langmuir (Figura 2. 28). A montagem do experimento com a deflexão do feixe foi bem-sucedida, mas alguns ajustes na óptica serão necessárias para melhorar a relação sinal/ruído e possibilitar experimentos com materiais orgânicos que espalham fracamente.

Líder: Leide P. Cavalcanti

Alunos: (CAPES/Unifesp)

Pós-doc: Antônio (FAPESP)

Colaborador: Rafael Oliveira (CONICET/Univ. Nacional de Córdoba, Argentina).



Figura 2. 28 – Setup experimental de GID/GISAXS em líquidos na linha XRD2

➤ Câmara de GISAXS para medidas em ambiente e temperatura controlados

Entre as técnicas que permitem estudar o crescimento *in situ* durante o tratamento térmico de filmes finos dopados está a técnica de GISAXS. A partir dela é possível determinar parâmetros estruturais, tais como o raio médio, a dispersão em tamanho e a fração de volume que as nanopartículas ocupam no filme. A dificuldade, neste caso, é o conhecimento preciso do ângulo que o feixe de raios X incidente forma com a superfície da amostra, além de que esse ângulo deve permanecer constante durante a realização de todas as medidas. Os fornos comerciais para estudos por raios X *in situ*, em geral, não apresentam a estabilidade mecânica necessária requerida para estudos por GISAXS. O objetivo deste projeto foi construir uma câmara (Figura 2. 29) para medir a intensidade de GISAXS durante o tratamento térmico de amostras em temperatura e ambiente controlados, especialmente desenhada para minimizar as instabilidades mecânicas na posição e orientação do porta-amostras durante o aquecimento. Durante 2014 esta câmara foi construída e comissionada, e o primeiro experimento com usuários foi realizado no fim do ano na linha XPD. O projeto, inicialmente proposto por G. Kellermann (UFPR), foi parte da defesa de tese de mestrado do aluno Daniel Da Silva Costa.

Líder: Vesna Stanic

Colaboradores: G. Kellermann (UFPR)

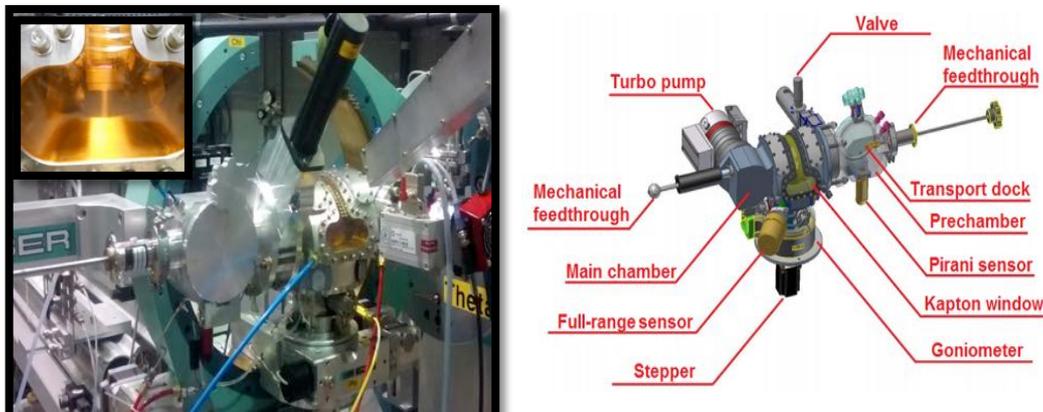


Figura 2. 29 – À esquerda: vista em perspectiva da câmara de GISAXS instalada no difratômetro da linha XPD. À direita: esquema dos componentes da câmara.

2.3.5 Materiais sob condições extremas

Quando a matéria é submetida a condições de temperaturas extremas (muito altas ou muito baixas) ou pressão e campos externos intensos, ela pode apresentar novas propriedades físicas e químicas. Essas propriedades podem ser observadas em condições extremas encontradas na natureza (como na crosta terrestre) ou mesmo em condições de síntese de novos materiais. Por exemplo, ao serem comprimidos a altas pressões, os materiais podem exibir características físicas completamente inusitadas, passando de metais para isolante ou supercondutor, de magnético para não magnético, e vice-versa.

A compreensão desses fenômenos que ocorrem quando os átomos são aproximados e a matéria se torna mais densa irá abrir novas oportunidades no uso de condições termomecânicas extremas para projetar novas classes de materiais. Além disso, em ambientes como na região do pré-sal, condições de alta pressão e temperatura fazem com que as propriedades dos materiais sejam completamente alteradas. Compreender as mudanças destas propriedades pode resultar em um impacto direto sobre a capacidade de exploração de petróleo nessas áreas. Técnicas de luz síncrotron convencionais, como espectroscopia de raios X, difração e espalhamento, ou mesmo tomografia, podem ser combinadas com sistemas de acondicionamento

de amostras que permitem aplicar temperaturas extremas, campos magnéticos intensos e altas pressões.

A seguir são apresentados alguns dos principais resultados de pesquisa e desenvolvimento nesta área:

- Descoberta e estudo de contribuição quadrupolar gigante nas bordas L_{2,3} em compostos de urânio

Elementos actinídeos produzem uma pletera de comportamentos intrigantes devido as propriedades dos estados 5f. O entendimento da física do

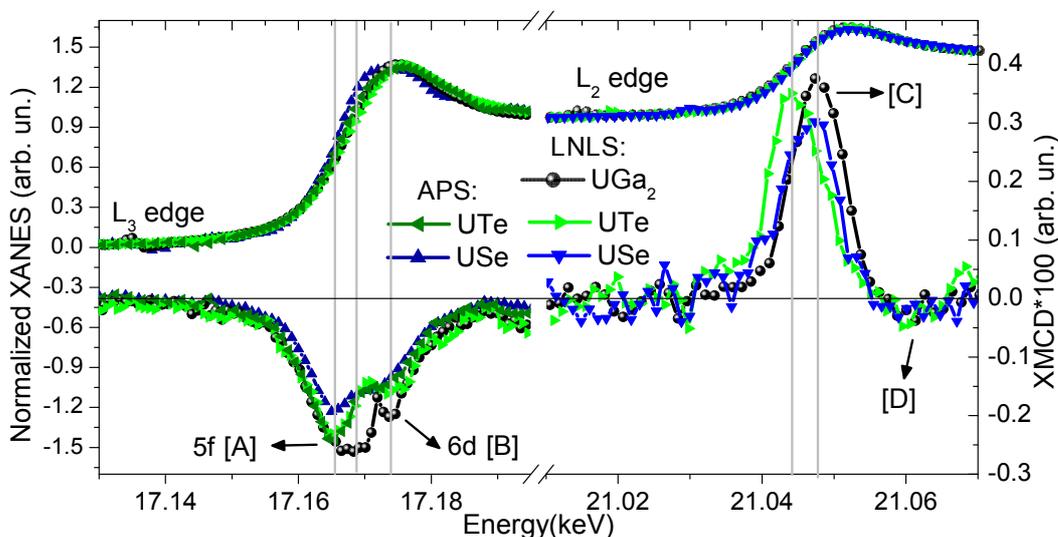


Figura 2. 30 – Dicroísmo circular magnético medido nas bordas L₂ e L₃ do Urânio em compostos actinídeos.

magnetismo em compostos actinídeos está, no entanto, incompleto. Enquanto são propostos modelos baseados em magnetismo itinerante e delocalizado, cenários alternativos baseados em comportamento de valência mista, hibridização de orbitais e efeito Kondo também são propostos. Um exemplo no qual fenômenos ainda não são explicados é o Urânio monocalcogênios (UX, X=S,Se,Te), no qual uma pressão química e física induz a uma mudança na temperatura de ordenamento magnético, de 104 K até 200 K. Nesses termos, é necessário um modelo teórico da correlação entre TC e as mudanças na estrutura eletrônica desses materiais. Neste trabalho foi utilizada a técnica de dicroísmo magnético circular nas bordas L para compostos actinídeos (UGa₂ and UTe) para sondar diretamente suas estruturas eletrônicas de *spin*. Essas medidas foram realizadas na linha DXAS, após várias otimizações do arranjo experimental. Mesmo assim, um único espectro demorava em torno de três

dias. Uma tentativa de medir a borda L3 do urânio já tinha sido feita no *Advanced Photon Source* (APS), nos EUA, porém com certa dificuldade. Os resultados obtidos foram comparáveis aos realizados também no LNLS. A borda L2 não pôde ser medida no APS devido a uma limitação da polarização dos raios X, mas conseguiu-se realizar esse experimento no LNLS, mesmo com um fluxo de fótons muito baixo na energia de 21 keV. Foi observado que a transição quadrupolar que sonda os estados U 5f é impressionantemente maior que a contribuição dipolar esperada nessas medidas. Quando os resultados foram comparados com os diferentes sistemas e também na borda L2 de alta energia, foi possível propor uma forma de sondar diretamente a hibridização 5f-6d de compostos actinídeos (Figura 2. 30). Além de ser a primeira medida de XMCD nas bordas L de urânio, esta é a primeira vez que tal estudo é feito de forma completa e detalhada, juntamente com simulações de primeiros princípios. Neste momento, o trabalho está em fase final de escrita e submissão para publicação.

Líder: Narcizo M. Souza Neto

Alunos: Ricardo D. Reis (Doutorado, UNICAMP/CAPES)

➤ **Modificação Estrutural da Grafite em Nanodiamantes via Irradiação com Laser Ultrarrápido**

Este trabalho, fruto da colaboração entre o LNLS, o Centro de Lasers e Aplicações (CLA-IPEN/SP) e o LNNano, visa transformar grafite policristalina em nanodiamantes – material de alto potencial tecnológico, com aplicações em dispositivos quânticos na indústria abrasivos – por meio de ondas de choque geradas em pulsos de femtosegundos com energia moderada. Investigações preliminares da grafite pós-irradiação feitas por espectroscopias de fotoelétrons (XPS) e Raman revelaram significativa quantidade de ligações sp³, bem como a formação de estruturas micrométricas, translúcidas e fotoluminescentes, onde há evidência do surgimento de novas fases de carbono, coexistindo com nanodiamantes. Mapeamentos topográficos (AFM) e nano-FTIR das regiões amorfisadas e das estruturas translúcidas, obtidos na linha de IR, forneceram informações relevantes sobre os modos vibracionais das estruturas sintetizadas pelo laser. Esses resultados estão sendo analisados e confrontados com cálculos da literatura relacionada.

- Efeito Magnetocalórico e Efeito Barocalórico: novas técnicas experimentais, materiais e modelos teóricos

Neste projeto, de caráter experimental, teórico e aplicado, é proposto: (1) preparar e caracterizar novos materiais magnéticos, tendo a maior parte deles grande potencial para apresentarem altos valores de **efeito magnetocalórico e/ou efeito barocalórico**; (2) desenvolver e aprimorar modelos teóricos que ajudarão a analisar e entender o comportamento físico de vários desses materiais; (3) desenvolver novo aparato experimental para medir o efeito barocalórico de modo direto; (4) aprimorar técnica para medir o efeito magnetocalórico de modo direto; (5) desenvolver um novo modelo de chave termomagnética.

Líder: Alexandre Carvalho

Financiamento: FAPESP (Jovem Pesquisador)

Os principais desenvolvimentos de instrumentação nesta área foram feitos no sentido de disponibilizar, tanto para pesquisa interna quanto para os usuários, sistemas de condicionamento de amostras em temperaturas extremas, campos intensos e altas pressões.

- Comissionamento do criostato de 1.7K

Um criostato de circuito fechado do tipo Joule-Thomson (JT) com temperatura base de ~1.7 K (sem líquidos criogênicos) foi adquirido junto à empresa *AS Scientific*. Esse criostato foi especialmente projetado para uso junto com o magneto supercondutor na linha de luz XDS (veja item abaixo).

Esse criostato apresentou problemas desde que foi comprado, não sendo capaz de atingir a temperatura-base especificada. Após uma temporada de manutenção junto à fabricante, os primeiros testes mostraram que o criostato atingiu a temperatura-base (~1.7 K) na posição da amostra cerca de nove horas após ser ligado, conforme reportado no manual do fabricante. No entanto, o criostato voltou a apresentar problemas e a mínima temperatura que este atinge na posição da amostra é cerca de 27 K. Novos testes e também

contatos com a empresa estão sendo realizados para que este problema seja sanado o quanto antes.

Líder: Frederico Lima

- Comissionamento do magneto 6T
- O magneto supercondutor de 6 Tesla desenvolvido pela empresa *HTS-110* foi construído a partir de fitas supercondutoras de alta temperatura crítica, que não demanda líquidos criogênicos. Esse magneto, assim com o criostato descrito acima, foi projetado para ser utilizado exclusivamente na linha de luz XDS. O projeto englobou um suporte para o acoplamento no difratômetro Huber, para que sejam possíveis experimentos de difração de raios X e espalhamento de raios X com a aplicação de altos campos magnéticos.
- Esse magneto também foi projetado de modo que possa ser acoplado a um criostato com estágio Joule-Thomson (JT), como ilustra a figura abaixo. Como mostrado, tanto o criostato quanto o magneto ficam posicionados dentro do círculo “chi” do difratômetro Huber. Pode-se notar (Figura 2. 31) que a abertura do magneto na direção horizontal (feixe difratado) é pequena, com poucos centímetros, o que limita o estudo de difração de monocristais, porém não causa problemas para as medidas de difração de policristais ou filmes finos.

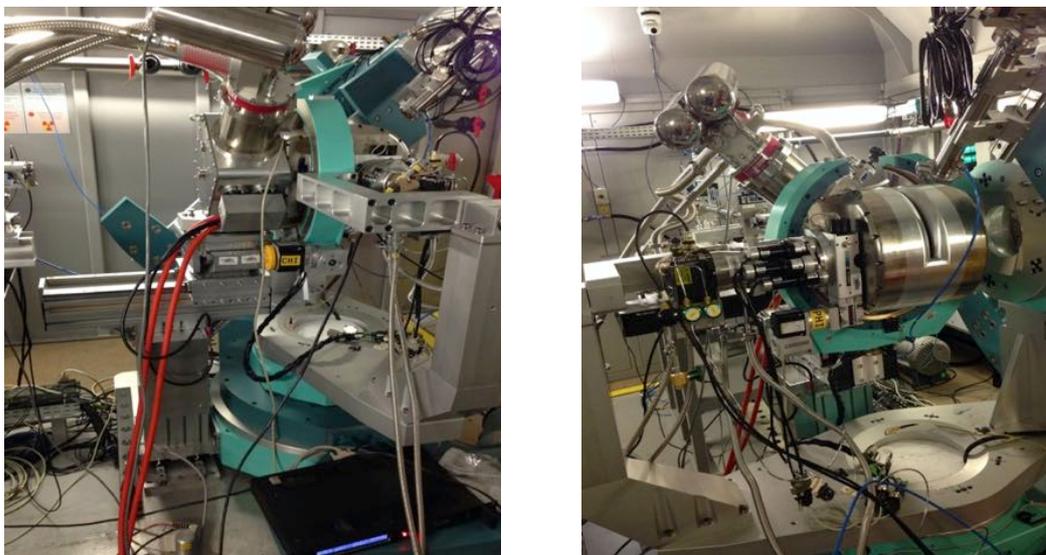


Figura 2. 31 – Instalação do magneto de 6T e do criostato na linha XDS do LNL. Vista lateral e vista frontal do difratômetro Huber.

Os primeiros testes foram realizados no magneto para caracterizar a fonte de corrente e calibrar o magneto em relação ao campo magnético produzido na

posição da amostra. Cerca de 30 horas após o início do resfriamento do magneto, a corrente pode ser acionada na fonte. Foi feita a calibração do magneto de 6T no que diz respeito ao campo magnético resultante na posição da amostra (centro da bobina supercondutora) em função da corrente aplicada pela fonte de corrente. Observou-se que o magneto se comportou conforme o especificado, atingindo um valor muito próximo do campo magnético máximo (6T).

Por questões de segurança, a corrente da fonte foi limitada em aproximadamente 200 A, visto que o máximo permitido no controlador é 250 A. Dessa forma, atingiu-se um campo magnético de mais de 4.5 Tesla. Observou-se, ainda, um comportamento quase linear do campo em função da corrente, o que aponta para condições normais de operação do sistema, sem apresentação de *quenching*. Essa instrumentação deverá ser liberada para usuários em 2015.

➤ Difração de monocristais em baixa temperatura e alto campo

Este projeto de instrumentação teve como objetivo testar o uso da técnica de difração com duas instrumentações acopladas na linha XDS. Medidas de difração em baixa temperatura (~ 27 K) e com altos campos magnéticos foram realizadas em uma amostra monocristalina de $\text{GdCo}_2\text{Zn}_{20}$. Essa amostra apresenta um ordenamento antiferromagnético em $T_N \sim 5.7$ K e uma transição magnética em cerca de 3 T em baixa temperatura, possuindo simetria cúbica e parâmetros de rede ~ 14 Å em temperatura ambiente. É, portanto, um excelente sistema para testar a performance da instrumentação.

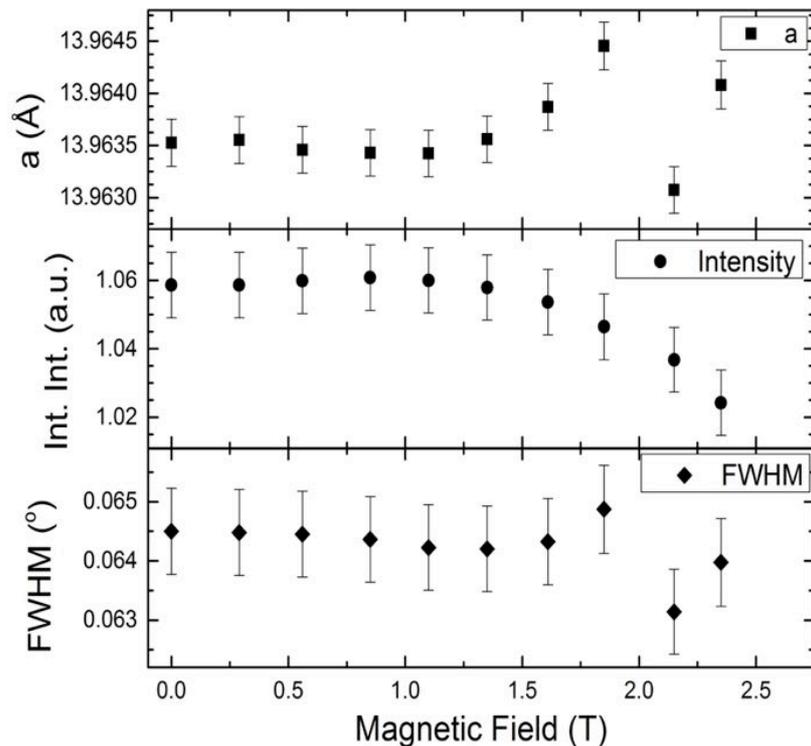


Figura 2. 32 – Evolução do parâmetro de rede a , da Intensidade Integrada (Int. Int.) e da largura angular (FWHM) em função do campo magnético para a reflexão (444).

Apesar do criostato não ter alcançado sua temperatura-base, medidas de difração ainda são possíveis, e foram realizadas neste material. A amostra foi orientada sobre o difratômetro Huber com a face na direção [111] no plano horizontal. Dessa maneira, foi possível acessar a reflexão (444) e, a partir desta, pudemos obter os parâmetros de rede em função do campo magnético. Os resultados (**Error! Reference source not found.**) mostram que os parâmetros de redes se mantêm constantes até aproximadamente 1.5 T de campo magnético aplicado, e somente depois disso observa-se uma pequena mudança no comportamento deste parâmetro. Tem-se, com isso, a implementação da infraestrutura necessária para a realização de experimentos de monocristais e policristais em baixas temperaturas e alto campo magnético na linha XDS.

Líder: Frederico Lima

➤ Infraestrutura para experimentos em altas pressões

Nos últimos anos, tem-se tentado no LNLS cada vez mais implementar instrumentações para realizar experimentos sob altas pressões. Hoje é possível realizar experimentos de espectroscopia e de difração de raios X sob pressão nas linhas DXAS e XDS. Recentemente, conseguimos realizar os

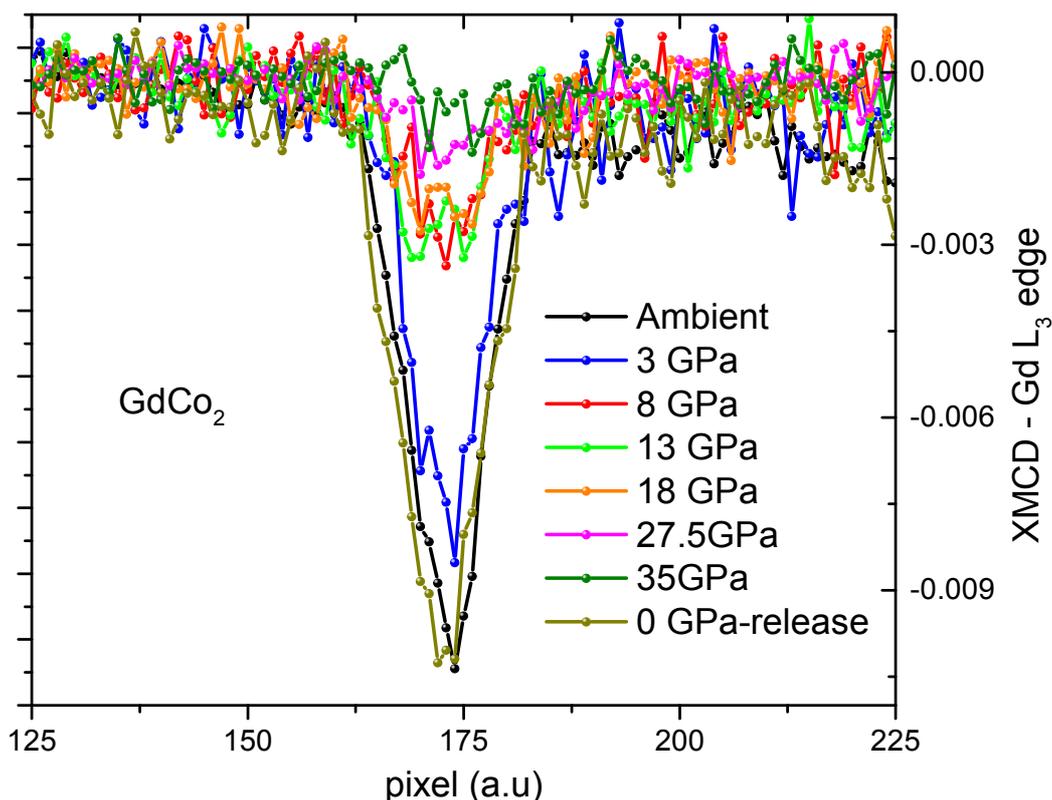


Figura 2. 33 – Demonstração de teste da supressão da magnetização local do composto GdCo₂ quando submetido a pressões de até 35 GPa sondado por Dicroísmo circular magnético.

primeiros experimentos de dicroísmo magnético circular sob pressão na linha DXAS, como demonstrado nos dados apresentados na Figura 2. 33. Esses experimentos são realizados apenas em poucos laboratórios síncrotron de terceira geração no mundo (como APS, ESRF e Spring8). Mesmo com dificuldades e limitações, eles foram implementados com sucesso no LNLS, e já foram obtidos alguns resultados preliminares.

Com o intuito de conseguir recursos para implementar uma infraestrutura única para experimentos em altas pressões, foi submetido e aprovado um projeto de pesquisa no âmbito do programa Jovem Pesquisador da FAPESP com o título “Técnicas de luz síncrotron sob condições extremas”.

Foram aprovados recursos nos valores de USD\$ 1.371.348,09 dólares para importações, somados a R\$ 591.799,03 reais de orçamento para material nacional e reserva técnica. Dentre os principais desenvolvimentos científicos e técnicos propostos no projeto estão: a implementação de um sistema de lâmina de $\frac{1}{4}$ de onda de raios X para experimentos de dicroísmo magnético para sondar propriedades eletrônicas de materiais actínídeos e com magnetismo orbital; a produção e caracterização de diamantes nanocristalino com propriedades especiais através de técnicas de altas pressões e temperaturas com grande volume de amostra; e o desenvolvimento de técnicas de síncrotron em condições extremas usando células de bigorna de diamante.

Líder: Narcizo Marques

Financiamento: FAPESP (Jovem Pesquisador)

2.3.6 Detectores

As atividades de desenvolvimento de detectores se intensificaram bastante em 2014 com a formação de um grupo dedicado a essa instrumentação. O grupo de detectores tem a missão de desenvolver detectores de raios X para as linhas de luz, tanto para o UVX quanto para o Sirius. O grupo conta hoje com quatro membros e, no segundo semestre de 2014, passou também a dar suporte para a calibração e manutenção dos sistemas de detecção utilizados nas linhas de luz do LNLS. A seguir, apresentamos alguns dos principais projetos desenvolvidos pelo grupo em 2014:

- Strip detector

O strip detector (HERMES) está sendo desenvolvido em colaboração com o grupo de detectores para difração de raios X do Brookhaven National Laboratory. Trata-se de um detector bastante eficiente para experimentos de difração de raios X, e o módulo do LNLS se encontra pronto para operação. Neste ano foi feita a caracterização de um módulo quanto à resolução em energia e ao ruído eletrônico. Além disso, foram realizados testes de uma nova técnica de difração com luz síncrotron baseada na aquisição simultânea de todas as energias do feixe (harmônicos, com energias múltiplas da energia principal). Nestes testes foram observados harmônicos de reflexões proibidas

do monocromador de duplos cristais de Si (111), que foram explicados pela presença de oxigênio no Si (I. R. Entin et al, *Acta Cryst.* (1989)). Esse resultado foi confirmado usando o detector Medipix3RX, e será publicado.

Líder: P. J. Siddons (BNL, EUA)

Colaboradores no LNLS: Jean Rinkel e Carlos Scorzato

- Medipix3RX

O desenvolvimento mais importante do grupo de detectores atualmente está relacionado aos detectores híbridos de área baseados no chip Medipix3RX, que é desenvolvido em um consórcio liderado pelo CERN e do qual o LNLS é membro. Os detectores híbridos para detecção de raios X, como o Pilatus e os detectores da família Medipix desenvolvidos no CERN, têm características muito interessantes em termos de razão sinal-ruído e de velocidade de leitura. Eles oferecem também a possibilidade de serem adaptados a várias energias de feixe, usando sensores de Silício para energias abaixo de 20 keV ou sensores de CdTe ou Ge para aplicações com energias maiores. O chip CMOS de leitura Medipix3RX permite a integração de detectores de alta qualidade: além das qualidades já mencionadas, ele tem um modo espectrométrico (com oito janelas de energia) e um modo que permite a correção por espalhamento das cargas entre os pixels vizinhos, melhorando assim a resolução espacial. Por fim, ele tem uma boa resolução espacial intrínseca, com um pixel de 55 microns. Alguns destaques do desenvolvimento do Medipix3RX3, liderado pelo grupo de detectores em 2014 foram:

- Wire bonding e *die-attach* com o Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer (CTI)

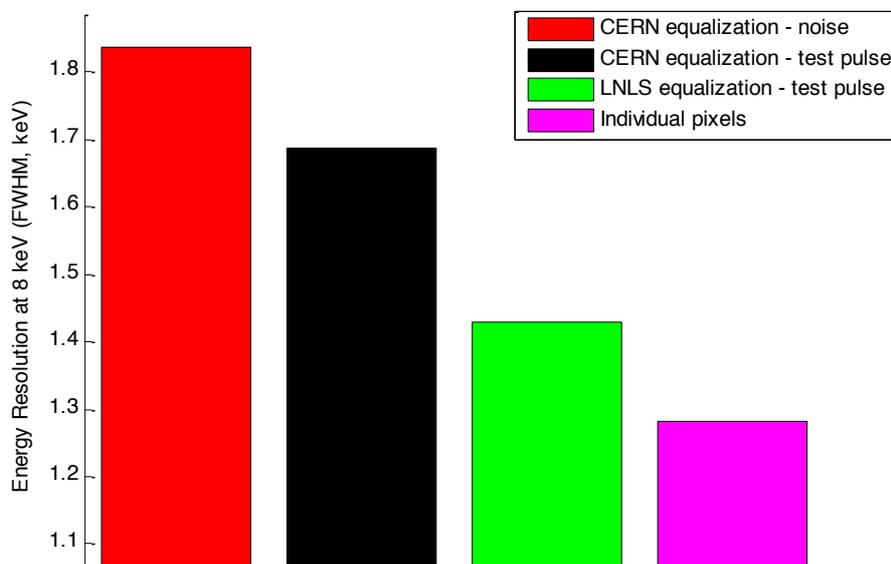
- Contratação do Centro de Tecnologia da Informação Renato Archer (CTI) para auxiliar no Processo *Chip-On-Board* (COB) para *die-attach* e ligação com fio de Alumínio (25um) do die ao pad da placa de circuito impresso (PCI) de 110 terminais. Esse trabalho tem o objetivo de concertar as ligações danificadas nos “*assemblies single chip*” disponíveis e avaliar a possibilidade de trabalhar com o CTI para, futuramente, montar módulos de 12 chips.

- Desenvolvimento do sistema de leitura

Para cumprir o nosso objetivo de integração e caracterização de um protótipo de detector consistindo em um módulo de 12 chips Medipix3RX, foi realizada a primeira etapa, que é o desenvolvimento de um sistema de leitura *single chip* (*hardware + firmware*) comparável com a interface USB Fitpix e um software comparável com o Pixelman, ambos desenvolvidos pelo IEAP (Institute of Experimental and Applied Physics, Czech Technical University). Alguns dos principais resultados atingidos nesta etapa foram o desenho e a construção da placa PCB de leitura (empresa CADService em Campinas), tendo como principal componente o FPGA, bem como a montagem e testes dos componentes (reguladores de tensão, resistências e capacitâncias), desenvolvimento do firmware (do FPGA na placa de leitura) e o desenvolvimento do IOC em EPICS para controle dos chips, leitura e processamento de dados.

➤ Desenvolvimento da equalização

O chip Medipix3RX oferece a possibilidade de ajustar o limiar de cada pixel para corrigir a variação da relação entre esses limiares e a energia dos fótons. Essa variação vem da dispersão das eletrônicas analógicas e numéricas dos pixels dos ASICs. Esse procedimento de equalização é feito através de 5 bits de ajuste por pixel (DAC de ajustamento), assim como de uma variável global definindo a faixa de variação dos limiares com os 5 bits (DAC Disc L). Essa equalização geralmente baseia-se em medidas de calibração da dispersão



usando o pico do ruído eletrônico, imagens com raios X ou injeção de cargas elétricas no chip (teste pulse), a fim de simular a corrente gerada por fótons reais. Foi desenvolvido um novo método de equalização baseado em medidas com teste pulse. A Figura 2. 34 mostra os resultados de resolução em energia obtidos com os métodos desenvolvidos pelo LNLS e pelo CERN, usando o ruído eletrônico e o teste pulse. Os resultados são comparados com a resolução de um pixel individual, que corresponderia a uma equalização perfeita. Esse resultado mostra uma melhoria importante em comparação com os métodos do CERN e será publicado em breve.

➤ Testes completos do sistema de leitura

- O sistema de leitura *single chip* desenvolvido no LNLS foi testado, incluindo as etapas de equalização e decodificação das imagens. A Figura 2. 35 mostra a primeira imagem obtida com contadores 12 bits. Ela representa a radiografia de uma lagartixa feita com o gerador convencional de raios X Siemens (20 kV, 5 mA).

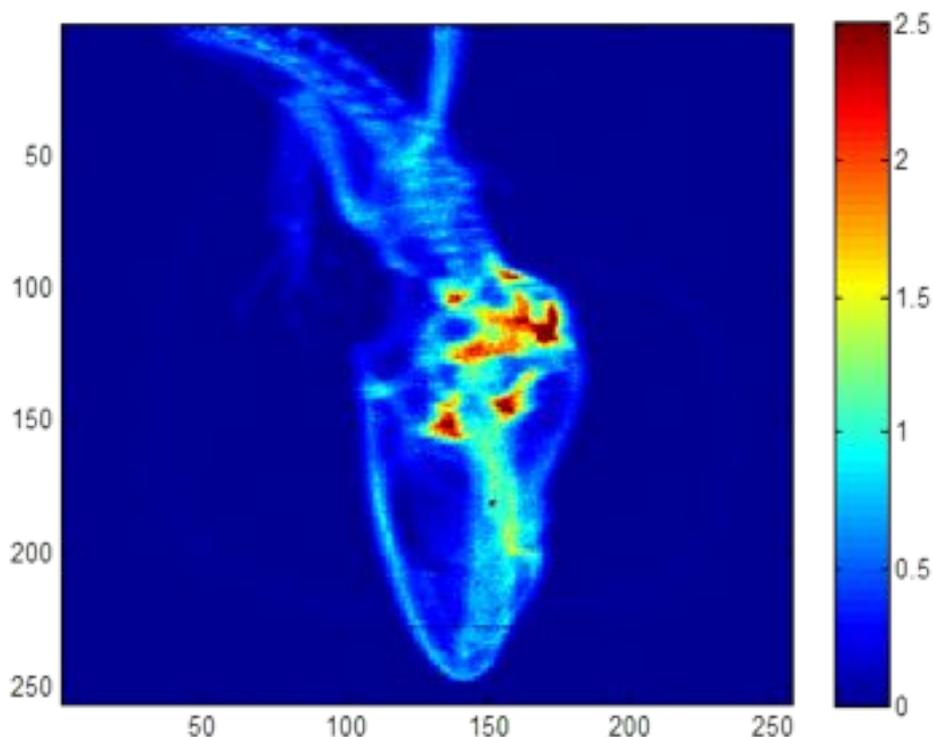


Figura 2. 35 – Primeira radiografia com o sistema de leitura Medipix3RX single chip desenvolvido no LNLs.

➤ Experimentos em absorção

O objetivo deste trabalho é avaliar a possibilidade de usar o detector Medipix3RX para as técnicas XAFS e XANES. A possibilidade de obter uma informação bidimensional ou até mesmo monodimensional seria um adicional interessante para experimentos *in situ*. As principais dificuldades para medições rápidas são o ruído fotônico (elevado em cada pixel) e o espalhamento, afetando a resolução espacial. Os experimentos foram realizados na linha XAFS1 com duas amostras de cobre: a primeira de cobre puro, e a segunda composta por duas regiões: Cu₂O (I) e CuO (II). A Figura 2. 36 mostra as curvas de atenuação obtidas com Medipix e com as câmeras de ionização da linha.

Sobre as amostras de cobre, podemos concluir que as curvas de atenuação correspondentes aos três estados de oxidação obtidos com Medipix3RX são coerentes com as medidas obtidas com as câmaras de ionização em termos de forma da borda. Para a amostra com duas regiões diferentes, é possível distinguir claramente os dois estados de oxidação de Cu usando o critério matemático de energia média.

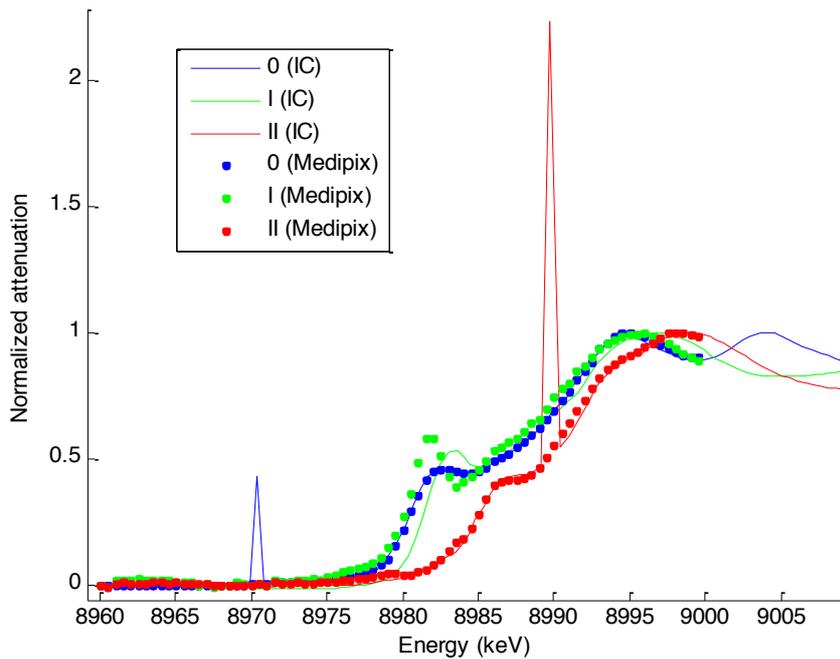


Figura 2. 36 – Curvas de atenuação dos diferentes estados de oxidação obtidos com Medipix e com as câmaras de ionização.

2.3.7 Ótica

Os principais desenvolvimentos em ótica de raios X estão concentrados nas atividades relacionadas ao projeto Sirius e, particularmente neste momento, na metrologia ótica. No entanto, vale ressaltar alguns projetos de desenvolvimento de instrumentação feitos no LNLS em colaboração com pesquisadores de outras instituições, e que envolvem esquemas de detecção que exploram conceitos óticos da física de difração de raios X.

➤ Retrodifração de raios X no silício sem efeitos de feixe de difração múltiplos: Retrodifração de raios X, ou seja, difração em ângulos próximos ou exatamente iguais a 90° , normalmente apresentam efeitos devido a múltiplos feixes difratados. Esse efeito reduz a intensidade do feixe retrodifratado em monocromadores, e também reduz o contraste em interferômetros do tipo Fabri-Perrot. Uma forma de suprimir feixes múltiplos é trabalhar a baixas energias, utilizando ordens de difração extremamente baixas. Nesse caso, é possível ajustar a energia ligeiramente abaixo da exata energia de retrodifração, em uma situação na qual ainda existe o efeito de difração, chamado nesse caso de retrodifração residual. **O principal objetivo deste projeto é caracterizar o feixe retrodifratado residual, o qual não é previsto teoricamente.**

Líder: M. Honnicke (Unila),

Colaborador no LNLS: Flavio Cesar Vicentin.

➤ Espalhamento inelástico de raios X

O espalhamento inelástico permite fazer espectroscopia de elementos leves com raios X de alta energia, o que pode ser uma grande vantagem quando a energia necessária para se fazer espectroscopia não permite a penetração nos materiais investigados. Uma série de experimentos de espalhamento inelástico de raios X foi feita na linha XDS com uma instrumentação recentemente desenvolvida. As bordas $L_{2,3}$ do fósforo e do enxofre foram investigadas, como exemplo, chegando-se a uma resolução de energia de 3.4 eV, próxima ao resultado teórico de 2.2 eV. A divergência do feixe incidente parece ser a maior responsável por esta discrepância, o que será testado em breve. Adicionalmente, novos cristais analisadores que compõem este instrumento serão testados para tentar atingir melhores resoluções de energia. Estudos para aumentar o ganho de sinal de espalhamento inelástico pelo aumento do ângulo de coleta de espalhamento em outras configurações também estão sendo feitas, e os resultados obtidos até o momento (Figura 2. 37) são bastante promissores, tendo em vista o baixo brilho da fonte do UVX. No Sirius, esse tipo de experimento será feito com um ganho de muitas ordens de magnitude mas, por enquanto, está servindo como um grande aprendizado.

Líder: G. Stutz (Universidad de Córdoba, Argentina)

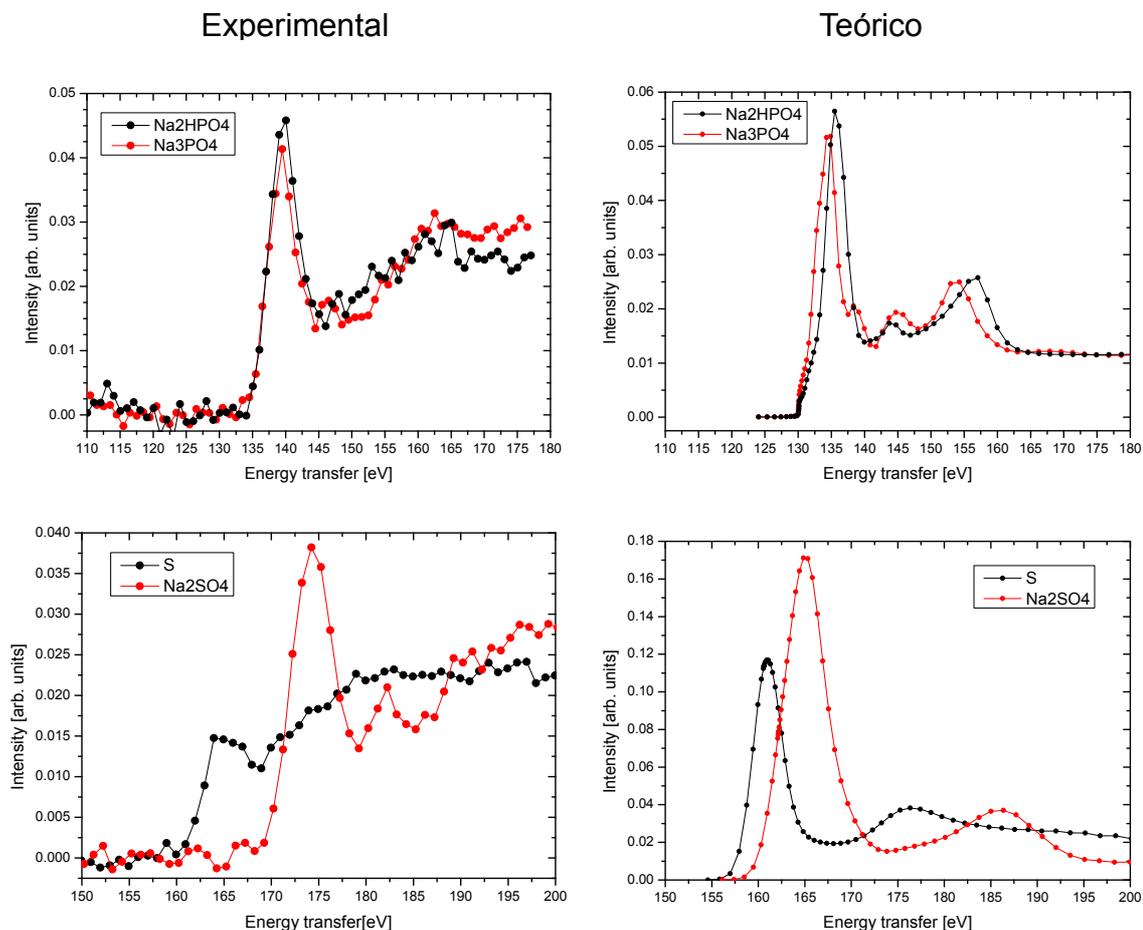


Figura 2. 37 – Espectro de espalhamento inelástico do P e S obtidos no LNLS, comparado aos dados experimentais e teóricos.

2.3.8 Controle e Automação

Na área de controle e automação, o ano de 2014 teve um aumento impressionante no número de dispositivos migrados para o sistema de controle EPICS (*Experimental Physics and Industrial Control System*), que agora é o padrão nas linhas de luz. Praticamente todas as linhas de luz já estão funcionando neste novo sistema de controle, o que, considerando o prazo em que esta mudança foi feita, representa um recorde em qualquer síncrotron no mundo. Hoje há uma quantidade enorme de servidores de variáveis de processo rodando nas linhas de luz do UVX, que permitem um controle e manutenção mais eficiente pelos times de software. Inclusive, em 2014 foi

desenvolvido um novo IOC para controle de *strip detectors*, que foi registrado para o LNLS e que beneficiará diversos síncrotrons no mundo. Em cima dessa plataforma foram também concluídos diversos portais de controle remoto das linhas de luz, permitindo que quase todas as linhas do UVX realizem algum tipo de experimento remoto.

➤ Desenvolvimento do Py4Syn

Para o usuário final, interno ou externo, que realiza experimentos nas linhas de luz, um desenvolvimento em particular trouxe uma flexibilidade incomparável para realização dos experimentos em 2014: a criação do *software* Py4Syn. Trata-se de uma biblioteca que permite o desenvolvimento de *scripts* de automação de experimentos nas linhas de luz com acesso às variáveis EPICS de todos os equipamentos instalados. Esta é uma inovação de grande impacto para o dia a dia dos pesquisadores que utilizam as linhas de luz do LNLS em seus experimentos, pois permitirá o desenho de esquemas de medida novos com total automação. O software Py4Syn já se encontra em operação em seis linhas de luz, e as demais estão migrando na sequência. Apesar de já permitir diversos tipos de rotinas de controle de experimento, esse software se encontra em pleno desenvolvimento e, em breve, esperamos que outros laboratórios passem a usá-lo também, pois ele apresenta muito mais flexibilidade e performance do que qualquer outra opção comercial.

Líder: Hugo Slepicka

2.4 Parcerias Tecnológicas e Institucionais

Conduzidas pelas demandas do projeto Sirius, as empresas potencialmente parceiras do LNLS puderam submeter seus projetos de pesquisa, planos de negócios e documentos de enquadramento à Seleção Pública FAPESP e MCTI/FINEP/FNDCT para Subvenção Econômica à Pesquisa para Inovação (Subvenção Econômica Nº 0107077500), com apoio da Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo (FAPESP) e da Financiadora de Estudos e Projetos (Finep), vinculada ao MCTI.

Neste edital, um montante de 40 milhões de reais foi disponibilizado, especificamente, para que as empresas tivessem a oportunidade de desenvolver alguns dos equipamentos e sistemas do projeto Sirius. Para isso foram levantados alguns desafios em que a indústria pudesse ter interesse e envolvimento, baseados em uma análise FMEA (*Failure Mode and Effect Analysis*, ou Análise do Modo e Efeito da Falha). A iniciativa também permitiu que a empresa se beneficiasse do aumento da sua capacidade inovadora, reforçasse sua atuação em P&D e aumentasse seu portfólio, ao mesmo tempo em que capacita-se para o fornecimento ao projeto Sirius.

O prazo final para submissão dos trabalhos foi 7 de novembro de 2014, e o julgamento inicial das agências para verificar o enquadramento das empresas foi realizado ao final de 2014. Após essa etapa, serão avaliados os méritos dos projetos de pesquisa, o atendimento à inovação e o plano de negócio elaborado pela proponente. Após a divulgação do resultado das propostas homologadas na etapa 6 da FAPESP, prevista para 13 de março de 2015, as empresas efetivamente iniciarão os desenvolvimentos visando o atendimento das demandas do Sirius.

A seguir é descrito o status das relações das empresas com o LNLS e, em seguida, é relatada a maneira como elas foram prospectadas e qual desafio a empresa almeja desenvolver. Na tabela abaixo, estão organizados os desafios propostos e a empresa que pretende desenvolver cada um deles:

	Demanda / Desafio	Empresa Potencial
1	Fabricação de Câmaras para Ultra Alto Vácuo	FCA Brasil
2	Monitores Fluorescentes	Equatorial Sistemas
3	Sistema Criogênico	Linde e White Martins
4	Fabricação, Montagem e Teste de Placas Eletrônicas	Omnisys Engenharia
5	Eletrônica Detector Posição de Fótons	Omnisys Engenharia
6	Fontes de Corrente de Alta Potência	Omnisys Engenharia
7	Módulo Regulação Digital de Fonte	Omnisys Engenharia
8	Dispositivo de Microfocalização	Luxtec Sistemas

		Ópticos
9	Sistema de Focalização KB	Opto Science
10	Cerâmica dos BPM's	Engecer Cerâmicas
11	Detectores de Raio X	Equatorial Sistemas
12	Gamma Shutter	Equatorial Sistemas
13	Photon Shutter	Equatorial Sistemas
14	Banhos Térmicos	Tecnal Lab
15	Hutch Cabanas Experimentais	Voxxel Engenharia
16	Desenvolvimento de Estágios Mecânicos de Precisão	Kalatec
17	Bases Mecânicas Ultra estáveis	Voxxel Engenharia
18	Módulo de Fendas	O&P Engenharia

Tabela 2. 1 Desafios propostos e empresas que pretendem trabalhar no desenvolvimento de cada um deles.

➤ FCA Brasil

A FCA Brasil foi uma empresa prospectada a partir de indicações de engenheiros e físicos dentro do universo científico no Brasil. Trata-se de uma empresa com excelente know-how em câmaras metálicas para vácuo, que aprimorou nesses últimos anos o desenvolvimento e produção dos seus produtos, ajustando os parâmetros e capacitando seu pessoal para entregas de projetos mais exigentes, dentro das definições do ultra alto vácuo.

Participou do Workshop Parcerias Sirius e candidatou-se ao atendimento das demandas do LNLS, propondo-se a desenvolver e entregar as câmaras metálicas em ultra alto vácuo para o booster, anel e linhas de transferência. A empresa submeteu um projeto de pesquisa para receber o fomento da FAPESP e da Finep sobre o edital Sirius, e aguarda o resultado do enquadramento para o julgamento de mérito do projeto *a posteriori*.

➤ Equatorial Sistemas

A Equatorial Sistemas, localizada no polo tecnológico de São José dos Campos, SP, tornou-se interessada nos desafios Sirius via Associação das

Indústrias Aeroespaciais do Brasil, a partir do convite para participar do Workshop Parcerias Sirius, realizado em junho de 2013. Demonstrou capacidade instalada e corpo técnico suficiente, com mestres e doutores para entender e buscar o desenvolvimento dos Monitores Fluorescentes e Detectores de Raios X demandados pelo projeto Sirius.

Por meio da assinatura de contrato de confidencialidade (*Non Disclose Agreement, NDA*), forneceram as informações sobre o chip Medipix 3, o que permitirá a construção de monitores capazes de realizar medidas simultâneas estruturais e espectroscópicas. A tecnologia a ser desenvolvida possui bom potencial de mercado, especialmente na área de diagnóstico médico. A empresa submeteu um projeto de pesquisa para receber o fomento da FAPESP e Finep, vislumbrando desenvolver alguns desafios do projeto Sirius. Atualmente aguarda o resultado do enquadramento e julgamento de mérito do projeto.

➤ Omnisys

- A empresa Omnisys Engenharia, situada em São Bernardo do Campo, possui larga experiência e capacitação na área civil de controle de tráfego aéreo, metrologia e telecomunicações no setor espacial, equipando satélites e radares na área militar, na defesa aérea, guerra eletrônica e fornecimento de aviônicos. Foi atraída para uma relação de parceria com o LNLS por meio do convite da AIAB (Associação das Indústrias Aeroespaciais do Brasil) para o Workshop Parcerias Sirius, e candidatou-se para o desenvolvimento, fabricação, montagem e teste das placas eletrônicas, fontes de correntes e a eletrônica de detectores de posição de fótons. Realizou cinco visitas técnicas e comerciais para tratativas e entendimento dos desafios, e contou, em uma dessas reuniões, com a presença de seu presidente e do diretor do LNLS. Trata-se uma empresa que possui bastante experiência na comercialização deste tipo de produto, e que observou, nas fontes de corrente do Sirius, uma oportunidade de mercado, pois são similares às desenvolvidas para radares. Recentemente a empresa submeteu três projetos de pesquisa para receber apoio da FAPESP e da Finep, amparados pelo edital Sirius, e aguarda o resultado do enquadramento e julgamento de mérito do projeto.

➤ Linde e White Martins

Ambas as empresas, através de suas filiais localizadas no estado de São Paulo, foram convidadas ao longo de 2014 a participarem do edital FAPESP/Finep para financiamento de desenvolvimentos ao projeto Sirius. Realizou-se um contato direto por telefone e e-mail para a aproximação dessas empresas.

O time de engenharia responsável por essa demanda tinha a certeza de que não faria sentido oferecer o desenvolvimento do desafio a empresas que não tivessem linhas de transferência, bombas, dewars e outros equipamentos que compõem um sistema criogênico em seu portfólio. A partir desse primeiro contato, foi realizada a aproximação das duas empresas para o melhor entendimento do projeto do sistema criogênico, bem como dos seus parâmetros e particularidades exigidas.

Ambas as empresas declinaram da tentativa de receber o apoio proveniente das agências de fomento para os desenvolvimentos, e aguardam o processo de escolha do parceiro já para a etapa de execução da obra.

➤ Atmos Sistemas

A Atmos, empresa especializada em sistemas eletrônicos, atua no desenvolvimento, fabricação e integração de radares meteorológicos em banda C, S e X. Integra também sistemas para a área da defesa. Na aproximação com o LNLS, em decorrência do Workshop Parcerias Sirius, a empresa pretende desenvolver as fontes de baixa potência para comercializar nos setores citados anteriormente, ganhando visibilidade no mercado de aceleradores. Possui um corpo técnico capacitado para atendimento dos requisitos das fontes de baixa potência demandadas pelo projeto Sirius. Eles também aguardam o resultado do enquadramento e avaliação da FAPESP e da Finep para receberem recursos para o desenvolvimento proposto.

➤ Luxtec Sistemas Ópticos

- A Luxtec trabalha desde 1986 com tecnologia, produzindo fibras ópticas, pesquisando e desenvolvendo equipamentos e sistemas de iluminação técnica. A empresa, que possui doutores e mestres ex-integrantes do corpo docente da Unicamp, demonstrou capacidade técnica para o desenvolvimento do

Dispositivo de Microfocalização. Por meio de seu diretor, realizou algumas visitas ao LNLS e, a partir desses encontros, foi elaborado um projeto de pesquisa para construir dispositivos e equipamentos capazes de fabricar ópticas para raios X, mono e multicapilares, a partir de vidros. O projeto de pesquisa foi submetido para a capacitação da empresa ao desenvolvimento desse desafio.

➤ Opto Science in Sight

Empresa destaque no Brasil nas áreas ópticas e opto-mecânica, a Opto Science in Sight é provedora de soluções para áreas médica, lentes antirreflexo e aeroespacial. Através de indicações da comunidade física, a empresa se aproximou do LNLS, realizou três visitas técnicas e uma visita com a presença do diretor, tendo em vista tratar valores de possíveis contratos. O diretor científico do LNLS também visitou a empresa em São Carlos, SP. A empresa pretende colaborar com o projeto Sirius através da construção de um laboratório de metrologia óptica na empresa e do desenvolvimento e produção de um protótipo do dispositivo de focalização KB. Para isso, pretende de imediato desenvolver espelhos polidos para reflexão de raios X. A empresa possui expertise no assunto, já que fornece lentes para câmaras de satélite, como a do CBERS3, lançado sem êxito na China. Nesse caso, a empresa aguarda o resultado do enquadramento e julgamento do mérito do projeto de pesquisa submetidos à FAPESP/Finep. Trata-se de um projeto particular, dividido em duas etapas para garantir que tudo o que foi planejado seja executado no desenvolvimento, de forma a atender os parâmetros colocados.

➤ Engecer Cerâmica de Alta Tecnologia

- A Engecer Cerâmica de Alta Tecnologia foi criada por um grupo de especialistas em Engenharia de Materiais da Universidade de São Carlos (UFSCar) para produzir e desenvolver cerâmicos para laboratórios e pós para polimento de vidro. A empresa mostrou um perfeito entendimento do desafio “Cerâmica dos BPM's”, e atualmente busca capacitar-se para o desenvolvimento do desafio, pois, mesmo tendo as cerâmicas como parte das soluções ofertadas pela empresa, esse tipo de desenvolvimento requer habilidades maiores para atingir a precisão necessária ao projeto Sirius.

- A empresa almeja elevar a atividade de pesquisa no setor dessa cerâmica, procurando identificar os processos industriais apropriados para produção em escala de componentes especiais desenvolvidos para um restrito grupo de clientes e, assim, se aproximar do mercado de aceleradores de partículas.

➤ Tecnal Labs

Empresa prospectada por indicação dos engenheiros do LNLS, e na qual foi realizada uma visita técnica algumas semanas antes do lançamento do edital de fomento aos desafios Sirius. Por meio desse contato, a empresa demonstrou interesse na submissão de um projeto de pesquisa, tendo em vista que equipamentos para banhos térmicos fazem parte do *core business* da empresa.

Tiveram dificuldades para a elaboração do projeto de pesquisa e levantamento dos documentos, o que fez com que a empresa declinasse da chamada pública, porém com a ressalva de que fariam esse desenvolvimento com os próprios recursos. O estágio atual de relacionamento como o LNLS demonstra o compromisso firmado para o atendimento do desafio, pois aguardam algumas informações para seguir nesse desenvolvimento próprio.

➤ Voxxel Consultoria de Sistemas

- Desde o final de 2013 uma parceria foi iniciada entre o LNLS e a Voxxel Consultoria de Sistemas. A Voxxel é uma empresa com foco no desenvolvimento de projetos CAD de *Feasibility*, estudos de *layout*, modelamento e detalhamento de peças. Pretende, por meio de reuniões periódicas, entender e desenvolver as cabanas das estações experimentais para o Sirius. Atualmente procuram no mercado fornecedores das *spare parts* que combinam para construir a cabana e, através de projetos internos desenvolvidos em conjunto com o LNLS, pretendem entregar uma cabana-protótipo, cuja função é garantir que o feixe direto ou espalhado ao longo da linha de luz resulte em níveis de radiação que estejam dentro dos limites de segurança obrigatórios. Adicionalmente, a empresa também submeteu outro projeto de pesquisa para as agências, com o intuito de desenvolver as bases mecânicas ultraestáveis para alguns dos equipamentos das linhas de luz do futuro acelerador.

➤ Kalatec Automação

- A empresa é especializada em comercialização de servo-motores, soluções em mesas de coordenadas (mesas-padrões, como modelos MGL, MER e TGL), além de controladores, fontes de alimentação e outros dispositivos mecânicos e eletrônicos para a indústria. A empresa foi prospectada por indicação interna e demonstrou interesse no desenvolvimento nos estágios mecânicos de precisão. Após vários encontros e reuniões dentro do LNLS, buscando alcançar a melhor forma para inovar e desenvolver os estágios, submeteu o projeto de pesquisa à FAPESP e à Finep.

•

➤ O&P Engenharia

- Essa empresa foi atraída para compor o quadro de possíveis parceiros por meio dos convites enviados para participação no Workshop Parcerias Sirius, realizado em 2013. Até então, ela não tinha realizado nenhuma aproximação com o laboratório, cenário que se alterou completamente com a abertura do edital da FAPESP/Finep. Motivada pelo recurso oferecido pelas agências e pela capacidade técnica dos seus colaboradores, a empresa submeteu um projeto de pesquisa para o desenvolvimento dos módulos de fenda e, atualmente, como as empresas acima, aguarda o resultado das avaliações da FAPESP e Finep para consolidar a parceria com o LNLS.

Parcerias Consolidadas

➤ WEG

A destacada parceria com a WEG, formalizada com o acordo, assinado em abril de 2013, para fornecimento dos eletroímãs para curvatura do feixe de elétrons, caminha a passos largos para o desenvolvimento e produção de aproximadamente 1.200 unidades. Esses eletroímãs abrangem a família dos dipolos, quadrupolos e sextupolos, e farão parte do anel de armazenamento e do booster da nova máquina. A empresa tem progredido nos desenvolvimentos e, em 2014, entregou mais unidades de protótipos do quadrupolo e das corretoras do booster. Vários testes com essas unidades continuam sendo realizados.

A partir desse entendimento, a empresa vai desenvolver os quadrupolos, corretoras e dipolos do anel de armazenamento, com parâmetros mais exigentes quanto à dimensão e montagem. A WEG espera também explorar comercialmente os resultados obtidos por todos esses desenvolvimentos, pois existe boa aplicação de mercado para essa tecnologia.

➤ Termomecânica

- Foi firmada uma parceria com a empresa Termomecânica, que dedicou sua equipe de P&D para o desenvolvimento e a futura produção de 1,5 tonelada de tubos de cobre nas ligas Cobre Prata Elox 0,09% (107) e Cobre Elox (102). Além disso, a empresa também tem participação no projeto Sirius como fornecedora de tubos quadrados de Cobre Elox (102) para a WEG, para a construção dos eletroímãs citados acima.

➤ Braskem

Entre as parcerias já consolidadas dentro do LNLS, destaca-se uma acordada no final de 2014 para a colaboração do laboratório no desenvolvimento e teste de fios UTEC de alta densidade para a Braskem S/A. O pesquisador responsável e o CNPEM deverão assinar, ainda em 2014, um contrato celebrando a parceria, segundo o qual a tecnologia torna-se posse da empresa, em troca de um prêmio para o CNPEM, a ser dividido entre pesquisador e laboratórios. Essa foi uma parceria histórica para o LNLS, pois foi a primeira realizada após a aprovação da nova política de propriedade intelectual do CNPEM que, dentre outros pontos, prevê a divisão de prêmios ou *royalties* para projetos licenciados, em metade para o centro e a outra metade para a pessoa física responsável pela pesquisa.

➤ Petrobras – Projeto Labweb

O projeto Labweb, atualmente em curso no LNLS e financiado pelo CENPES/PETROBRAS, tem como objetivo o desenvolvimento de um sistema de operação remota de linhas de luz e mesmo de outras instalações científicas. O sistema baseado na web leva o controle do experimento a locais remotos, permitindo que o pesquisador possa operar a instalação e conduzir o experimento sem a necessidade de estar no LNLS. A interface fornece

controles, medições e imagens que garantem a obtenção dos resultados das medidas em amostras enviadas previamente.

Todo o desenvolvimento básico, tanto do sistema de controle, como dos sistemas de operação remota, foi realizado. A fase atual segue com a implantação dos dois sistemas em cada uma das linhas, e seguirá até o fim do projeto, previsto para o início de 2015.

As linhas SAXS1, XAFS1, XRD1, XRD2, XPD, SGM, TGM, SXS, PGM e IMX1 já estão completamente reformadas e com o sistema de operação remota em operação. As linhas XAFS2, DXAS, XRF, SAXS2, e IR1 já possuem o sistema de controle atualizado e trabalham atualmente no planejamento para a implementação do sistema de operação remota. O status está detalhado na tabela abaixo:

FAX	SAXS	DRX	UVX	IMG
XAFS1	SAXS1	XRD1	SGM	IMX1
XAFS2	SAXS2	XRD2	TGM	IR1
DXAS		XPD	SXS	
XRF			PGM	

	Linha de Luz Operando Remotamente
	Sistema de operação remota em implantação

Tabela 2. 2 – Status da implementação do sistema de operação remota nas linhas de luz do LNLS.

2.5 Iniciativas de Capacitação e Treinamento

Abaixo é apresentado um resumo das informações sobre os seminários, palestras, eventos de capacitação e eventos científicos realizados em 2014. Também vale ressaltar os esforços do corpo de especialistas e pesquisadores na supervisão e orientação de estagiários, alunos de iniciação científica, mestrado, doutorado e pós-doutorado.

2.5.1 Seminários e Palestras

Durante o ano de 2014 foram realizados no LNLS 88 seminários e palestras em diversas áreas de atuação, tais como novos desenvolvimentos em detectores, aplicações de sincrotron em geociências, simulação modelar computacional em bionanotecnologia, dentre outros.

2.5.2 Ações de Capacitação

➤ Eventos Satélites

Em sequência à Reunião de Anual de Usuários (RAU), foram realizados eventos paralelos de capacitação para a comunidade usuária da fonte de luz síncrotron do LNLS, denominados “eventos satélites”. Eles foram realizados nos dias 13 e 14 de março de 2014, no campus do CNPEM.

➤ Terceira Escola de Análise de Dados de SAXS

Experimentos de espalhamento de raios X a baixos ângulos (SAXS) de sistemas biológicos requerem uma análise criteriosa dos dados obtidos. Várias ferramentas já foram desenvolvidas e, hoje em dia, são amplamente utilizadas para pré-analisar, bem como modelar os dados de SAXS.

A terceira escola de SAXS teve como objetivo ensinar os fundamentos de SAXS com aplicações em sistemas biológicos (proteínas). O evento contou com a participação de 22 alunos-pesquisadores que investigam estados conformacionais de proteínas, especialmente estrutura terciária e quaternária. Nele foram discutidos vários tipos de programas/rotinas, com emprego de modelagem de diferentes proteínas.

➤ Third School on X-ray Spectroscopy Methods

A escola contou com palestras focadas nos aspectos teóricos e experimentais da espectroscopia de raios X duros, seguidas por um dia de palestras e tutoriais em análise de dados, nos quais foram apresentados exemplos de aplicações no campo de catálise. Participaram 30 pessoas no primeiro dia da escola (13/03) e 22 pessoas no segundo dia (14/03).

➤ Workshop Extreme Condition Experiments for Today and at Sirius

O objetivo do workshop foi promover a comunicação com a comunidade internacional e brasileira nas áreas de condições extremas para física da matéria condensada e geociências. Além disso, o evento possibilitou discussões sobre o que poderá ser feito, nessas áreas, usando a nova fonte de luz síncrotron brasileira, Sirius. O workshop teve 23 participantes.

➤ Workshop on Applications of Synchrotron Radiation for Environmental and Earth Sciences

O workshop teve como propósito apresentar técnicas baseadas em síncrotron que podem ser aplicadas nas áreas de ciências da terra e ciências ambientais. Esteve endereçado também a áreas estratégicas que são de relevância para as comunidades brasileiras e internacionais, e que podem se beneficiar da experiência de profissionais reconhecidos nessas áreas de pesquisa. O workshop teve a participação de 35 pessoas.

2.5.3 Eventos Científicos

➤ Reunião Anual de Usuários do LNLS - RAU

A 24ª Reunião Anual de Usuários do LNLS (24ª RAU) foi realizada nos dias 11 e 12 de março de 2014, e contou com a participação de 170 pesquisadores-usuários do LNLS. No encontro foram apresentados trabalhos científicos e realizados debates com os usuários, inclusive no que diz respeito às novas linhas de luz para o Sirius.

➤ Latin American Summit Meeting on Biological Crystallography and Complementary Methods

O encontro latino-americano em cristalografia biológica foi realizado de 22 a 24 de setembro, em comemoração ao ano internacional da cristalografia – IYCr 2014. A reunião contou com a participação de diversos palestrantes ilustres, tais como o presidente do CNPq, Dr. Glaucius Oliva, o presidente da IUCr, Prof. Marvin Hackert, e a diretora regional da UNESCO, Prof. Lidia Brito.

Contou também com a presença da Dra. Ana Yonath, laureada com o Premio Nobel de química de 2009, que proferiu a palestra principal do encontro. O evento foi realizado por meio de uma parceria entre os laboratórios LNLS e o LNBio, e teve participação de 101 pessoas.

➤ SaGeo – Techno-scientific meeting on applications of synchrotron radiation to geosciences

O evento, realizado em Junho, contou com a participação de cerca de 20 pesquisadores e pós-graduandos na área de geociências, em interface com técnicas baseadas em radiação síncrotron.

➤ 7th Workshop on Thermodynamics, Disequilibrium and Evolution (TDE)

O workshop de termodinâmica, desequilíbrio e evolução (7th International Workshop on Thermodynamics, Disequilibrium and Evolution – TDE 2014) teve como objetivo de explorar as relações entre os sistemas biológicos e planetários, levando em conta seus aspectos dinâmicos. O evento foi realizado no campus do CNPEM e nele estiveram presentes 48 participantes. O evento foi coordenado pelo pesquisador Douglas Galante e teve o apoio financeiro da FAPESP, PCI-CNPq e LNLS/CNPEM.

➤ SAXS Workbench – 2nd Training School for SAXS Beginners

O objetivo principal deste treinamento, que teve a sua segunda edição entre os dias 26 e 28 de novembro, é auxiliar na ampliação da comunidade de usuários das linhas de luz SAXS1 e SAXS2 do LNLS. Durante o evento, o grupo de SAXS ofereceu um treinamento prático em coleta e análise de dados em síncrotron, com foco em pesquisadores que utilizam síncrotron pela primeira vez. Nesta edição do workbench foram ensinados princípios básicos em espalhamento de raios X a baixo ângulo, e também para a coleta de informações usando as técnicas de SAXS nas linhas de luz do LNLS.

2.5.4 Orientação e Supervisão

Durante o ano de 2014 o LNLS recebeu 34 estagiários para realização de atividades em suas instalações, por meio do Programa Unificado de Estágios do CNPEM (PUE). Desses, 21 provinham do Ensino Superior e 13, do Ensino Médio.

Algumas vagas estão sendo repostas em decorrência do final de ano e o processo de seleção feito através do Programa Unificado de Estágios do CNPEM – PUE.

Além disso, o LNLS tem em seu quadro 36 bolsistas, que desenvolvem suas atividades de pesquisa no laboratório. Em 2014 o LNLS contou com bolsas de pesquisa financiadas pela FAPESP, CNPq e CAPES. Foram concedidas 8 bolsas de pós-doutorado, 10 bolsas de doutorado, 4 bolsas de mestrado e 14 bolsas de iniciação científica.

2.5.5 Outros eventos

MAC Meeting

A terceira reunião do Sirius Machine Advisory Committee (MAC Meeting) foi realizada nos dias 27, 28 e 29 de janeiro. Nela foram discutidos e avaliados os novos parâmetros da máquina do Sirius, juntamente com os grupos da Divisão de Engenharia e Aceleradores. Foram também analisados os demais desenvolvimentos técnicos que estão sendo feitos no projeto.

2.6. Infraestrutura, operação e melhorias técnicas

2.6.1. Fonte de luz síncrotron

Como nos anos anteriores, a Fonte de Luz Síncrotron operou para usuários 24 horas por dia, de segunda a sábado pela manhã, com injeções de elétrons programadas para serem realizadas às 8h e às 19h. O tempo previsto para o processo de injeção manteve-se em 30 minutos. Os turnos para usuários tiveram início na primeira semana de Fevereiro. Em 2014 foram fornecidas

3.869 horas de feixe para usuários da fonte de luz síncrotron, sendo 3.719 horas dentro do período de 3.816 horas programadas.

	Jan	Fev	Mar	Abr	Mai	Jun	Jul	Ago	Set	Out	Nov	Dez	2014	
Corrente Inicial Média	-	250	248.4	247.7	245.5	248.2	247.3	248.4	247.9	247.2	246.7	253.5	248.1	mA
Corrente Média	-	176	174.9	174.3	174.1	177.8	180.4	183	178.2	178.2	179.4	180.1	177.9	mA
Tempo de Vida Médio	-	15.5	14.8	14.9	14.9	15.5	16.4	16.3	15.9	16.2	16.8	16.9	15.8	h
Corrente Integrada	-	78.2	47.6	54.8	55.2	53.9	63.4	71.5	88.5	74.3	63.5	37.5	688.4	mA
Tempo de Feixe Programado	-	452	253	307	322	314	345	376	498	414	330	205	3816	h
Tempo de Feixe no Horário Programado	-	437.9	247.4	300.8	314.2	300.9	326.5	367.2	489.9	410.7	321.1	202.8	3719.3	h
Tempo Total de Feixe	-	444.3	272.3	314.4	317	303.3	351.4	390.8	496.7	417.1	354.1	208.2	3869.5	h
Confiabilidade	-	96.9	97.8	98	97.6	95.8	94.6	97.7	98.4	99.2	97.3	98.9	97.5	%
Desempenho	-	110.5	109.2	109	108.6	110.9	112.7	113.6	111.4	111.7	112.7	114	111.3	%

Tabela 2. 3 – Desempenho da fonte de luz em 2014.

	Jan	Fev	Mar	Abr	Mai	Jun	Jul	Ago	Set	Out	Nov	Dez	2014	
Usuários		444.3	272.3	314.4	317	303.3	351.4	390.8	496.7	417.1	354.1	208.2	3869.5	h
Falha		8.4	0.9	7.3	5.9	6	6	7.2	2.7	2.2	8.9	2.1	57.5	h
Injeção		19.4	12.7	9.2	13.1	18.7	23.6	14.1	20.6	12.7	7.7	4.2	156.2	h
Injeção Média		0.5	0.5	0.4	0.5	0.7	0.8	0.4	0.5	0.4	0.3	0.3	0.5	h
Estudos de Máquina	49.6	16.7	83.9	67.7	72.1	62.1	133.5	38.4	0	49.3	45.8	8.5	627.5	h
Manutenção	108.5	0	114.6	19.7	33	28.4	42	27.6	3	11	13.6	85	486.4	h
Comissionamento	91.4	9.5	0	0	0	0	0	1.4	45	51.3	0	0	198.5	h
Condicionamento	253.1	173.8	259.1	298.6	199.8	299.7	187.2	264.4	152	200	289.8	109.9	2687.5	h
Máquina Desligada	241.5	0	0.4	3.1	103.1	1.8	0.2	0.2	0	0.5	0.1	326.1	676.9	h
Total	744	672	744	720	744	720	744	744	720	744	720	744	8760	h
Grau de Saturação	33.5	74.1	65.1	58.1	59.3	58.1	74.8	64.4	78.9	73.1	59.7	41.1	61.6	%
Dias no Período	31	28	31	30	31	30	31	31	30	31	30	31	365	

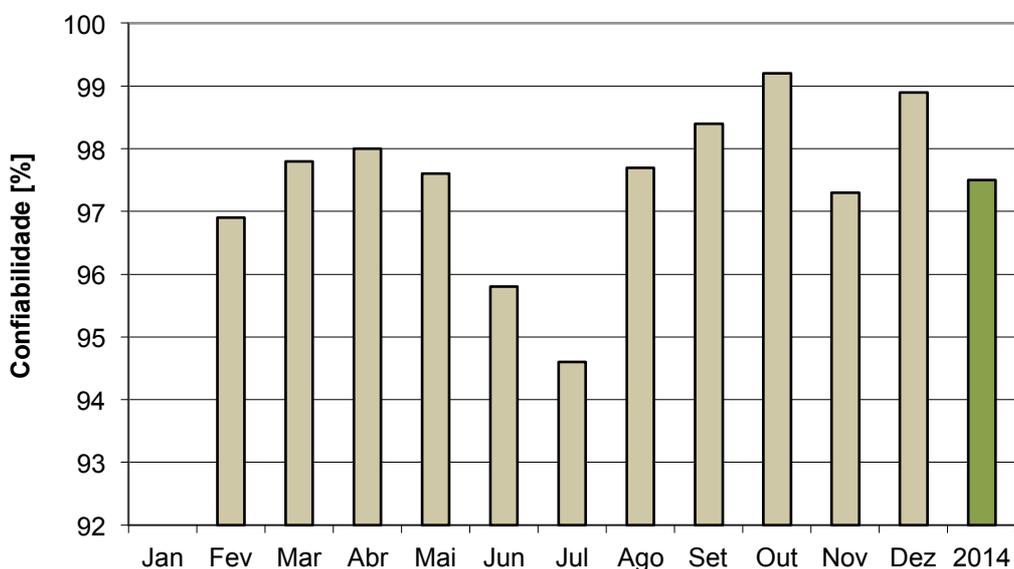
Tabela 2. 4 – Utilização da fonte de luz em 2014.

A programação de feixe para usuários em 2014 sofreu uma redução com relação aos anos anteriores. A redução de cerca de 7% no tempo total de feixe programado para usuários teve como objetivo aumentar o tempo programado para estudos de máquina de forma a viabilizar testes de conceitos e de

equipamentos que estão sendo considerados para utilização na nova fonte de luz síncrotron Sirius.

Seguindo um padrão que já havia sido adotado em 2013, foram programadas semanas de estudos de máquina, com um dia previsto para manutenção preventiva da fonte de luz e pelo menos quatro dias seguidos de estudos. No total, foram programados oito períodos de manutenção e estudos de máquina ao longo dos dois semestres de operação da fonte para usuários. Foram realizadas cerca de 490 horas de manutenção e mais de 630 horas de estudos de máquina ao longo de todo o ano.

A confiabilidade da fonte ficou em 97.5%, mostrando uma ligeira queda com relação a 2013 (97.6%), mas cumprindo plenamente a meta de 95% pactuada para 2014. No cálculo da confiabilidade são contabilizadas as falhas que levam a quedas do feixe de elétrons durante os turnos de feixe programados para usuários e também as que levam a atrasos na entrega do feixe nos períodos de injeção. Exceto pelo mês de julho, a confiabilidade da fonte ficou acima do pactuado em todos os meses. Em julho, falhas de longa duração em dois equipamentos fizeram com que a confiabilidade no mês ficasse abaixo de 95%.

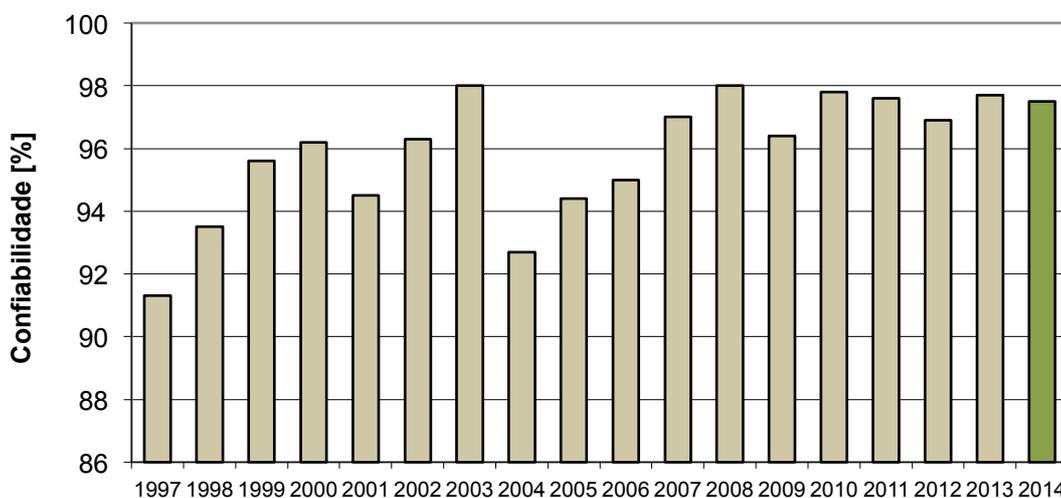


2. 38 – Confiabilidade da fonte de luz ao longo de 2014.

Em 2014 houve um aumento no número de eventos de queda de feixe, quando comparado com 2013. Foram 60 eventos de queda, contra 40 eventos

ocorridos em 2013. Falhas no fornecimento de energia elétrica foram a principal causa de quedas do feixe, respondendo por mais de um terço do número de eventos e do tempo total de falha por queda de feixe. Entretanto, houve um número igualmente grande de falhas em fontes de corrente que alimentam ímãs da rede magnética do anel de armazenamento, que resultaram em perda do feixe de elétrons. Falhas em fontes de corrente e nos sistemas hidráulicos dos aceleradores responderam, respectivamente, por 26% e 15% do tempo total de falhas por queda de feixe.

Os maiores atrasos na entrega do feixe tiveram como principais causas problemas em uma fonte de quadrupolos do anel de armazenamento e em equipamentos do sistema de injeção de elétrons, além de duas paradas emergenciais para abastecimento do criostato do wiggler supercondutor com hélio líquido. Desde 2013, o dispositivo mostra um aumento significativo do consumo de hélio líquido. Uma reforma do equipamento, a ser realizada por especialistas do Instituto Budker (Novosibirsk, Rússia), está agendada para fevereiro de 2015.



2. 39 – Confiabilidade da fonte de luz em seus anos de operação para usuários.

O aumento da incidência de falhas nos equipamentos é, em parte, reflexo do envelhecimento de alguns sistemas, alguns deles em operação contínua há quase 20 anos. No caso específico das fontes de corrente, estuda-se a possibilidade de substituir todas as fontes de quadrupolos e sextupolos do anel de armazenamento por modelos semelhantes aos que estão sendo

desenvolvidos para o Sirius. Essa mudança permitiria substituir parte da rede de controle por uma rede com a mesma topologia planejada para a nova fonte. Além disso, o sistema de sincronismo está passando por um processo de renovação. As falhas nos sistemas hidráulicos devem diminuir, uma vez que os problemas críticos, surgidos após as modificações efetuadas nos sistemas no primeiro semestre, foram solucionados.

Desenvolvimentos na fonte de luz síncrotron e subsistemas

Não foram realizadas grandes intervenções na fonte de luz em 2014. Com a equipe centrada nos novos desenvolvimentos para o Sirius, o foco no UVX tem sido o de garantir a confiabilidade da fonte e a qualidade do feixe de luz fornecido aos usuários. Muitas das atividades realizadas também visaram refinar as condições de operação de alguns sistemas dos aceleradores, com especial atenção às interfaces entre esses sistemas e os operadores da fonte. Esse foi o foco de atividades relacionadas com as redes de controle e com o sistema de correção de órbita rápida.

Nos últimos anos, houve uma migração de parte do sistema de controle da fonte de luz das redes seriais proprietárias originais para uma rede Ethernet baseada em SBCs (*single board computers*), similar, em alguns aspectos, à que deverá ser utilizada no Sirius. A rede Ethernet já responde por 45% de todos os parâmetros de operação monitorados regularmente pelo sistema de controle de alto nível. Interfaces para identificação de problemas de comunicação e para a reinicialização das redes foram desenvolvidas e são bastante úteis para os operadores da fonte.

O sistema de correção de órbita rápida entrou em operação em turnos para usuários em 2013, e praticamente eliminou os problemas de órbita relacionados com a movimentação de abertura e fase do ondulador EPU durante experimentos realizados na linha PGM. Ao longo deste ano foram realizadas várias melhorias nesse sistema. Entre elas, a implementação de um controlador proporcional-integral e de algoritmos que permitem medidas rápidas da matriz de correção de órbita.

Além disso, o sistema passou a fazer um registro contínuo de dados da correção de órbita em um sistema de armazenamento de alto desempenho. Medidas da posição do feixe em cada um dos monitores de posição e das

forças das corretoras são registradas a uma taxa de mais de 3 kHz, armazenando os últimos dez dias de operação, e podem ser facilmente analisadas pelos operadores em caso de problemas com a órbita.

Em janeiro houve uma parada de uma semana para a instalação de um novo conjunto de bombeamento para o sistema hidráulico de baixa pressão, responsável pelo resfriamento e estabilização térmica dos componentes dos sistemas de RF do linac, booster e anel de armazenamento.

A substituição faz parte de um conjunto de melhoramentos programados para o sistema de controle de temperatura das cavidades de radiofrequência do anel de armazenamento, que incluiu também a troca de controladores de temperatura e de válvulas de controle de vazão. As intervenções nos sistemas de controle de temperatura das cavidades de RF do anel foram realizadas nas paradas de manutenção de abril e maio.

Durante o primeiro semestre de operação ocorreram vários picos de pressão na câmara de vácuo do dipolo 03, acarretando variações momentâneas nas dimensões verticais do feixe de elétrons. Em 2013 foi instalada, na saída a zero grau desse dipolo, a câmara de espelhos da nova linha de infravermelho (IR). Após um grande número de testes realizados, o problema foi identificado no isolamento dos fios dos termopares instalados no interior da câmara de espelhos. Com uma intervenção realizada na câmara de espelhos na parada de manutenção do final de agosto, o problema foi solucionado.

Após os procedimentos de preparação da câmara para operação em ultra alto vácuo, ela foi condicionada com feixe de baixa corrente em sessões de comissionamento realizadas nos meses subsequentes. A intervenção na linha de luz não teve qualquer impacto sobre as condições de vácuo do anel de armazenamento.

Nas sessões de estudos de máquina foram realizados testes de programas de modelamento da máquina e de sistemas relacionados com a estabilidade do feixe de elétrons, como o de correção de órbita rápida e de supressão de instabilidades pacote-a-pacote. Foram também realizados estudos para caracterizar dois diferentes modos de operação da fonte de luz: um modo de baixa emitância e um modo de baixo-alfa.

O modo de baixa emitância já vinha sendo estudado nos anos anteriores. A redução da emitância em até 50%, com a consequente redução do tamanho

transversal do feixe, poderia significar um ganho para as linhas de luz. A alta susceptibilidade da máquina a instabilidades nesse modo de operação, nas correntes de interesse, fez com que os trabalhos fossem interrompidos até que um mecanismo de controle de instabilidades do feixe de elétrons fosse instalado na máquina.

Em 2013, um novo sistema de feedback de instabilidades pacote-a-pacote foi posto em operação, permitindo estabilizar o feixe de elétrons nos três planos de movimento. Essa nova ferramenta permitiu que os trabalhos com esse modo de operação fossem retomados em 2014. O modo está sendo completamente caracterizado, e o objetivo é estabelecer uma configuração de baixa emitância com um tempo de vida comparável ao do modo de operação atualmente utilizado. No estágio atual, com os sistemas de feedback atuando, é possível ter um feixe estável na corrente nominal de 250 mA, mas com tempo de vida de poucas horas.

O segundo modo de operação que vem sendo estudado é o modo de baixo-alfa. O fator de compactação de momento, ou α_p , é um parâmetro da rede magnética do anel que mede a dependência do comprimento da órbita executada pelo elétron no anel com o momento linear desse elétron. A redução do fator de compactação permite produzir pacotes de elétrons curtos o suficiente para emitir nos dipolos radiação síncrotron coerente de alta intensidade na faixa de terahertz (THz, 1THz = 10^{12} Hz).

Nos últimos anos, fontes de luz como o Bessy-II e o Soleil passaram a estudar, e mesmo fornecer, turnos no modo baixo-alfa para usuários interessados nessa banda do espectro eletromagnético, situada entre as faixas de micro-ondas e infravermelho. O estudo do modo baixo-alfa tem como objetivo demonstrar a possibilidade de operar o UVX com pacotes curtos e desenvolver instrumentação para detectar e dispersar radiação na região de THz.

Há um interesse nessa faixa do espectro para uma possível linha de diagnóstico do feixe de elétrons do Sirius. No estágio atual dos trabalhos foi possível reduzir o comprimento a até 2 mm em baixa corrente, o que equivale a 7 picossegundos (ps), em termos da duração temporal do pacote. Para efeito de comparação, no modo normal de operação o comprimento do pacote de elétrons é da ordem de 140 ps.

As sessões de estudos de máquina estão tendo o papel importante de familiarizar novos membros da equipe com a operação dos aceleradores e de servir de bancada de testes para os programas de modelamento e simulação do anel de armazenamento, ferramentas que serão importantes para o comissionamento e otimização do Sirius.

2.6.2. Linhas de luz

Com a contenção de gastos do ano de 2014, o número de melhorias técnicas nas linhas de luz foi reduzido a ações emergenciais, que garantissem a operação do programa de usuários sem prejuízos à qualidade dos experimentos. Os projetos mais substanciais de desenvolvimento de novos experimentos ou melhorias nas linhas do UVX no ano de 2014 foram fruto do financiamento do semestre anterior, e serão apresentados separados por grupos.

Um exemplo dessas melhorias que vêm sendo realizadas ao longo dos últimos anos foi a migração das linhas de luz para uma nova plataforma de software e hardware de controle financiada pelo projeto Labweb II, em parceria com a Petrobras. No contexto deste projeto, essas melhorias forneceram a infraestrutura necessária para operação remota das linhas, que era o objetivo central do projeto. No ano de 2014 todas essas reformas foram concluídas e, neste processo, aproveitou-se para fazer a revisão de manutenção e troca de parte da infraestrutura de cabeamento e utilidades das linhas.

Uma outra melhoria de impacto geral no hall experimental foi implantada na infraestrutura de segurança para o uso de gases, como citado nos exemplos dos eixos 1 e 2. A implantação foi iniciada com a elaboração de FMEA (*Failure Mode and Effects Analysis*) para definir o pacote de melhorias para a área. Por conseguinte, as principais atividades foram de expansão dos pontos disponíveis para exaustão de gases agressivos, aquisição de novos detectores de gases para monitoramento de vazamentos durante os experimentos, desenvolvimento de *interlocks* de distribuição de gases, instalação de armários para cilindros, migração do abrigo de cilindros do hall experimental para área externa e desenvolvimento de capelas para fornos.

A seguir, serão apresentados alguns dos destaques de melhorias específicas realizadas em cada uma das linhas de luz.

- Linhas de luz de difração de raios X

- XRD1

O principal sistema de detecção da linha consiste em um arco de 24 detectores lineares (Mythen 24K) para aquisição de difratogramas em 120° : Neste ano foi feita uma adaptação para preencher com He gasoso o caminho que separa os detectores e a amostra, de forma a reduzir a absorção e o ruído de fundo gerado pelo espalhamento do ar, melhorando a relação sinal/ruído dos dados. A intervenção, feita pelo fornecedor do equipamento (Dectris), foi bem sucedida, apesar de um dos detectores ter sido danificado. O dano, embora não impeça a operação da linha, reduz uma parte do arco de detecção nos experimentos. A troca do detector danificado ainda não foi realizada.

Também em 2014 foi desenvolvido um dispositivo (Figura 2. 40) para auxiliar o preenchimento dos capilares com as amostras de pó a serem medidas. Com esse dispositivo é possível preparar até oito capilares simultaneamente. Essa é uma inovação em relação aos dispositivos comerciais, que permitem somente um capilar por vez.

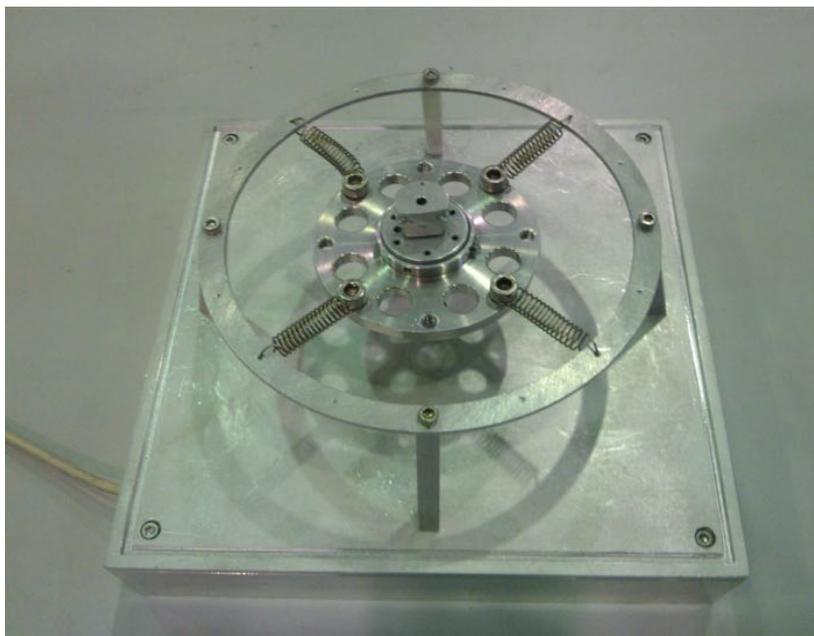


Figura 2. 40 – Dispositivo desenvolvido no LNLS para preenchimento de capilares com amostras.

Como as medidas na XRD1 – utilizando os Mythen 24K – são realizadas por transmissão, amostras que absorvem essa radiação significativamente, em princípio, não podem ser medidas, mesmo utilizando os capilares mais finos (0,3 mm de diâmetro). Em uma tentativa de resolver esse problema, foram realizados testes de difração com um pó bem fino de um composto ($GdNd_4Si_4$), que absorve muito os raios X, grudado no exterior de um capilar de 0,5 mm. Os mesmos testes foram realizados com um pó fino colocado no interior de um

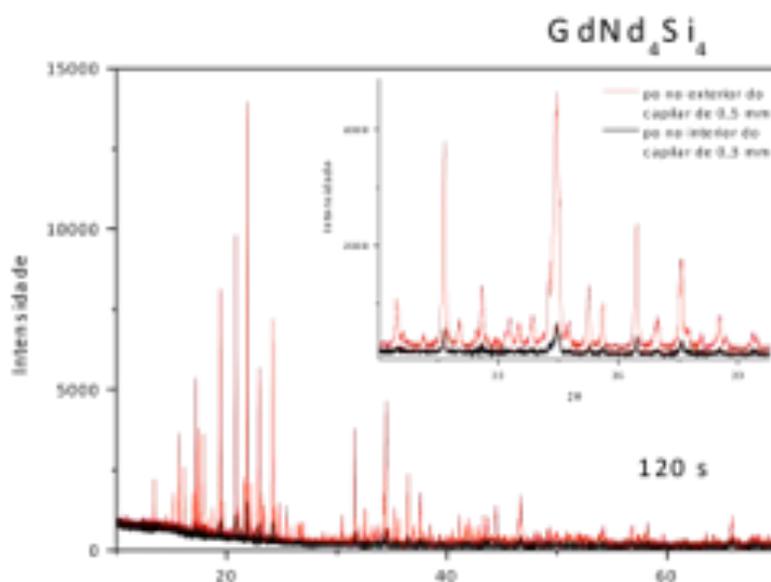


Figura 2. 41 – Difractogramas do composto $GdNd_4Si_4$ obtidos com os Mythen 24K.

capilar de 0,3 mm para comparação. Os dados comparativos, apresentados no gráfico da Figura 2. 41, demonstram que esse modo de preparação de amostras para difração de pó pode ser muito melhor para amostras de elementos pesados. Este modo de operação deverá ser homologado e sugerido para os usuários no próximo ano.

➤ XRD2

Com a vinda do novo difratômetro no início do ano, foram necessárias pequenas adaptações para os porta-amostras que eram usados no difratômetro anterior desta linha. Dentre as principais melhorias de operação realizadas na XRD2, foram desenvolvidos novos sistemas de rotação de amostra para adaptação das dimensões do novo difratômetro.

➤ XPD

Também nesta linha de difração houve uma melhoria visando aumentar a relação sinal/ruído dos difratogramas, por meio da instalação de um caminho de vácuo entre amostra e detector linear Mythen, de forma a minimizar o espalhamento do feixe de raios X pelo ar. O caminho de vácuo (Figura 2. 42) foi configurado para obter aproximadamente 780 mm de distância entre a amostra e o detector, o que estabelece uma resolução de aproximadamente $0,05^\circ$ e a detecção de $3,5^\circ$ em 2Θ . Essa configuração melhorou muito a qualidade e intensidade dos difratogramas de raios X obtidos na linha XPD, principalmente para os experimentos *in situ*.

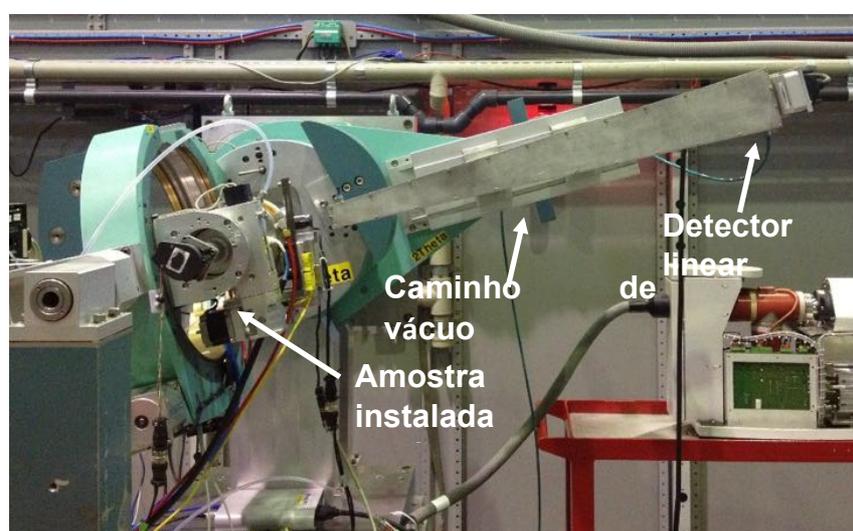


Figura 2. 42 – Foto do caminho de vácuo instalado para melhorar dos dados de difração.

Entre as melhorias em ambiente de amostra, em 2014 foi feita a montagem e comissionamento do soprador de ar quente da marca FMB Oxford (financiado pela FAPESP, projeto 2012/17942-6) para ser usado como fonte de calor em experimentos de difração de raios X de amostras sólidas ou pós acondicionados em capilar. A temperatura do soprador varia de 25 a 1000°C , com taxa controlada de $0,1\text{-}20^\circ\text{C}/\text{min}$. O soprador foi instalado em um carrinho para facilitar seu transporte, e poderá ser usado também em outras linhas de luz.

Linhas de luz de fluorescência e absorção de raios X

➤ XAFS1

Na área de **sistema de detecção**, a principal melhoria nesta linha foi a criação de um sistema de troca automática de gases das câmaras de ionização (GASS – Gas Selection System) que se encontra em fase de comissionamento. A troca de gases visa o ajuste da sensibilidade dos detectores (câmaras de ionização) para diferentes faixas de energia. Anteriormente essa alteração era manual e limitada à equipe de suporte da linha XAFS1. O sistema GASS é automatizado e programado via software. Essa melhoria permitirá que o usuário realize o procedimento de forma independente e também diminuirá o tempo morto utilizado na preparação da linha de luz para trocas de energia.

Como **melhoria de porta amostras**, foi instalada uma mesa XY com cursos longos nas 2 direções, que permite a análise programada de até 70 amostras. Essa melhoria diminuirá o tempo de troca de amostras para os usuários e permite a realização de experimentos remotos via o sistema LABWEB.

➤ XAFS2

Nesta linha, a principal melhoria em curso é a criação de um novo *setup* experimental, que permite a realização de **medidas simultâneas de difração e espectroscopia de absorção de raios X**. Este projeto foi descrito na sessão de pesquisa e desenvolvimento.

➤ DXAS

A principal melhoria feita nesta linha de luz diz respeito ao seu principal sistema de **detecção de espectro dispersivo**. O sistema consiste em uma tela fluorescente, que converte os fótons de raios X dispersados após absorção pela amostra em luz visível, a qual é detectada por uma combinação de ótica e CCD. O sistema passou por uma reforma completa, desde a tela fluorescente, que permitirá melhor resolução de energia, até a troca da CCD, que estava dando sinais de fim de tempo de vida útil.

A instalação desse novo sistema, que será concluída até o início de 2015, permitirá a continuidade da operação da linha, com melhora na qualidade dos dados obtidos. Iniciou-se também um projeto de cobertura das cabanas ótica e experimental para melhorar a estabilidade térmica dos componentes de precisão. Esse projeto ainda está em fase de desenho, e será concluído no início de 2015.

➤ XRF

Nesta linha também houve uma melhoria no sistema de detecção, mais especificamente na **eletrônica de leitura do sinal derivado do detector** de fluorescência. Foi instalada uma eletrônica de leitura mais moderna e rápida para acompanhar os experimentos de mapeamento por fluorescência, já que a eletrônica antiga havia se tornado um gargalo para o tempo de mapeamento.

Uma das placas digitais xMAP, da empresa XIA, que faz parte do detector de fluorescência da linha XDS (parado para concerto) foi emprestada e será repostada quando o orçamento permitir. Essa nova eletrônica permitiu uma redução substancial no tempo de mapeamento das amostras. Também foram feitas novas adaptações (Figura 2. 43) para incluir um segundo detector de fluorescência nos experimentos associados a microtomografia por XRF, que

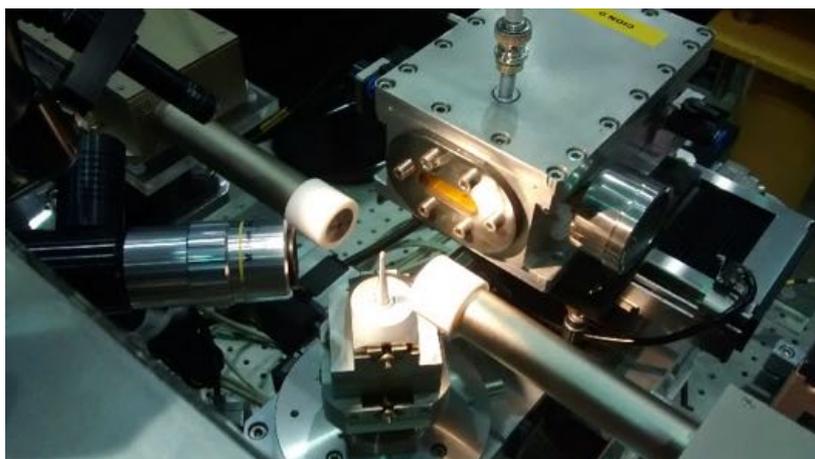


Figura 2. 43 – Foto do novo arranjo experimental de microtomografia por XRF.

permite resolução química nas imagens de tomografia.

➤ XDS

Também nesta linha houve uma **melhoria na estabilidade térmica da cabana experimental** por meio da instalação de duas unidades de ar condicionado, de modo a manter a temperatura mais estável. Isso beneficia tanto a qualidade dos experimentos realizados quanto a estabilidade e durabilidade dos equipamentos instalados.

A configuração original da linha XDS não incluía um espaço destinado a experimentos de espectroscopia de absorção de raios X (XAS), apesar de ser

um dos propósitos de sua construção. Para resolver esse problema, foi instalada uma **estação experimental dedicada a XAS**, que consiste em uma mesa óptica dedicada à instalação de montagens experimentais para estes experimentos. Assim, além de disponibilizar espaço e condições adequadas aos experimentos XAS e a todos os equipamentos extras que porventura possam ser utilizados (criostato, forno, detectores de fluorescência, monitor de fluxo e posição do feixe, etc.), **diminui-se consideravelmente o tempo gasto** na mudança de configuração entre experimentos de difração e espectroscopia.

➤ XPS

O sistema de XPS, externo às linhas de luz e dedicado principalmente a pesquisa interna na área de catálise, também teve uma melhoria técnica. O detector Chaneltron do sistema foi substituído, pois estava se deteriorando muito rapidamente, dando indícios de fim da vida útil. Um novo detector foi instalado para melhorar a qualidade dos espectros e diminuir o tempo de aquisição de dados.

Linhas de luz de espectroscopia de UV e raios X moles

➤ TGM

Praticamente todo tipo de monocromador sofre de um fenômeno chamado contaminação de harmônicos. Ao monocromatizar o feixe, não apenas a energia principal é transmitida, mas também energias correspondentes a múltiplos do comprimento de onda fundamental.

Normalmente, esses harmônicos de mais alta energia precisam ser suprimidos durante os experimentos. Enquanto em linhas de raios X essa supressão é feita com espelhos, em linhas de baixa energia, como a TGM, isso é feito pela injeção de gases inertes em um pequeno trecho da linha de luz, contido sem janelas por um sistema de bombeamento diferencial. Neste ano foi continuado o projeto de **automatização deste sistema de filtros**, que permitirá que os usuários controlem a injeção dos gases na linha remotamente e com total segurança de pessoas e equipamentos.

Foi também realizada em 2014 a adição de uma nova grade para o monocromador da linha TGM, de forma a **estender o limite inferior de energia da linha de 7 eV para 3 eV** (permitindo cobrir as chamadas regiões de UV-A, UV-B e UV-C). **Isso aumentará a gama de experimentos e programas científicos que poderão ser cobertos por essa linha de luz**, incluindo o projeto de instalação do sistema para SRCD descrito na sessão de P&D.

Além disso, o sistema que efetua a troca das diferentes grades disponíveis na linha (o que permite mudar a faixa de energia de trabalho na linha de luz), foi motorizado, facilitando a alternância entre as três grades disponíveis diretamente pelos usuários. Essas melhorias acabam de ser disponibilizadas para os usuários.

➤ SGM

Além da reforma feita pelo projeto Labweb, iniciou-se um projeto de automação visando à realização de varreduras em energia com o monocromador em modo contínuo. Com este modo, espera-se reduzir o tempo morto durante as medidas, fazendo com que os usuários obtenham um conjunto de dados com a mesma qualidade e em um menor tempo de aquisição. Este projeto está em fase conceitual.

Na área de detecção e ambiente de amostras, foi iniciado o projeto de instalação da câmara e o **analisador de XPS em pressões ambientes (AP-XPS)** na SGM. Foram feitas as adaptações necessárias para este projeto, como um novo berço adequado à altura da linha, e está sendo desenvolvido um sistema de bombeamento diferencial.

Além disso, foi feito um projeto detalhado de atualização do sistema cuja execução está sendo negociada com o fabricante (Scienta). Com o sistema atual, a pressão máxima de trabalho na câmara de amostra é de $2 \cdot 10^{-2}$ mbar, o que limita a utilização de microjato de líquidos e realização de diversas reações catalíticas. Com o novo sistema, será possível trabalhar com pressões de até 10 mbar e com um sistema de lentes e detecção aperfeiçoados, que propiciam um sinal até 10 vezes maior. Esse é um projeto que está sendo desenvolvido no UVX e será transportado para o Sirius.

➤ PGM

Na linha PGM, além da reforma do sistema de controle descrita anteriormente, a maior parte das melhorias foram relacionadas ao comissionamento do sistema PEEM/ARPES, descrito na sessão de P&D.

➤ SXS

Também na linha SXS a maior melhoria técnica neste ano foi a reforma do sistema de controle, assim como as melhorias de manutenção de motorização e cabeamento, descritas anteriormente.

Linhas de luz de espalhamento de raios X e cristalografia de macromoléculas



Figura 2. 44 – Visão externa e interna da nova cabana ótica da linha SAXS1.

➤ SAXS1

Na linha SAXS1, os *scripts* de controle de exposição de amostras foram aperfeiçoados de forma a conseguir medidas temporalmente mais precisas e que, simultaneamente, possibilitem que o usuário consiga lidar de forma amigável com a possibilidade de degradação das amostras. Além disso, foi realizado um redimensionamento da cabana ótica, considerando que as pequenas variações de temperatura no hall experimental ocasionavam mudanças drásticas na posição e intensidade do feixe. Com esta melhoria (Figura 2. 44), a cabana ótica foi toda reestruturada e coberta, permitindo manter o **feixe estável ao longo das medidas**.

No acondicionamento de amostras, além do novo projeto de troca de amostras líquidas em andamento, descrito na sessão de P&D, o sistema de aquecimento da Linkam está sendo adaptado para amostras contidas em capilares.

➤ SAXS2

Na linha SAXS2, os esforços foram todos voltados à finalização da migração do sistema de controle da linha para EPICS, como descrito no início desta sessão. Foi feito também um projeto para a eliminação de um trecho de ar que separa o monocromador da câmera de SAXS, porém o projeto se mostrou altamente complexo e custoso, tendo em vista o benefício que traria e, portanto, foi abortado.

➤ MX1

A linha MX1 ficou inoperante para usuários ao longo de 2014, uma vez que o seu detector foi transferido para a linha MX2, enquanto o novo detector desta linha não voltava do conserto. Neste período não foram feitas melhorias na linha. No próximo ano a linha MX1 tampouco deverá também operar para usuários, mas apenas para projetos internos de instrumentação. Serão feitas melhorias apenas neste sentido.

➤ MX2

A principal melhoria realizada na linha MX2 foi a instalação do detector Pilatus 2M, financiado pela FINEP. O novo detector substituiu o a CCD MarMosaic, que estava defeituoso. Mas, mais que isso, ele trouxe um ganho substancial para os experimentos de cristalografia de proteínas. Os **ganhos obtidos com o Pilatus 2M**, em operação para usuários desde a metade de 2014, foram principalmente:

- (1) A eliminação de ruído de leitura e de ruído escuro (*dark current*), inerentes aos sistemas CCD como o anterior, o que melhorou muito a relação sinal-ruído dos dados coletados.
- (2) Uma definição precisa de “*point spread*” de um pixel apenas, o que tem resultado em uma melhor separação de reflexões vizinhas em toda a abertura dinâmica do detector, maximizando a relação de sinal-ruído. As

CCDs, apesar de terem pixel tipicamente menor, possuem *point spreads* de vários pixels.

(3) Tempo de leitura de imagem na faixa de milissegundos. Isso tem permitido a coleta de difratogramas em rotação contínua, eliminando tempos mortos entre aquisições e também fontes de erro devidas ao obturador de feixe (*shutter*). A grosso modo, o que os usuários levavam várias horas para medir com o sistema antigo, hoje estão fazendo em cerca de minutos.

(4) Abertura dinâmica de 20 bits, que tem permitido superar questões relativas a dados de baixa resolução incompletos por saturação do detector em ângulos mais baixos.

Com essas características do detector, atingimos a principal finalidade, de disponibilizar uma infraestrutura de ponta para os pesquisadores da área de biologia estrutural nacional, além de colocar os demais laboratórios do CNPEM em características competitivas na pesquisa de novos fármacos e enzimas. Com a redução do tempo de coleta do novo detector, o gargalo de tempo de medida agora passou a ser a troca de amostras.

Assim, a estação experimental com robô de troca automática de amostras, que foi retirado da linha para concerto, está passando por uma reforma para ser instalada em 2015 com novo projeto conceitual.

Linhas de luz de imagem

➤ IR

- Além dos projetos de desenvolvimento destacados na sessão de P&D, as principais melhorias na linha de IR ao longo de 2014 foram na parte de vácuo e *front-end*. Um exemplo é a substituição do *shutter* de fótons no *front-end*, que permite o bloqueio do feixe síncrotron quando é necessário parar um experimento.

- O modelo desenvolvido inicialmente apresentou muito problemas conceituais, que resultavam em falhas mecânicas severas, e foi substituído por uma versão mais simples, baseada em pistão pneumático (Figura 2. 45). A substituição resolveu o problema, e o novo *shutter* em operação hoje servirá de modelo para outros *shutters* a serem instalados no Sirius.

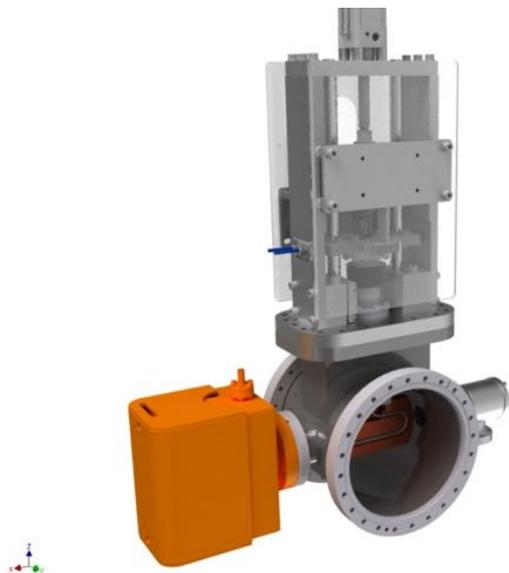


Figura 2. 45 – Modelo 3D do novo shutter, que foi instalado no front-end da linha IR1 durante o primeiro semestre de 2014.

Outra melhoria foi no **condicionamento térmico da cabana experimental**. Ao contrário das típicas estações experimentais de instalações síncrotron, a cabana da linha de IR não possui função de proteção radiológica, mas funciona como uma segunda camada de isolamento térmico para o experimento de AFM e s-SNOM. O novo sistema instalado diminui a sensibilidade ao ambiente externo, reduz a variação de temperatura entre dia e noite e também proporciona uma maior estabilidade em períodos de poucas horas.

Na ótica da linha houve uma troca do último espelho parabólico, que focaliza o feixe de infravermelho na amostra, por outro com abertura numérica duas vezes maior que o anterior. O resultado imediato foi um ganho no sinal óptico do segundo harmônico de até duas vezes.

Aliado a isso, o uso de novas pontas de AFM com cobertura de silicato de platina (PtSi), adquiridas para o microscópio SNOM, geraram um ganho adicional de duas a três vezes no sinal de campo próximo, se comparadas às antigas pontas de Pt utilizadas nos experimentos. Esses avanços

proporcionaram uma **redução de quase seis vezes no tempo médio dos experimentos**.

Além disso, na infraestrutura geral da linha para usuários – como está previsto o estudo de diversos tipos de amostras: de semicondutores e outros inorgânicos até amostras biológicas, fósseis, partes de obras de arte raras e outros objetos sensíveis e frágeis – foi construída uma caixa para **armazenamento de amostras com atmosfera constante de N₂, com umidade relativa menor que 10%**. A caixa também abrigará as pontas de AFM do microscópio NeaSnom, que preferivelmente devem ser armazenadas em ambientes livres de umidade. Eventualmente, pequenos elementos ópticos delicados, como cristais e espelhos, poderão também ser armazenados na caixa.

➤ IMX

- Em 2014 tivemos diversas melhorias no sistema de posicionamento da amostra para tomografia, algo crucial para obtenção de imagens com boa resolução.

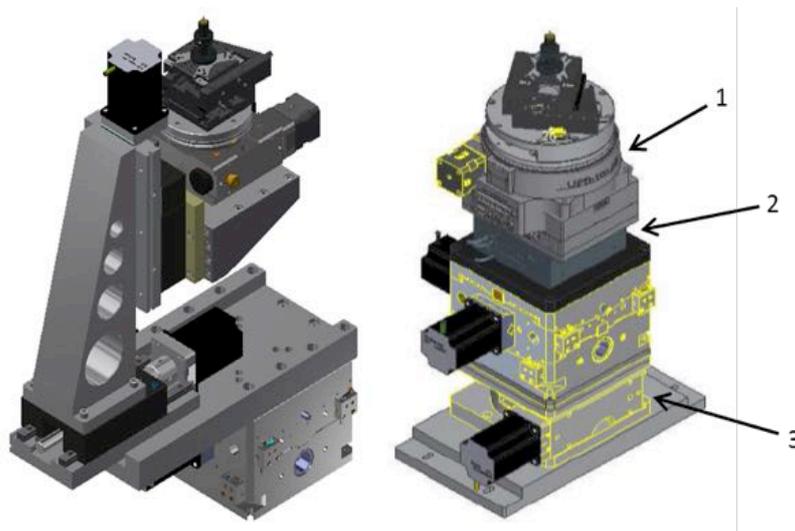


Figura 2. 46 – Modificações no sistema de posicionamento da amostra: adição de novos estágios de rotação [1], translação lateral X [2] e vertical Y [3], com nova disposição.

Este projeto envolveu o reposicionamento e integração de novos estágios de translação para os eixos X e Y do sistema (Figura 2. 46). A mudança permitiu um aumento da precisão de posicionamento vertical e lateral da amostra, e aumentou significativamente a resolução das imagens adquiridas nos experimentos.

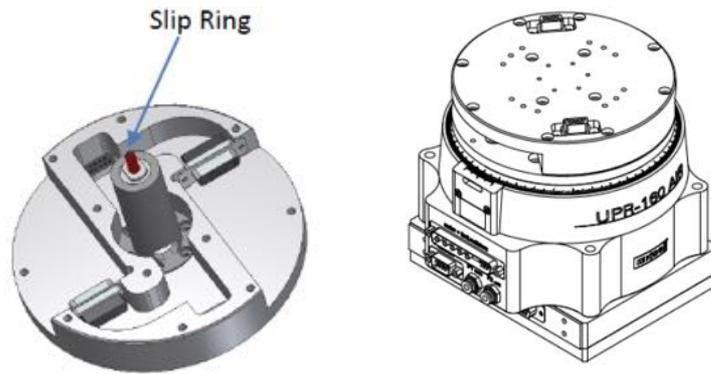


Figura 2. 47 – Modificações no sistema de rotação da amostra: adição de slip ring para rotação completa.

- Além disso, a nova disposição dos elementos do sistema permitiu maior estabilidade mecânica, diminuindo problemas causados por vibração. Trabalha-se ainda na substituição do estágio de rotação, que deve permitir a execução de tomografias mais rápidas e precisas, multiplicando a eficiência da linha de luz.
- As melhorias incluíram, ainda, a criação de um sistema de *slip-ring* no estágio de rotação (Figura 2. 47), que permite tomografias com rotação completa e contínua e em 360 graus, sem a intrusão de cabos, o que também **melhora a qualidade das imagens e o tempo de medida na linha de luz.**

No sistema de detecção, houve a integração de novos estágios de translação vertical e horizontal para aumentar precisão de posicionamento e range de

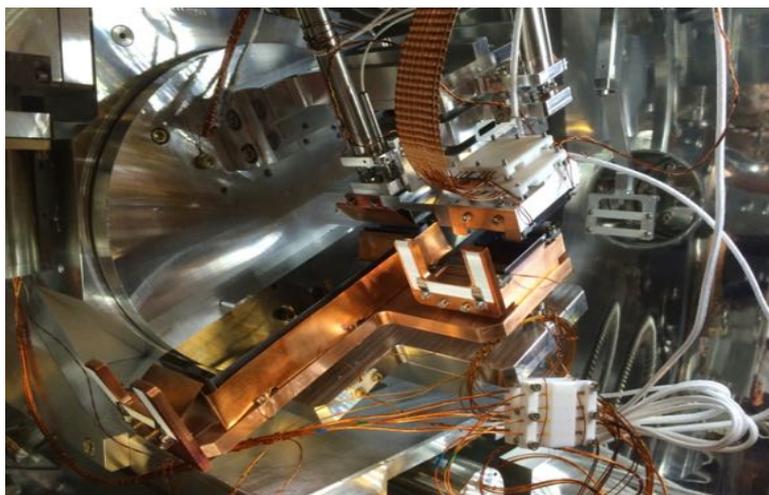


Figura 2. 48 – Novo monocromador (DMM & DCM) instalado na linha IMX.

movimentação do detector da linha. Tais modificações abrem **caminho para a execução de experimentos com análises em contraste de fase** e outras técnicas dependentes da mudança precisa da distância entre o detector e a

amostra, como os descritos na sessão de P&D. O novo sistema de detecção também foi projetado com o objetivo de aumentar a estabilidade mecânica durante a movimentação, bem como facilitar as trocas de detector e microscópio.

Por fim, em 2014 foi instalado o **monocromador desenvolvido no LNLS** (Figura 2. 48), que permite seleção de Si(111) ou multicamada Ru/B₄C para habilitar seleção de intervalos de energia do feixe de raios X. Ele em opera para usuários desde o início do ano.

2.7. Projeto Sirius

A seguir, são apresentados os principais resultados dos trabalhos de projeto e desenvolvimento, em 2014, relativos à fonte de luz síncrotron Sirius.

2.7.1. Aceleradores

➤ Sistema de vácuo do anel de armazenamento

Foram desenvolvidos procedimentos de limpeza e decapagem para as câmaras de cobre do Sirius, os quais fazem uso de soluções químicas menos agressivas e permitem a obtenção de uma qualidade superficial (rugosidade média $R_a < 0,4 \mu\text{m}(R_a)$) adequada para o posterior recobrimento com o filme fino NEG (*Non-Evaporable-Getter*).

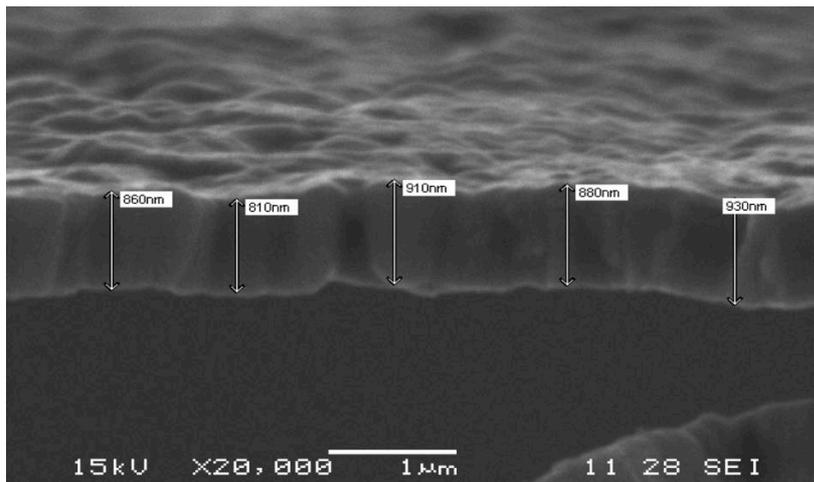


Figura 2. 49 – Micrografia de eletrônica de filme fino NEG depositado em cobre.

Paralelamente, o processo de deposição do filme NEG vem sendo melhorado para as diferentes geometrias das câmaras de vácuo do anel de armazenamento do Sirius, com o objetivo de se obter máxima eficiência dos filmes no que diz respeito à velocidade de bombeamento do gás residual das câmaras.

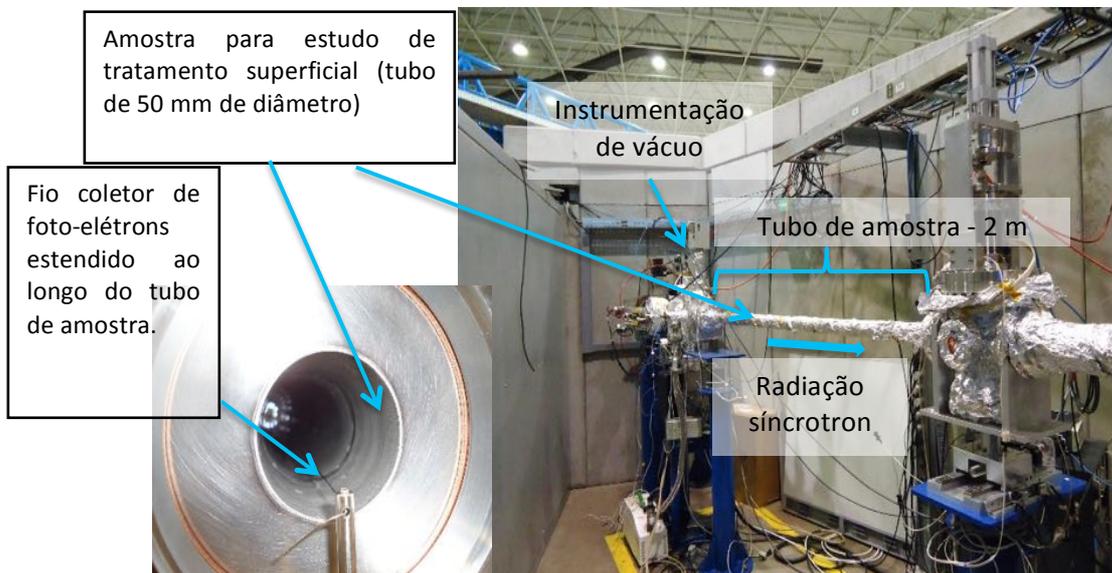
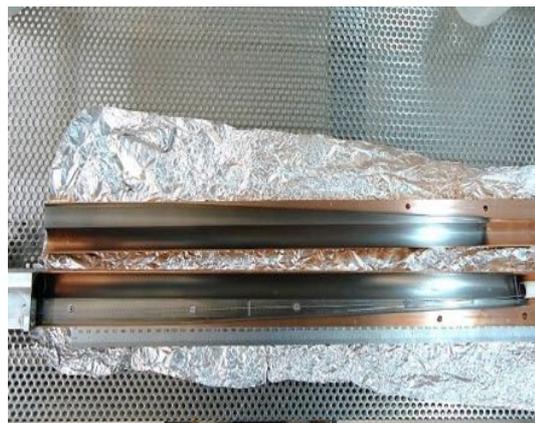
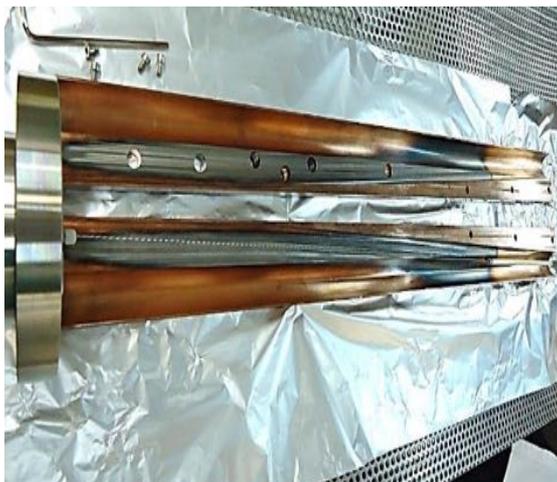


Figura 2. 50 – Sistema de caracterização com luz síncrotron de tratamentos superficiais de câmaras de ultra-alto-vácuo, instalado no anel do LNLS.

O estudo do comportamento desses filmes de NEG vem sendo feito por meio de microscopia de elétrons, XPS (*X-ray electron spectroscopy*), rugosímetros, medidas de velocidade de bombeamento e alterações em função de ciclos de ativação.

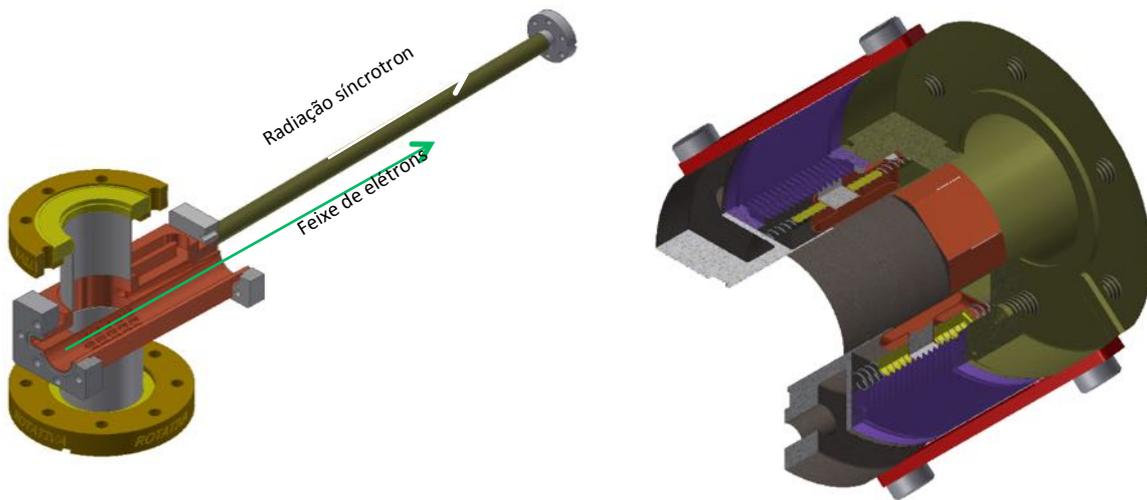


2. 51 – Testes de deposição de NEG em câmaras dos dipolos (com secção transversal não-circular)

Esses estudos do filme de NEG serão complementados em um equipamento que foi projetado pelo LNLS e instalado em 2014 no espaço disponível na linha de imagens. Isso permitirá determinar as taxas de emissão de fotoelétrons e foto-desorção sob radiação síncrotron, em situações semelhantes às que estarão sujeitos no Sirius. Esse novo equipamento também será utilizado em uma colaboração LNLS-CERN.

Um dos desafios é a deposição de filmes NEG em câmaras com secção transversal diferente da circular. Este é o caso das câmaras de dipolo, por onde sai a luz síncrotron para as linhas de luz. A Figura 2. 51 mostra dois ensaios de deposição nessas situações, que permitiram determinar parâmetros do processo adequados.

Ainda dentro do escopo do anel de armazenamento, avançamos nos projetos das estações de bombeamento e saída de luz síncrotron bem como dos elementos flexíveis (*bellows*) ilustrados na figura abaixo:



2. 52 – Projetos da estação de bombeamento (à esquerda) e bellows (à direita).

➤ Câmaras de vácuo do booster

O projeto das câmaras de vácuo dos dipolos do booster do Sirius foi concluído. A empresa FCA Brasil foi selecionada para prototipagem e fabricação dessas câmaras e construiu o primeiro protótipo da câmara de vácuo dos dipolos do booster.

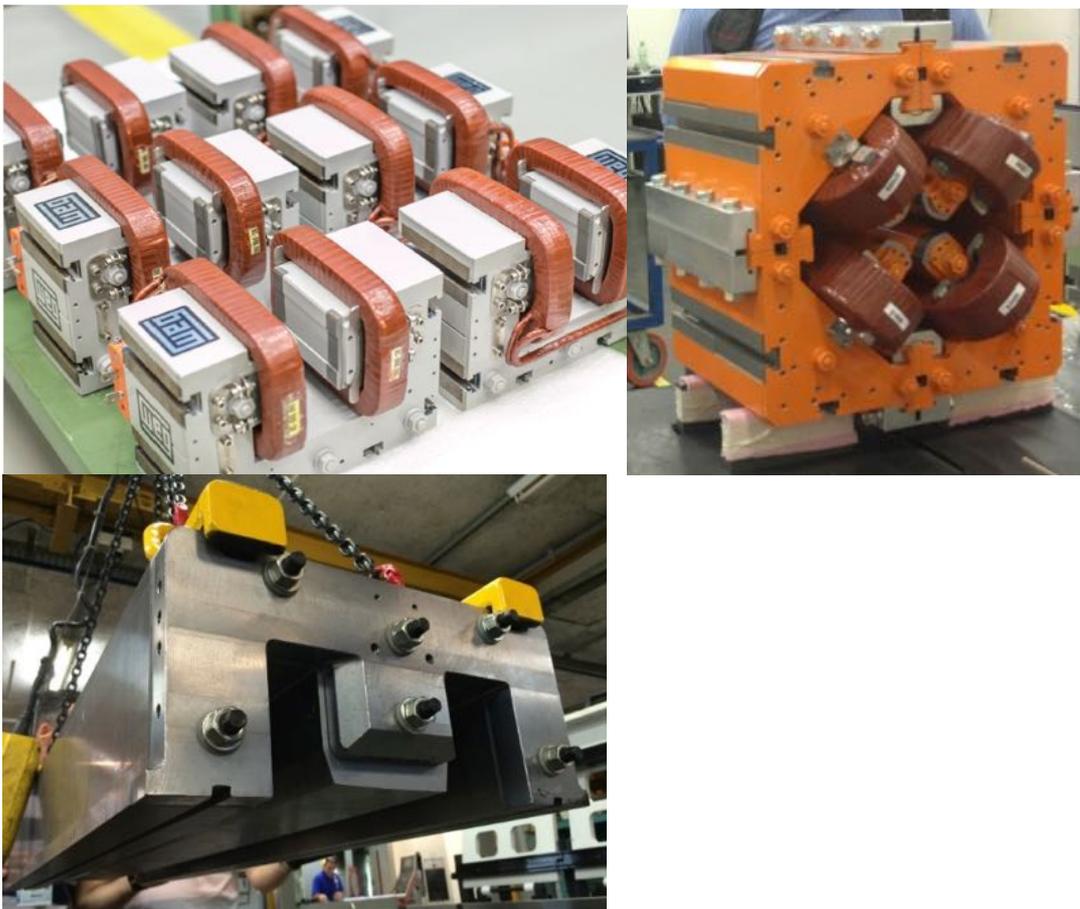


2. 53 – Primeiro protótipo de câmara de dipolo do booster.

➤ Magnetos do Booster

Os projetos de todos os eletroímãs do booster do Sirius foram concluídos e as ferramentas de estampagem das lâminas para os demais eletroímãs (sextupolos e dipolos) já foram fabricadas.

Já recebemos o lote piloto dos corretores e protótipos dos quadrupolos fabricados pela WEG que foram caracterizados pelas técnicas de bobina girante e mapeamento Hall. Após essas verificações, a WEG foi autorizada pelo LNLS para prosseguir com a fabricação do lote completo desses magnetos. Todos os 62 corretores necessários para o booster e linha de transporte booster-anel já foram entregues e verificados pelo LNLS.



2. 54 – Corretor do booster (acima à esquerda), quadrupolo e metade de um núcleo de dipolo do booster fabricados pela WEG.

➤ Magnetos do Anel de Armazenamento

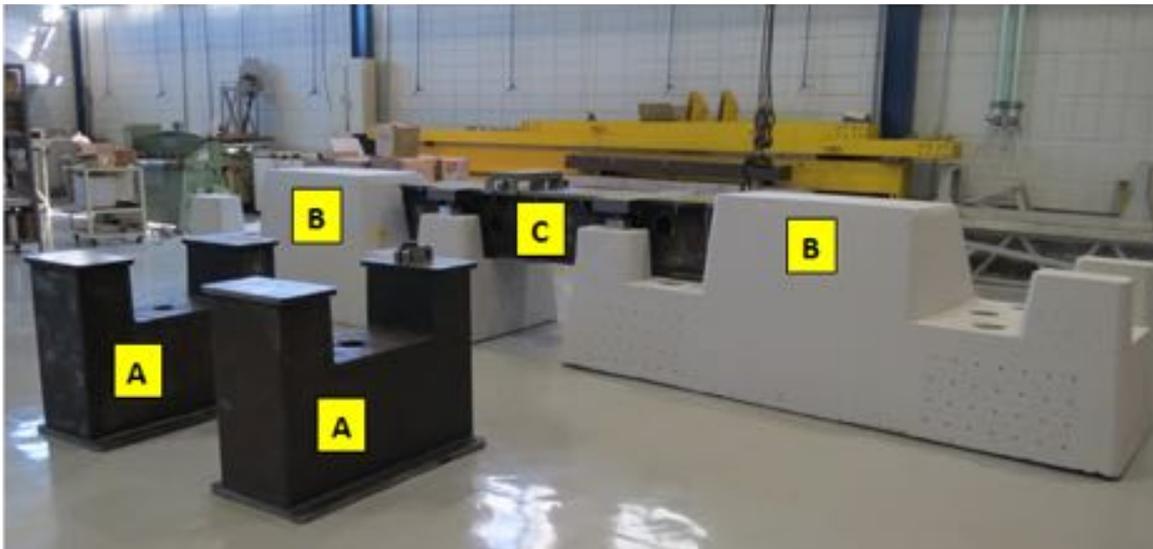
No quadrupolo do booster, as tolerâncias mecânicas atingidas são de $\pm 30\mu\text{m}$ ao longo da região polar do magneto. Essa tolerância é suficiente para o booster, mas ainda precisa ser melhorada para os magnetos do anel. A alternativa que estamos estudando é usar a mesma técnica de estampagem e empilhamento do booster, adicionando uma usinagem de precisão nas superfícies de referência. Realizamos alguns testes de usinagem e os resultados de paralelismo, ortogonalidade e linearidade ficaram dentro das tolerâncias necessárias aos magnetos do anel. Após refinamentos no processo de usinagem e aquisição de ferramentas especiais, atingimos tolerâncias menores que $10\ \mu\text{m}$ em dois centros de usinagem da oficina mecânica do LNLS.

➤ Sistema de Posicionamento (Berços)

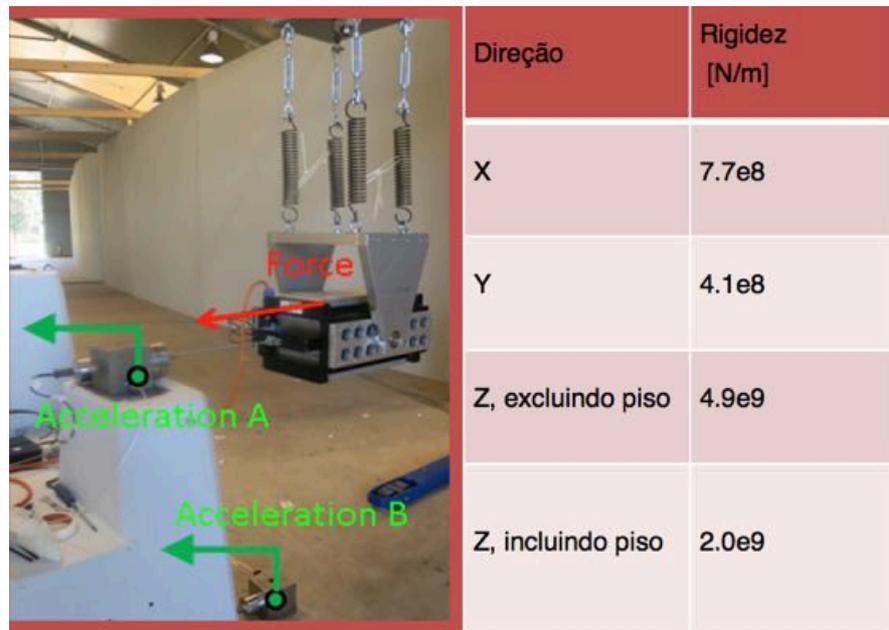
Os berços que suportam os eletroímãs, monitores de posição e câmaras de vácuo do Sirius são componentes fundamentais para a estabilidade da máquina. Eles devem ser projetados de modo a não amplificar vibrações existentes no piso do acelerador e nem as vibrações geradas nos magnetos em função da circulação da água de refrigeração das bobinas. Ao mesmo tempo, eles devem permitir o posicionamento dos magnetos com precisão de $\pm 30\mu\text{m}$.

Em 2013, projetamos diferentes versões de berço, pedestais e mecanismos de alinhamento do berço. Em janeiro de 2014, recebemos os primeiros protótipos. Foram construídos pedestais nas versões de aço soldado e de concreto, um berço em aço soldado e mecanismos de alinhamento pelo sistema de cunha deslizante e rosca. Ao longo do primeiro semestre de 2014 foram realizados testes de posicionamento do berço, atingindo uma precisão da ordem de $\pm 20\mu\text{m}$ e tempo total de operação de 10 minutos por berço. Também foram feitas medidas de modos de vibração do berço sem carregamento. A frequência obtida para a primeira ressonância de flexão vertical foi de 354 Hz, muito próxima do valor calculado de 355,9 Hz. No segundo semestre foram realizados testes com os magnetos montados sobre o berço e testes de estabilidade dimensional de longa duração. Em paralelo, estudamos a

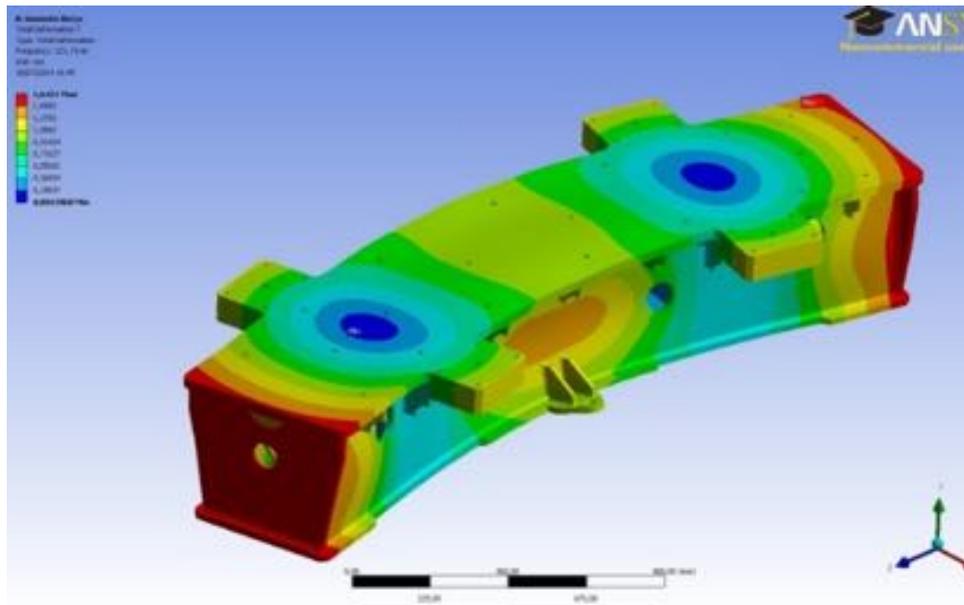
possibilidade de fabricação do berço pelo processo de fundição, que melhoram a propriedades de atenuação de vibração e de estabilidade mecânica.



2. 55 – Protótipos dos pedestais para o Sistema de Posicionamento do Anel. A – Pedestais de Aço Soldado; B – Pedestais em Concreto; C – Berços.

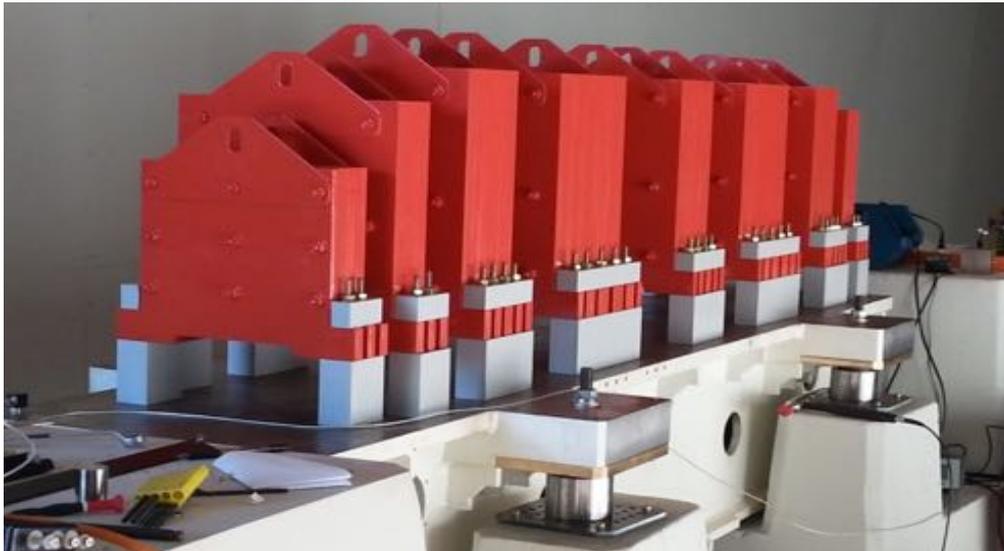
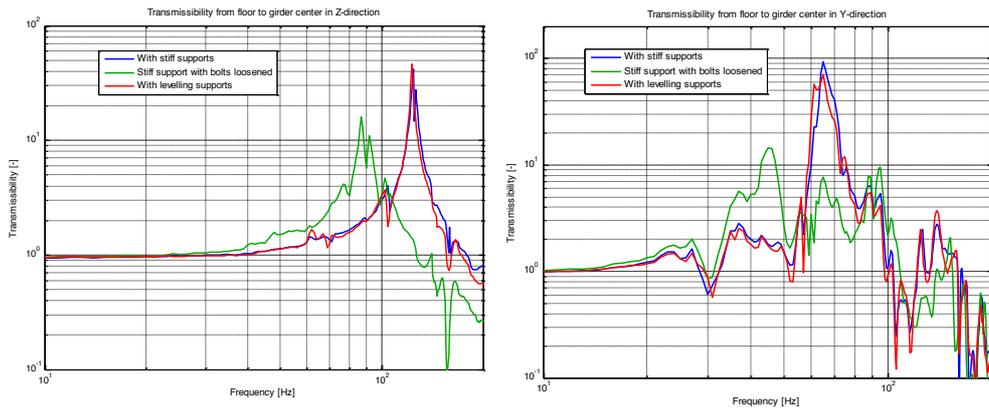


2. 56 – Medidas de rigidez do pedestal de concreto (Força na direção Y, eixo Z vertical)



Modo	Medido [Hz]	Calculado [Hz]
Y-flexão	319	322
Torção	333	352
Z-flexão	354	354
Modo de membrana	501	
Z-flexão (segunda ordem)	552	

2. 57 – Resultados das medidas e cálculos dos modos normais do berço sem carregamento.



2. 58 – Medidas da função transferência do solo para o berço carregado.

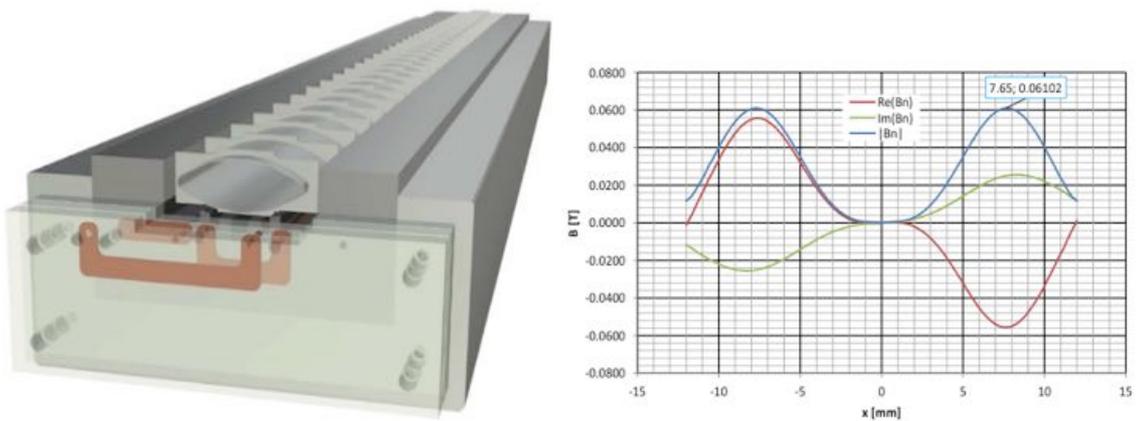
➤ Magnetos Pulsados

Durante o primeiro semestre de 2014 foi realizada a montagem da eletrônica de potência pulsada e a montagem do magneto do kicker de injeção no booster. Em seguida foi desenvolvido o processo de caracterização magnética desse magneto e verificado seu desempenho.

O projeto preliminar de um magneto multipolar pulsado foi concluído, e um protótipo encontra-se em fase de construção. Dependendo dos resultados obtidos com esse protótipo, poderemos eliminar três dos quatro kickers de injeção.



2. 59 – Kicker de Injeção do Booster durante a Caracterização Magnética



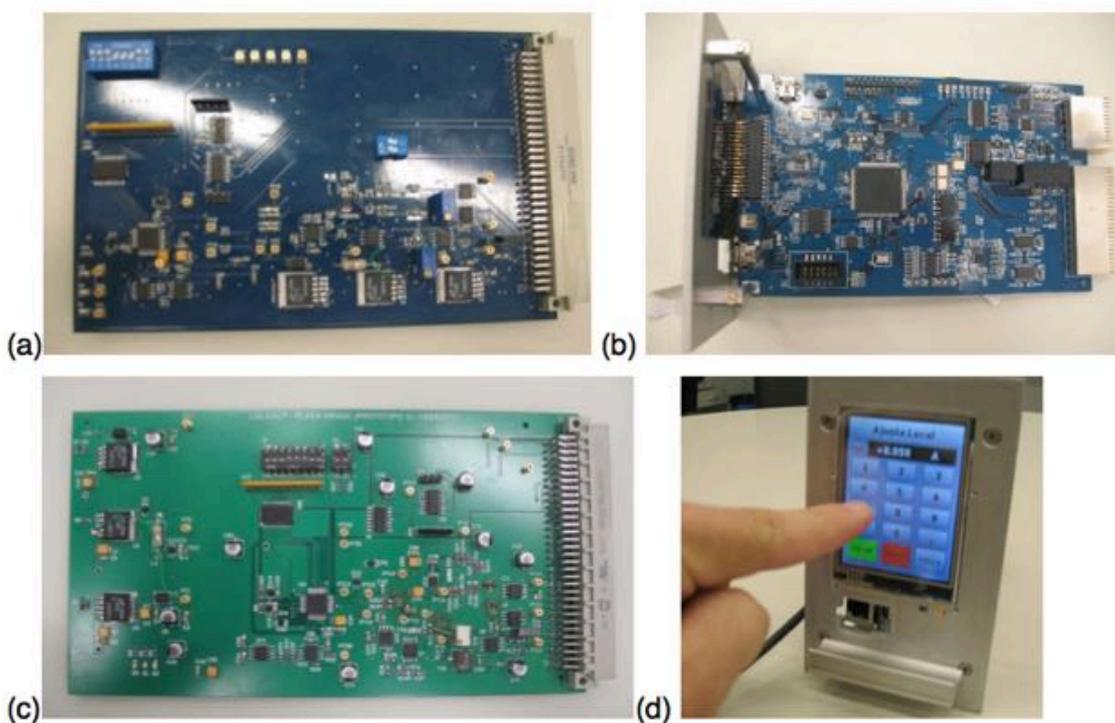
2. 60 – Projeto do Magneto Multipolar Pulsado para injeção no anel.

➤ Sistema de Radiofrequência (RF)

O projeto conceitual das torres amplificadoras do booster foi concluído. Encomendamos todos os componentes de RF para montagem de uma torre amplificadora-piloto para o booster.

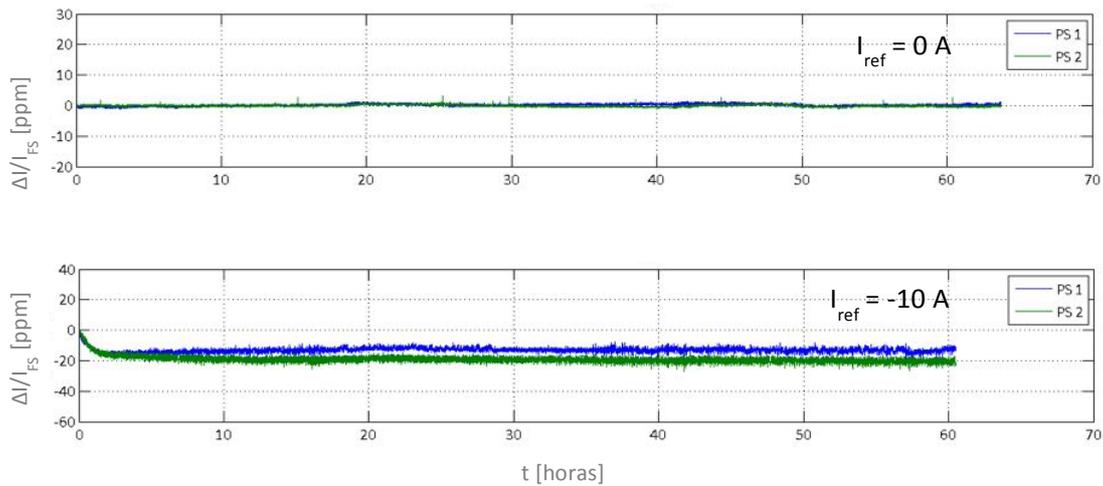
➤ Fontes de corrente para eletroímãs

Em 2014 foram construídos dois protótipos de fontes de corrente de baixa potência, com características de saída de $\pm 10A/\pm 10V$, que alimentarão, entre outros magnetos, as bobinas corretoras de órbita e quadrupolos *skew*. Esses protótipos estão em teste. Essas fontes utilizam unidades do Sistema de Regulação Digital, que haviam sido construídas no final de 2013.



2. 61 – Sistema de controle para as fontes para eletroímãs: (a) e (c) duas versões de conversores A/D de 18 bits; (b) regulador por largura de pulso (PWM) digital com resolução de 150ps.

Os testes quanto a estabilidade, *ripple* e linearidade, efetuados em 2014, mostram que essas fontes satisfazem os requisitos necessários para a operação dos aceleradores do Projeto Sirius.

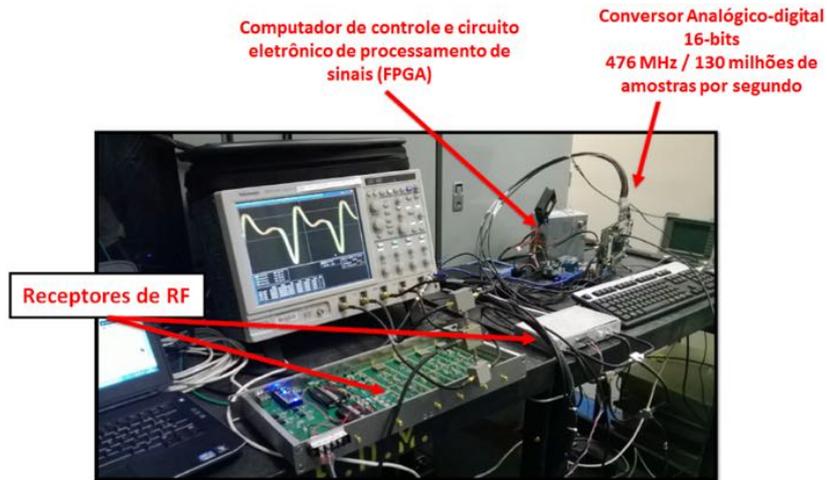


2. 62 – Estabilidade da fonte de $\pm 10A/\pm 10V$ ao longo de 60 horas em $0A$ e -10^a .

Quanto às fontes DC de alta potência, foi construído um protótipo de 225A/22.5V bem como outro de 130A/10V/2Hz, que estão sendo usados na caracterização dos quadropolos do booster. Uma segunda unidade desta última foi testada em bancada.

➤ Sistema de diagnóstico de feixe

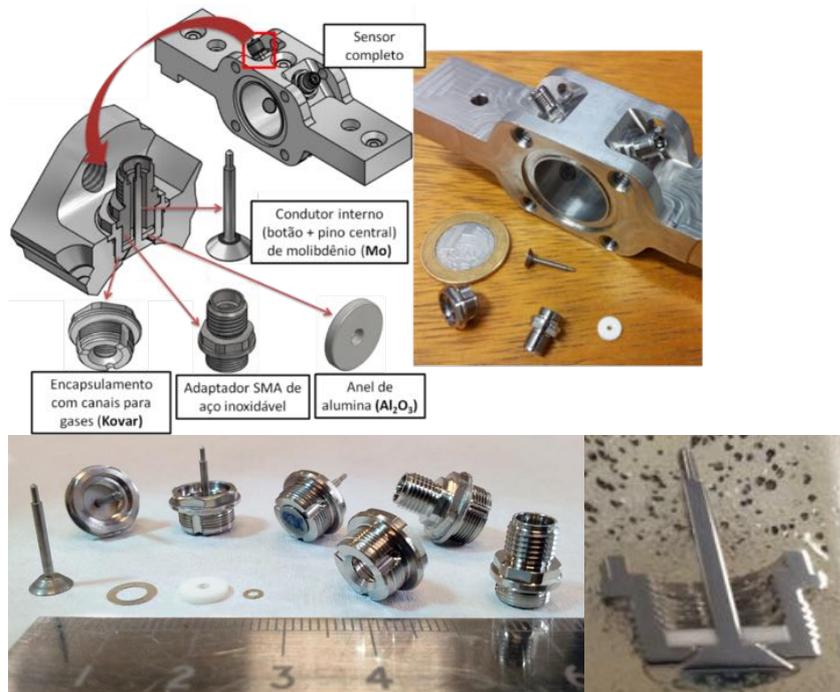
Em março de 2014 realizamos testes comparativos dos primeiros protótipos das eletrônicas de monitores de posição de feixe (BPM) em um anel de armazenamento de 3 GeV da universidade de Stanford (EUA). Durante os testes no laboratório SSRL (*Stanford Synchrotron Radiation Laboratory*) foram simuladas condições extremas de operação e concluímos que nossos protótipos atendem as especificações de desempenho para o Sirius. Um segundo lote completo de protótipos foi entregue no fim do primeiro semestre de 2014, e atualmente eles estão sendo testados quanto à durabilidade na atual fonte de luz síncrotron do LCLS. Protótipos mecânicos do monitor de posição de feixe para o anel de armazenamento foram construídos em parceria com empresas nacionais e testados com sucesso.



2. 63 – Testes da Eletrônica de BPM no laboratório SSRL.

➤ Sistema de Sincronismo

Em 2014 o projeto detalhado do sistema de sincronismo foi finalizado, todos os níveis entre o gerador de RF principal e os equipamentos que necessitam serem sincronizados foram detalhados, incluindo as fibras óticas e cabos.



2. 64 – Protótipo mecânico do BPM.

➤ Sistema de Controle

Em 2014, foram realizados testes finais para seleção dos computadores que irão gerenciar as redes de controle na camada mais próxima dos

equipamentos/instrumentos dos aceleradores, bem como dos equipamentos de conectividade Ethernet. Nossa escolha para esses computadores foi o modelo BeagleBone Black, um “*open-hardware*” bastante difundido. Esta placa, executando o sistema operacional Linux, apresentou a melhor relação custo x benefício, quando comparada aos outros modelos testados de single-board computers. Seus processadores auxiliares (PRU – *Programmable Real Time Unit*) nos permitiram simular a transmissão de sincronismo em software com atrasos e jitter inferiores a 100 ns, adequados à geração das formas de onda de corrente do booster.

Em relação aos equipamentos de conectividade, optamos, até o momento, pelo modelo Arista 7048T, com quatro canais de fibra óptica de 10 Gbps. Sua operação e atrasos de transmissão são compatíveis com as necessidades do sistema de comunicação digital para o Sirius. Por último, a equipe finalizou o projeto, testes e aprovação da Placa Única de Controle (PUC), baseada em microcontroladores da família ARM. Essa placa já pode ser considerada “cabeça de série” para o sistema de controle do Sirius.

➤ Cruzeiro do Sul

Trata-se da construção de maquete em escala real de parte da fonte de luz síncrotron, que está sendo útil para a detecção de problemas de montagem e manutenção. Acesso aos locais de instalação, passagem de cabos, utilização de empilhadeiras, procedimentos de alinhamento, riscos de acidentes pessoais, iluminação, etc., são melhor avaliados quanto mais realista for a simulação.

No caso do Sirius, optamos por construir um modelo de 1/20 da máquina, com reprodução das paredes do túnel, porta de acesso, saídas de linhas de luz, pedestais, berços, magnetos, calhas elétricas, abertura no teto e soquetes de alinhamento. Cada equipe do LNLS pode adicionar modelos do que considerar importante de ser validado antes da fabricação final. Algumas operações, como alinhamento de componentes ou passagem de cabos elétricos, serão simuladas e medidas para ajudar nas previsões do tempo necessário para as instalações finais.

Ao longo do primeiro semestre de 2014 foram construídas as paredes do túnel, em painéis de madeira, boa parte dos magnetos, em isopor, e alguns suportes

de magnetos e aberturas para saídas de linhas luz. Para testes da canaleta e gradis do piso, foi feito um segundo arranjo em madeira, elevado do piso. O objetivo é testar a instalação de cabos nas canaletas e escolher o gradil mais adequado.



2. 65 – Cruzeiro do Sul: montagem em escala real de um trecho do túnel onde serão instalados o booster e o anel de armazenamento de elétrons do Projeto Sirius.

➤ Infraestrutura técnica

No primeiro semestre de 2014, foram concluídas algumas atividades de infraestrutura para o projeto Sirius, são elas a instalação e comissionamento de uma bancada de alta-precisão para mapeamento magnético dos eletroímãs e a conclusão da instalação da sala de limpeza das câmaras de vácuo.

Em dezembro de 2012, antecipando-se às necessidades do novo acelerador Sirius na área de magnetos, especialmente os Dispositivos de Inserção, decidiu-se pela compra de uma bancada de alta precisão e estabilidade para caracterização magnética.



2. 66 – Nova bancada para mapeamento de eletroímãs (esquerda) e sistema de resfriamento de eletroímãs para a sala de medidas.

A bancada, composta de um monobloco de granito de 8,0 metros de comprimento, possui oito eixos de movimentação com erros angulares de $\pm 8,0$ μrad e posicionamento longitudinal absoluto de $\pm 2,0$ μm . Devido ao comprimento, peso (11 toneladas) e especificações técnicas, a bancada foi posicionada sobre o bloco inercial já previsto na construção do galpão e em um ambiente com temperatura e umidade controladas.



2. 67 – Equipamento de limpeza/decapagem das câmaras de cobre do Sirius.

Como as câmaras do anel de armazenamento do Sirius serão fabricadas em cobre, houve a necessidade da montagem de uma nova infraestrutura de limpeza de componentes e decapagem química. Esse procedimento de preparação das superfícies de cobre das câmaras é crítico para a obtenção de um recobrimento com o filme fino de NEG (*Non Evaporable Getter*),

responsável pela qualidade final do vácuo no anel de armazenamento. O sistema de limpeza montado permite que as soluções químicas de decapagem circulem nas câmaras de vácuo em um ciclo fechado, reduzindo o volume de reagentes químicos e eliminando a exposição dos colaboradores a essas soluções químicas.

2.7.2. Linhas de luz do Sirius

Os principais desenvolvimentos nas linhas dos Sirius ocorreram nos projetos conceituais da ótica destas linhas e na criação de protótipos dos principais componentes. Além disso, foram definidos blocos de casos científicos que também guiaram as submissões para agências de fomento que estão sendo preparadas de acordo com o seguinte critério:

➤ FAPESP

Será submetido um projeto com seis linhas de luz, como subprojetos da seguinte forma: três delas, as linhas **Manacá, Cateretê e Mogno**, compõem o bloco de biomédica/bioquímica, cobrindo linhas especializadas para atacar problemas científicos nesta área, cobrindo, respectivamente, escalas de comprimento de 0.1 nm até 10 nm (Cristalografia de Macromoléculas), 10 nm até 10 μ m (Tomografia celular por espalhamento coerente), 1 μ m até 10 mm (Tomografia de tecidos por contraste de fase). Estas linhas obviamente serão o estado da arte para muitas outras áreas, porém serão otimizadas para que juntas forneçam a melhor possível instrumentação para solução de grandes problemas científicos na área biomédica.

Da mesma forma, três outras linhas, **Carnaúba, Ema e Sabiá**, compõem o bloco de física/química, estão sendo otimizadas para solução de grandes problemas físicos relacionados ao mapeamento físico-químico (estrutural e espectroscópico) da matéria em escala nanométrica, caracterização (estrutural e espectroscópica) da matéria em condições extremas, caracterização espectroscópica de excitações de baixa energia em filmes, interfaces e nanoestruturas.

Os programas científicos e os pesquisadores envolvidos no projeto destas linhas já são financiados pela FAPESP hoje e, portanto, o projeto Sirius será uma extensão destes programas.

➤ Petrobras

Será submetido um projeto mais simples do que o originalmente negociado envolvendo apenas as linhas conectadas diretamente com ciência e tecnologia de exploração e refino de óleo e gás: a linha **Quati**, otimizada para atacar problemas em catálise, a linha **Ipê**, otimizada para atacar problemas de espectroscopia de interfaces de líquidos e gases (com RIXS e AP-XPS, como descritos nas sessões de P&D) em problemas de catálise e corrosão e a linha Jatobá, otimizada para a caracterização de estrutura de poros e composição cristalográfica de rochas em *high-throughput*.

➤ BNDES

Será submetido um projeto contendo as linhas **Paineira e Sapucaia**, especializadas, respectivamente, em difração de pó e espalhamento de Raios X a baixos ângulos, e otimizadas para atender uma grande gama de experimentos nestas áreas, principalmente os demandados por indústrias. Estas técnicas são hoje responsáveis pelo atendimento de quase 100% dos projetos relacionados a problemas industriais que chegam ao LNLS e portanto é um caso que pode ser uma boa parceria com o BNDES.

As linhas **Ingá e Imbúia** serão financiadas diretamente pelo financiamento do MCTI ao projeto.

A seguir, apresentamos alguns destaques dos desenvolvimentos em 2014. Inicialmente serão apresentados os principais desenvolvimentos de componentes comuns a algumas das linhas e na sequência alguns destaques dos desenvolvimentos de algumas das linhas do Sirius. É importante notar que o ano de 2014 teve uma grande reestruturação dos grupos de apoio e criação de ferramentas gerenciais e de gerenciamento de informação para criar as condições de dar maior vazão aos projetos de todas as linhas. Estas melhorias de infraestrutura estão concluídas e os resultados serão colhidos ao longo de 2015 com maior eficiência na execução dos projetos.

- Infraestrutura e componentes comuns às linhas de ondulator

Pode-se dividir uma linha de luz em componentes principais como fonte (dipolo, ondulator ou wiggler), *front-end*, ótica, estação experimental. Nesta última estão os porta-amostras e detectores que foram discutidos na sessão geral do programa de P&D.

➤ Fonte de radiação das linhas de raios X

Os principais esforços no desenvolvimento dos onduladores para o Sirius foram dedicados neste ano aos onduladores de raios X. A alternativa principal, o ondulator em vácuo foi estudado em vários aspectos neste ano, desde suas características de radiação até sua influência na dinâmica dos elétrons. Foram feitas diversas visitas de fabricantes, em especial da Hitachi que junto com nossa equipe o projeto conceitual (Figura 2. 68) mais detalhado e consistente com as necessidades do Sirius. A câmara de vácuo deste ondulator (Figura 2.

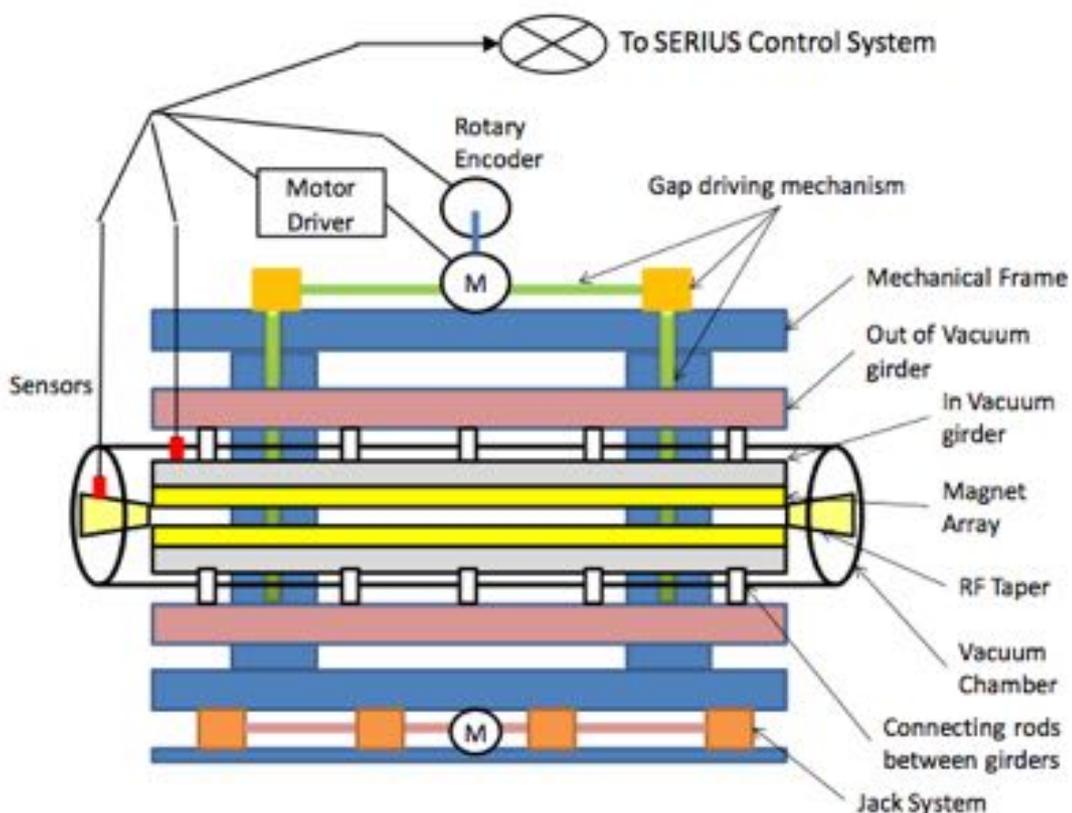


Figura 2. 68 – Projeto conceitual do ondulator (IVU) da Hitachi

69), que tem que manter todos os ímãs internamente, próximos ao feixe de elétrons para que se atinja os campos magnéticos maiores que 1T, também apresenta características interessantes compatíveis com o sistema de vácuo

do Sirius e parece ser uma das alternativas comerciais de melhor relação custo benefício para as linhas de raios X de alto brilho.

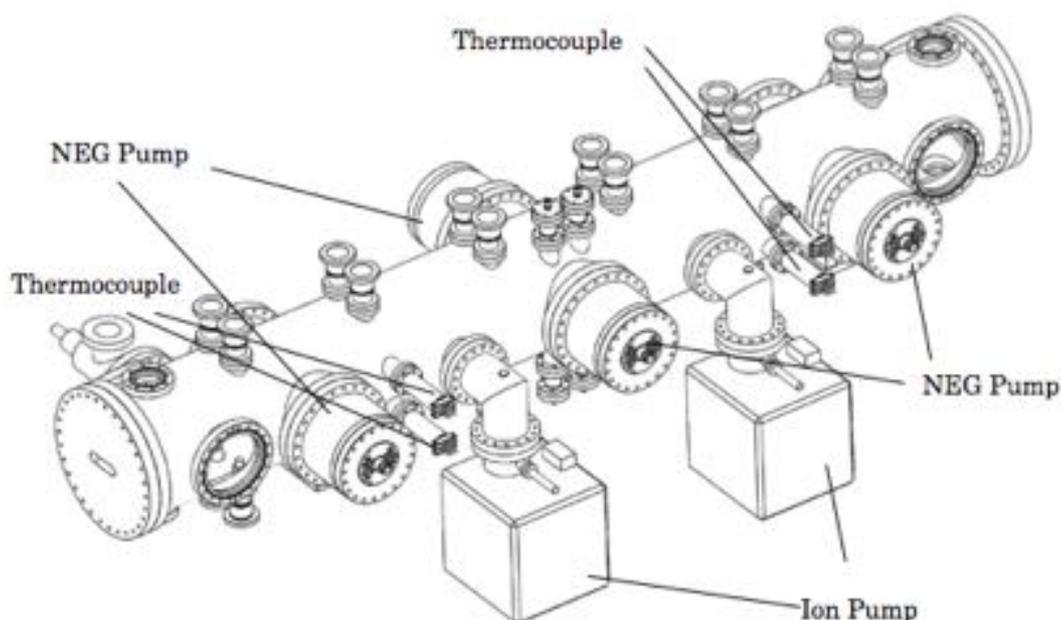


Figura 2. 69 – Desenho esquemático da câmara de vácuo do ondulador apresentado pela Hitachi.

Uma segunda alternativa que está sendo estudada nos últimos meses é o uso de magnetos supercondutores para o ondulador de raios X. Este é um desenvolvimento que há quase uma década vem sendo feito no mundo mas que só tem tido resultados satisfatórios nos últimos dois anos em poucos laboratórios. O melhor exemplo de sucesso é dos onduladores supercondutores desenvolvidos no APS (Figura 2. 70), que tem obtido excelentes resultados, inclusive operando para usuários. Existem muitas dificuldades intrínsecas a este tipo de instrumentação, e uma das principais é manter os fios supercondutores a temperaturas criogênicas mesmo a uma distância de poucos milímetros do feixe de elétrons de alta energia. No entanto, se vencidas estas dificuldades, o ondulador supercondutor, a longo prazo, pode ser uma tecnologia muito mais interessante tanto para as linhas de luz, já que ele produz uma fonte muito mais brilhante e oferece uma maior flexibilidade e simplicidade de operação, quanto para os desdobramentos tecnológicos além da ciência síncrotron que este tipo de domínio tecnológico pode trazer (tecnologia para equipamentos de MRI para hospitais, por exemplo).

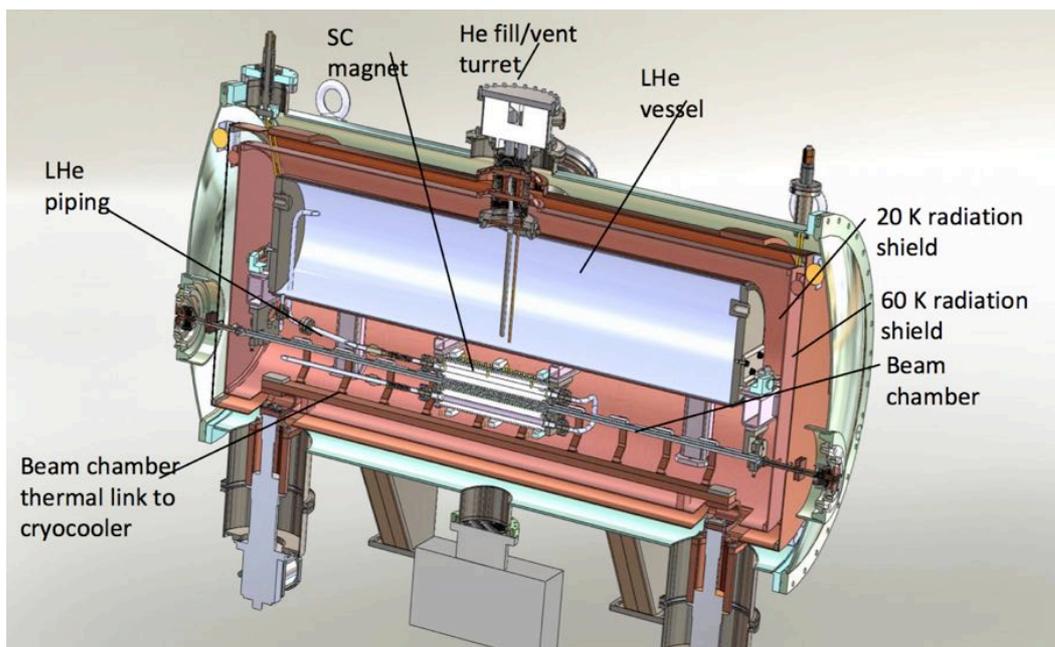


Figura 2. 70 – Projeto do ondulador supercondutor do APS com sistema criogênico de circuito fechado.

No último ano foram feitas duas visitas técnicas as equipes de desenvolvimento destes dispositivos no APS para avaliar a possibilidade de um projeto em colaboração. Ambas as instituições estão interessadas neste tipo de parceria e estamos avaliando a construção de um protótipo no LNLS com a orientação da equipe do APS. Com esse desenvolvimento os onduladores supercondutores seriam em breve construídos no Brasil e não haveria mais necessariamente a necessidade imediata de se adquirir os onduladores em vácuo.

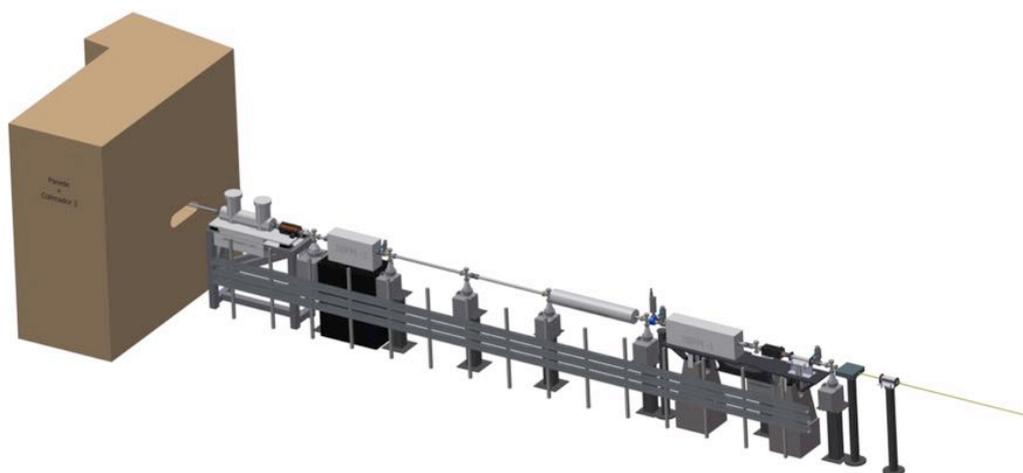


Figura 2. 71 – Projeto conceitual do front-end das linhas de ondulador de raios X.

➤ Front-ends

O *front-end* é o primeiro conjunto de elementos logo após a fonte de radiação, cujas principais funções são a proteção radiológica além da blindagem durante a operação com feixe, manter e proteger o vácuo do anel de armazenamento em situações de vazamento na linha, proteger os elementos óticos contra elevadas cargas térmicas e monitorar a posição do feixe de fótons. Neste ano foi feita uma versão preliminar do projeto conceitual e os projetos mecânicos de protótipos de diversos elementos (*máscaras*, *shutters*)

➤ Ótica

A ótica da linha de luz consiste em monocromador e espelhos. Um dos maiores desafios nesta área para o Sirius é garantir uma boa dissipação térmica da radiação que atinge os componentes, sem causar deformações nem vibrações nos elementos que degradam a qualidade do feixe, efetivamente aumentando a emitância.

O desenho do monocromador, neste sentido, é um dos principais desafios, pois

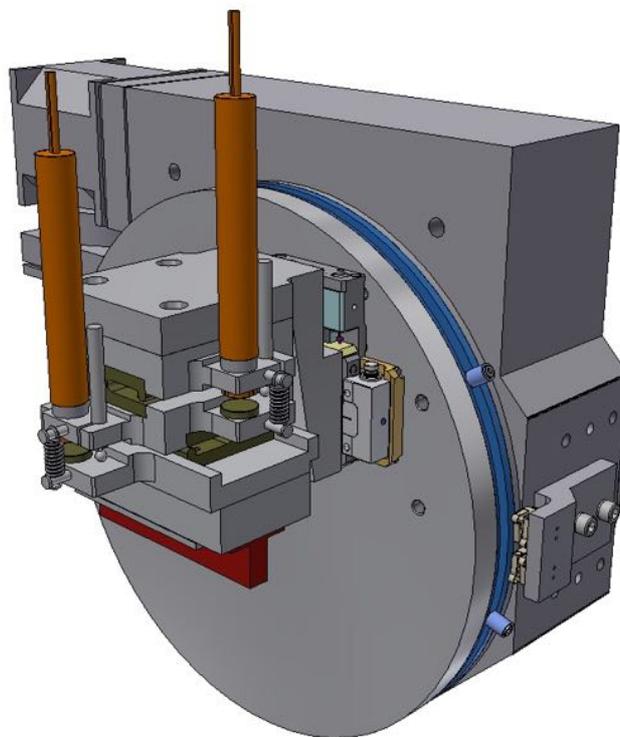


Figura 2. 72 – Projeto do goniômetro com a mecânica de posicionamento dos cristais do monocromador projetado para o Sirius.

trata-se de um elemento ótico sensível, crucial para performance da linha, que absorve uma grande potência e deve ser refrigerado com nitrogênio líquido. O fluxo normalmente turbulento causa vibração nos cristais do monocromador. Neste ano foi concluído o projeto conceitual do primeiro protótipo de monocromador (Figura 2. 72) para as linhas de ondulador em vácuo. Em paralelo foi desenvolvido um kit para medidas de vibração, que permitirá avaliar precisamente os diversos efeitos que causam vibrações nos elementos óticos. Outro desenvolvimento importante de infraestrutura em destaque neste ano foi o PoC (*Proof of Concept*) da rede de comunicações, que permitirá trafegar um volume muito grande de dados das linhas de luz para os sistemas centrais de armazenamento de dados. Praticamente todas as linhas de luz do Sirius terão demandas de alta largura de banda, baixa latência e resiliência de link para as linhas de luz.

O projeto conta com dois datacenters para até, no máximo, 40 linhas de luz. Cada linha de luz deve ter um enlace de 10 Gb, 40 Gb ou 100 Gb e ligação entre os dois datacenters para manter a resiliência. A topologia apresentada na Figura 2. 73 é a que deverá ser utilizada para as linhas de luz, e todos os testes da PoC serão baseados nesta topologia.

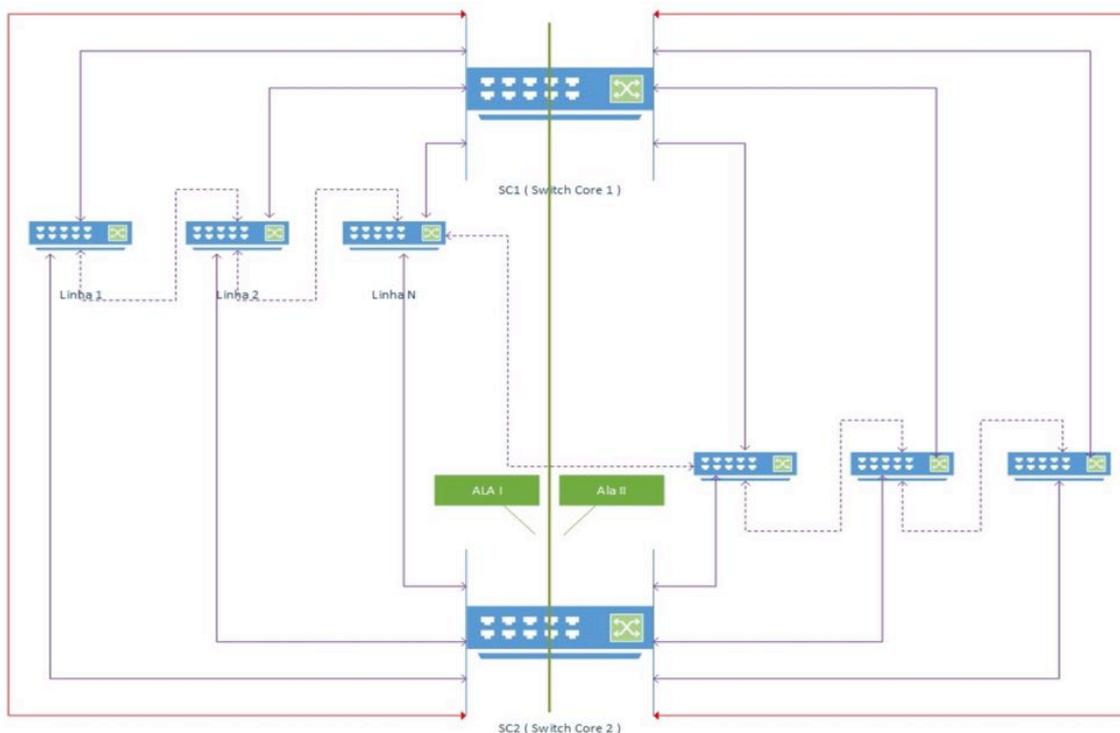


Figura 2. 73 – Topologia Core network do projeto Sirius.

Para a PoC, foram escolhidas três linhas de luz de alta necessidade de largura de banda no acelerador de partículas atual. São elas: MX2, SAXS1 e IMX. Os resultados serão concluídos no início de 2015.

Linhas Paineira e Carnaúba

As principais atividades em 2014 para estas duas linhas foram o desenvolvimento dos projetos conceituais óticos e dos monocromadores que serão empregados.

Linha Quati

Neste ano foi finalizada a primeira versão do *Conceptual Design Report* da linha **Quati**, bem como os cálculos para simulação do feixe nos componentes óticos, considerando diferentes opções e distribuições dos elementos na linha de luz. O design que melhor atende as especificações técnicas até o momento está apresentado na Figura 2. 74.

Detalhes deste design ótico e do monocromador que permite a resolução temporal necessária para atender os casos científicos, principalmente na área de catálise, estão sendo discutidos pelas equipes internas antes da submissão

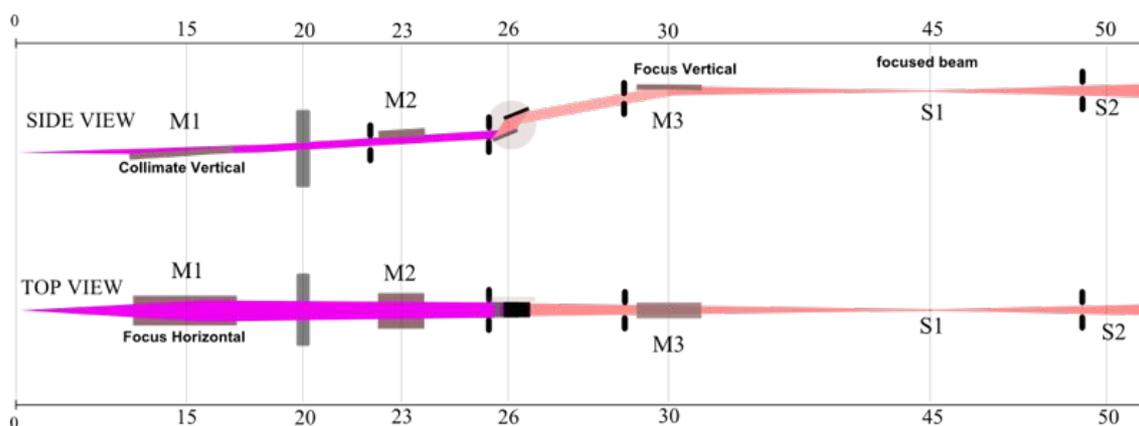


Figura 2. 74 – Design da linha de luz Quati (Quick-EXAFS) proposto.

a um comitê de avaliação.

Linhas Ipê e Sabiá

O grupo EUV é responsável pelo projeto de duas linhas de luz dentro do projeto Sirius: linhas **Ipê e Sabiá**, que serão descritas nas próximas seções. Inicialmente era previsto que a linha **Ipê** deveria abranger um intervalo de energia desde 10 até mais de 1000 eV. Todavia, ao longo dos últimos meses ficou claro que tal solução comprometeria a performance da linha para parte de seus objetivos e, desde então, estão sendo estudadas soluções alternativas para cobrir a faixa de energia de ultravioleta (entre 5 e 300 eV).

Até o momento foram comparadas várias linhas de *bending magnets* e onduladores que trabalham na faixa de 2 eV a 330 eV para a definição da melhor óptica, melhores experimentos e o design mais apropriado para uma possível linha de baixa energia do Sirius. Foi criado um formulário específico para consulta a comunidade sobre as especificações dessa linha de luz, de maneira a embasar as decisões externas nas necessidades reais dos usuários.

Linha Sabiá

A **Sabiá** é uma linha de luz a ser instalada em um ondulador elíptico na fonte de luz síncrotron Sirius. Essa linha deve operar na região de raios X moles em uma ampla faixa de energias (200-1200 eV), com alto fluxo de fótons ($> 10^{13}$ ph/s), moderado poder de resolução (< 10000) e total controle de polarização. O objetivo principal desta linha é a realização de experimentos não convencionais de espectroscopia de absorção de raios X (XAS) e emissão de fotoelétrons (PES), envolvendo medidas com alta resolução espacial, imagens e/ou medidas *in situ* de materiais funcionais em condições de operação (campo magnético, tensão, gás, temperatura, luz solar, etc.).

Considerações preliminares sobre o tamanho de foco sugerem a necessidade de dividir a linha de luz em dois braços, diferindo na óptica de refocalização após o monocromador. Um deles teria um foco de 10-100 μm para imagens e caracterização espectroscópica global de amostras. O outro braço teria um foco na faixa de 30 nm a 1 μm , para realização de micro e nano espectroscopia. Essa linha será instalada em uma seção de alto beta do Sirius.

Para ter controle total da polarização sobre a faixa de energia planejada, é necessário que o primeiro harmônico do ondulator cubra toda esta faixa (200-1400 eV). Essa condição impõe alguns vínculos nas características do ondulator. A tabela Tabela 2. 5 mostra estimativas da energia máxima obtida com o primeiro harmônico de diferentes períodos, e também o campo magnético máximo para atingir a energia mínima de 200 eV, estimados utilizando a equação de ondulator. Com base nessas estimativas preliminares, o período do ondulator deve estar no intervalo de 45-50 mm.

<i>Período (mm)</i>	<i>E_{max} (eV)</i>	<i>$B_{max}@200eV$ (T)</i>
40	2137	0.91
45	1899	0.77
50	1709	0.66
55	1554	0.57
60	1424	0.51

Tabela 2. 5 – máximo valor prático de energia para alguns valores de período do ondulator elíptico da linha SABIÁ.

Utilizamos o programa SRW do ESRF para simular o fluxo de fótons para onduladores de 3 m e diferentes períodos, considerando os parâmetros do feixe de elétrons do Sirius e energia mínima de 200 eV. Obtivemos fluxo máximo de $3-5 \cdot 10^{15}$ fótons por segundo.

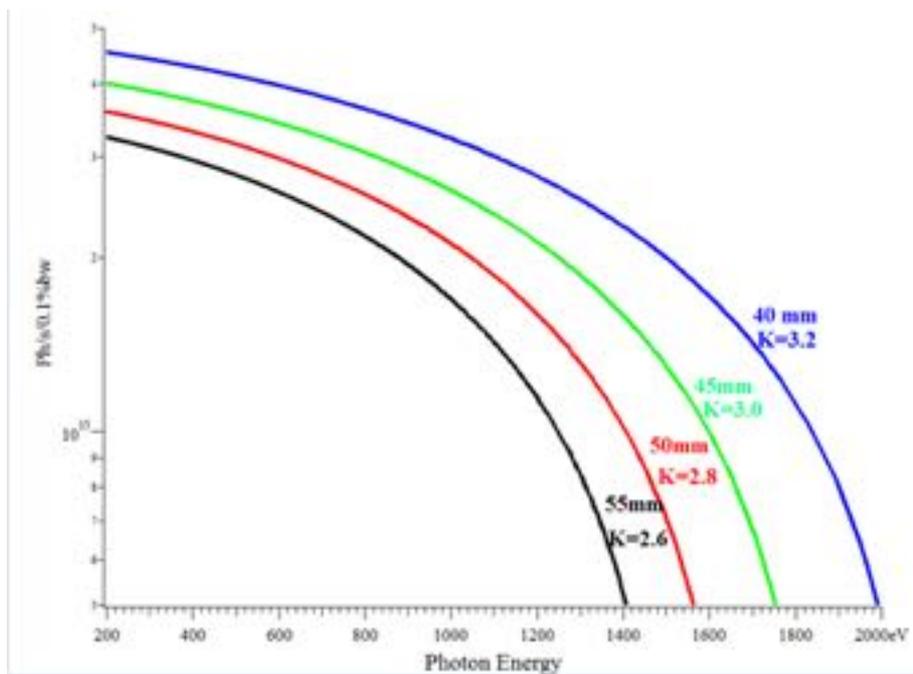


Figura 2. 75 – Simulação do fluxo de fótons para onduladores elípticos com diferentes períodos para a linha SABIÁ.

A próxima etapa no desenvolvimento desse projeto é determinar o layout básico da linha de luz, incluindo os elementos ópticos, de forma aproximada, para saber se em uma primeira aproximação podemos obter os parâmetros desejados, em particular tamanho do foco na amostra, dentro das distâncias disponíveis no prédio do anel Sirius.

Linha Ipê

A linha **Ipê** será uma linha de raios X moles dedicada a experimentos que requeiram alta resolução espectral da fonte de raios X. Estão previstos para essa linha a instalação de instrumentos para a realização de fotoemissão com resolução angular (ARPES) e espalhamento inelástico de raios X (RIXS). Conforme mencionado, inicialmente a linha **Ipê** era prevista a cobertura de um intervalo de energia partindo de cerca de 10 eV.

Tal configuração, apesar de interessante para ARPES, comprometeria o desempenho da mesma para a técnica de RIXS. Por essa razão, ao longo do primeiro semestre de 2014 foi decidido que o intervalo de energia da linha **Ipê** seria similar ao da linha SABIÁ. Com isso, todo o comentário acerca do ondulador da linha SABIÁ se aplicaria no caso desse projeto.

Mais recentemente, percebemos que uma possibilidade importante, que traria um diferencial para a linha Ipê no cenário internacional, seria a possibilidade de realizar experimento de RIXS próxima as bordas de absorção L2 e L3 do elemento químico fósforo, que se situam pouco acima dos 100 eV. Dessa maneira, para a linha Ipê estamos investigando quais seriam as implicações de estender o intervalo de energia desde 100 até 2000 eV. Isso implica em um ondulator com um período ligeiramente superior àquele da linha Sabiá. Simulações estão em curso para otimizar o período do ondulator.

Outro diferencial da linha Ipê é que um dos seus instrumentos, a saber: o espectrômetro de espelhamento inelástico não é um instrumento comercial (ao contrário da maioria das estações experimentais utilizadas em linhas de raios X moles). Esse equipamento deverá ser totalmente projetado e eventualmente construído dentro das atividades do projeto Sirius. Todavia, a resolução é limitada por diversos parâmetros, entre eles o tamanho do feixe que incide na amostra e o tamanho dos pixels do detector. A otimização desses parâmetros é de extrema importância, pois feixes muito grandes destroem a resolução do espectrômetro, enquanto que feixes muito pequenos implicam em parâmetros dos elementos ópticos da linha muitas vezes inacessíveis. Dessa maneira, atualmente estamos otimizando o tamanho do feixe sobre a amostra, de maneira que seja pequeno o suficiente para que não tenha implicações notáveis sobre a resolução do instrumento, e por outro lado não seja tão pequeno que inviabilize a realização dos elementos ópticos da linha.

Linha Cateretê

O ano de 2014 foi muito importante para as principais definições da linha **Cateretê**. Como a linha está fortemente baseada nas técnicas de *Coherent Diffraction Imaging (CDI)* e *X-ray Photon Correlation Spectroscopy (XPCS)*, o grupo de pesquisadores focou nas discussões com os maiores especialistas das respectivas áreas.

No que se refere à CDI, as discussões foram realizadas com Dr. John Miao (UCLA – EUA) devido a necessidade de ter uma linha otimizada para experimentos de CDI biológico (principalmente células de mamíferos). Após vasta discussão, o Dr. Miao apontou a necessidade de a linha Cateretê

apresentar um *pinhole* e um “*corner*” antes da amostra, com o objetivo de aumentar a sensibilidade da linha e, com isso, aumentar a sua resolução.

Em paralelo, novos cálculos foram realizados e indicaram que será necessário utilizar um caminho de voo de aproximadamente 15 metros com o objetivo de estudar células de mamíferos. Foi ressaltado também que a possibilidade de utilizar um “*beam-stopper*” semitransparente provavelmente será uma estratégia muito interessante, buscando acessar os “*speckles*” (espalhamento coerente da amostra) mais próximos possível do feixe direto (estratégia que já estava em discussão no grupo ERX). Essa técnica de utilização de *beam-stopper* semitransparente já está em utilização em uma linha da Alemanha, e o time do LNLS já está entrando em contato para que exista uma possível interação entre as equipes.

No que se refere à XPCS, as discussões foram realizadas com o Dr. Alec Sandy, do APS – EUA. O Dr. Sandy é o responsável pelas estações experimentais de XPCS do APS, onde as linhas são consideradas como estado da arte. O Dr. Sandy também se mostrou muito satisfeito e otimista com a linha Cateretê, e apontou para a necessidade do desenvolvimento de porta-amostras, que ainda hoje é uma limitação muito grande para a técnica. Além disso, o Dr. Sandy ressaltou que o desenvolvimento de detectores é, com toda

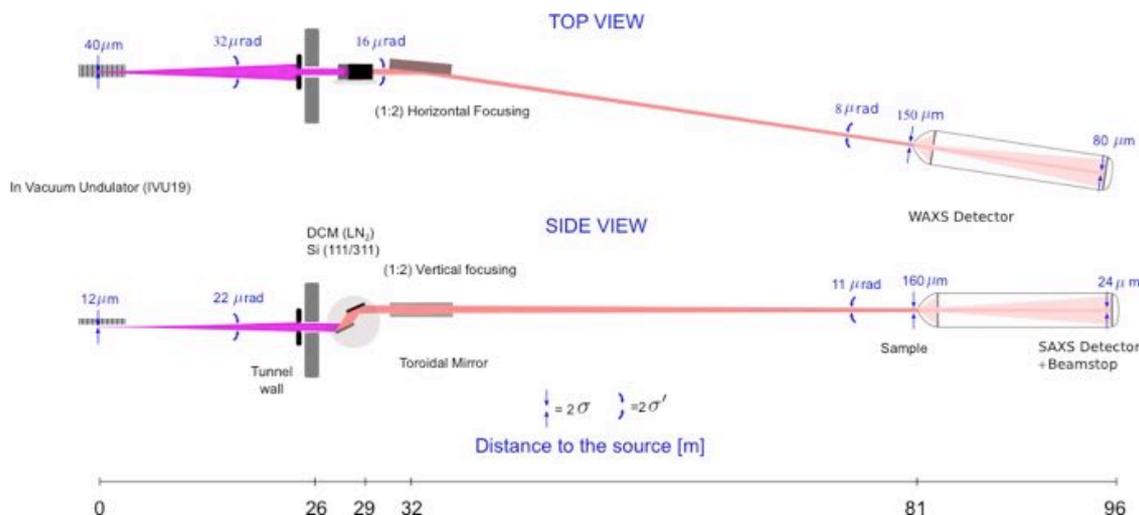


Figura 2. 76 – Novo layout óptico da linha Cateretê.

a certeza, uma das preocupações para a técnica de XPCS no mundo.

Além disso, embora entenda as limitações dos detectores atuais, ficou particularmente animado com a possibilidade de obter sinais de espalhamento

simultâneos em diferentes energias. O Dr. Sandy apontou que essa pode ser outro diferencial relacionado a linha que está sendo projetada. Dessa forma, essas discussões, tanto com o Dr. Miao quanto com Dr. Sandy, foram importantes para nortear o design final da linha e apontar os grandes desafios e pontos onde o Sirius será o líder na área de espalhamento coerente.

Linha Sapucaia

O ano de 2014 foi dedicado ao design conceitual da linha. Foram investigados os tópicos mais interessantes, bem como cientificamente e industrialmente apelativos onde a linha poderá, de forma construtiva, responder questões fundamentais relacionadas à saúde, energia e agricultura. Dessa forma, o time de cientistas da linha concordaram que a **Sapucaia** deverá cobrir a maior parte dos campos de pesquisa, desde física, química e biologia, além de aspectos industriais provendo informações sobre estrutura e dinâmica dos materiais, desde poucos Angstroms até estruturas em escala micrométrica.

Esta linha deverá ser capaz de atender a grande demanda da comunidade já existente no UVX, onde as linhas SAXS1 e SAXS2 estão em operação. Essa linha será automatizada, de forma a alocar o maior número de usuários por turno. Isso está alinhado com os desenvolvimentos já feitos no âmbito do Projeto Labweb, que está em operação na linha SAXS1.

Além disso, o trocador automático de amostras líquidas, bem como o cromatógrafo, em desenvolvimento na linha SAXS1, serão provavelmente realocados na linha Sapucaia, aumentando a capacidade de usuários e a qualidade dos dados. Esta linha de luz será construída com uma fonte de dipolo de 2 Tesla e será otimizada para espalhamento simultâneo de raios X a baixos e altos ângulos (SAXS/WAXS).

A linha Sapucaia deverá operar ente 4 e 24keV e irá se beneficiar de alto nível de automação para atingir o máximo de confiabilidade, reprodutibilidade e qualidade de dados com o intuito de obter alto rendimento aplicações científicas, industriais e comerciais. Além disso, uma abordagem única, singular e inovadora, combinando SAXS/WAXS e técnicas de espectroscopia (XANES, UV-vis e Raman) será desenvolvida para resolver processos e estruturas científicas fundamentais.

Dessa forma, a linha de luz Sapucaia deverá responder aos diversos questionamentos relacionados a ciências da vida (aplicações biológicas e médicas), biologia estrutural (proteínas, lipídios, macromoléculas) e um vasto campo de ciências dos materiais, incluindo nanotecnologia (energia, alimentos e saúde, fotônica), polímeros, catálise, reologia e ciências ambientais (geociências, petróleo, prospecção, catálise).

Linha Imbuia

A proposta de layout ótico da linha IR do Sirius, **Imbúia**, foi explorado ao longo de 2014, e é apresentado na Figura 2. 77.

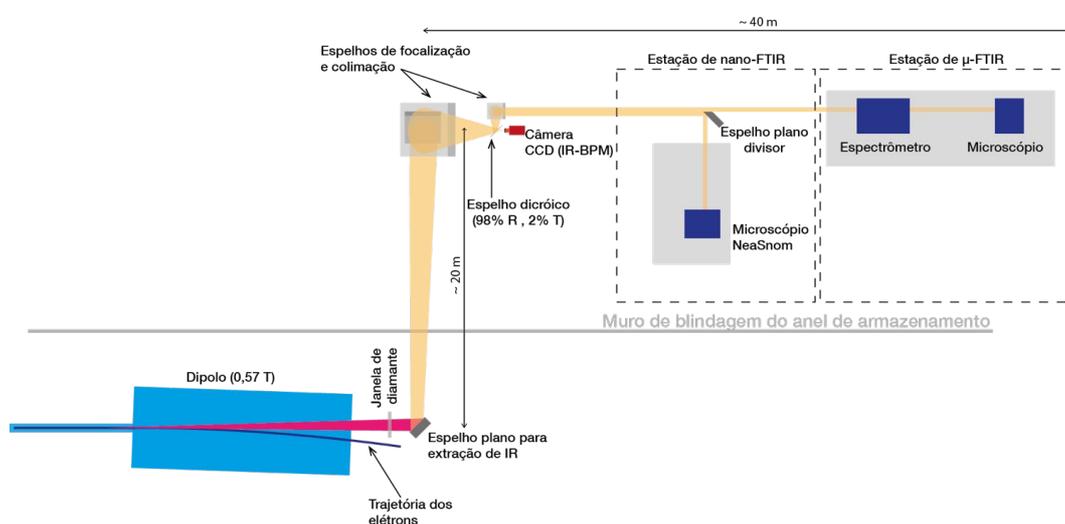


Figura 2. 77 – Layout da linha IMBÚIA com óptica primária e estações experimentais de μ -FTIR e nano-FTIR.

Um dos fatores mais importantes a serem definidos no projeto é a possibilidade de extração da radiação na faixa de mid-IR dos dipolos da nova máquina. Em geral, linhas de IR necessitam grandes aberturas comparadas as aberturas para extração de raios X. No caso do Sirius, onde os componentes de controle de órbita (quadrupolos, sextupolos e outros) estão muito próximos do dipolo, a extração de IR convencional se mostra inviável. Neste sentido, optou-se por se estudar a opção de coleta de IR em um dos trechos retos da nova máquina, o que seria uma linha puramente de radiação de borda de IR, ou em outras palavras, pretende-se coletar apenas a radiação gerada nas proximidades da direção do trecho reto.

A intensidade emitida na posição que será colocado um espelho para extração da radiação foi simulada, como ilustra a Figura 2. 78. A radiação de borda apresenta o perfil característico de interferência gerado pelas ondas criadas nos dois dipolos do trecho. Já a intensidade integrada da radiação, com comprimento de onda de 20 μm em uma janela de 15 x 15 mm^2 à 200 mm da saída do dipolo, é de $\sim 4 \times 10^{12}$ ph/s/0.1bw. Esse fluxo é similar à linha SIMS do laboratório Soleil-Paris, um dos melhores da atualidade.

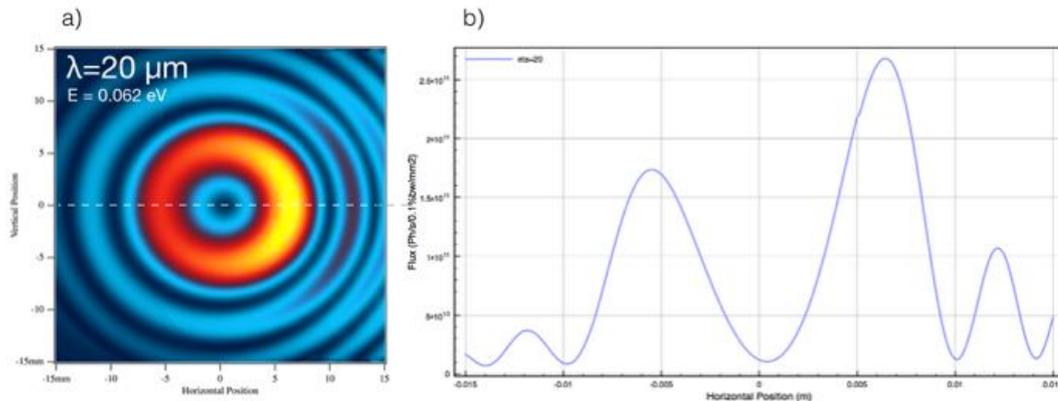


Figura 2. 78 – a) Janela de observação de intensidade de IR de 20 μm a 100 mm da saída do dipolo B1 e b) corte horizontal de perfil de intensidade.

Para a extração da radiação, se faz necessário posicionar o primeiro espelho na saída do dipolo, de preferência à ~ 200 mm da saída do dipolo B1. Para isso, é necessário abrir um rasgo no espelho para eliminar a carga térmica dos raios X. Esse espelho não pode ser refrigerado por motivos de vibração e, por isso, o rasgo é obrigatório. Esses cálculos serão utilizados agora para o projeto de uma câmara de dipolo especial para a linha **Imbúia**.

Linha Mogno

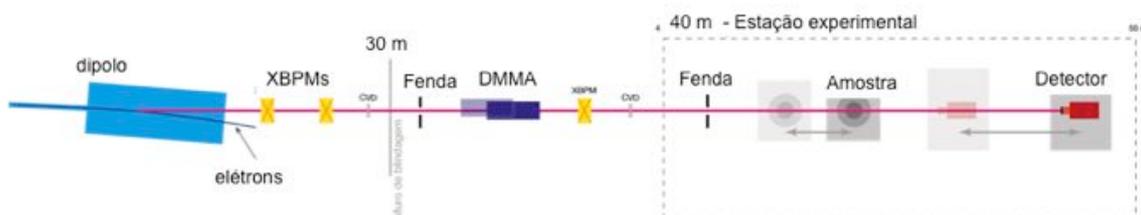


Figura 2. 79 – Layout óptico da linha Mogno.

O layout da óptica primária e estação experimental de $\mu\text{-CT}$ da **Mogno** está ilustrado na Figura 2. 79. A linha de tomografia com resolução micro e

nanométrica permitirá explorar as propriedades singulares do feixe de luz síncrotron, produzido nos *superbends*, para se obter imagens tridimensionais de materiais variados, de forma rápida, não invasiva, quantitativa e de alta resolução.

As grandes vantagens da tomografia de raios X luz síncrotron de alto brilho são melhor contraste de imagem e maior de resolução espacial e temporal. Mais ainda, é possível uma análise (de densidade) quantitativa e identificação de materiais bem distintos, já que o efeito de *beam hardening*, presente nos tomógrafos convencionais, é eliminado com a monocromaticidade do feixe.

A detecção de detalhes inferiores a 1 μm em amostras de tamanho milimétrico são de certa forma rotina, mesmo na linha IMX1 de tomografia do anel UVX. No entanto, os ganhos que teremos em energia (hoje limitada a 14keV na IMX1, mas que chegará a 45 keV na linha Mogno), fluxo na amostra (mais de mil vezes superior) e tamanho da fonte (quase cem vezes menor) levarão as análises por tomografia a um patamar mundialmente competitivo.

Essa tecnologia já é empregada em algumas linhas do UVX, e permite um ganho de fluxo de quase 100 vezes em relação aos monocromadores de cristais de Si. O monocromador será instalado como primeiro elemento ótico da linha, visando coletar cerca de 1-2 mrad de radiação na direção horizontal, que será colimada por uma curvatura sagital na segunda multicamada. A estação experimental (Figura 2. 79) será transladada ao longo da cabana experimental para controlar a iluminação vertical do feixe.

Vários detectores baseados em detecção direta, como o Medipix, ou detecção indireta, como CCDs, estarão disponíveis, cobrindo campos de visão desde 0.5 mm x 0.5 mm até 30 mm x 30 mm, para resoluções da ordem de 0.25 μm x 0.25 μm até 15 μm x 15 μm , respectivamente.

Com o tamanho extremamente pequeno da fonte do dipolo (25 μm x 10 μm , FWHM), além do contraste por absorção, os métodos de contraste de fase poderão ser amplamente empregados, com boa coerência da fonte.

Linha Ingá

No ano de 2014 diversas colaborações internacionais foram estabelecidas, visando o projeto de uma ou mais estações para experimentos de espalhamento inelástico de raios X (IXS), a serem construídos para a linha

Ingá. Essas estações devem ser planejadas de forma a abranger uma grande gama de experimentos na primeira fase, como baixa/média resolução em energia.

Com a colaboração do Swiss Light Source estamos desenvolvendo o projeto de um espectrômetro dispersivo de geometria tipo von Hamos. Esses espectrômetros têm uma grande vantagem em relação aos convencionais de varredura, por permitirem que a coleta de dados seja feita em um intervalo amplo de energias em uma só exposição. Além disso, eles são relativamente compactos, de fácil alinhamento e com poucas partes móveis. Por permitirem exposições mais rápidas, eles são particularmente adequados para amostras mais sensíveis ao feixe ou para experimentos com evolução temporal, como em catálise *in situ*. Um desenho esquemático deste arranjo é demonstrado na figura Figura 2. 80.

De forma a estudar as vantagens deste sistema e adquirir o *know-how* para sua fabricação, foi estabelecida uma colaboração com o grupo do SLS e SwissFEL, pioneiro neste tipo de espectrômetro compacto e eficiente. Espera-se que esses mesmos arranjos possam ser usados para espalhamento inelástico (IXS) com media/baixa resolução. Vale a pena mencionar que espectrômetros deste tipo estão sendo implementados no Linac Coherent Light Source (LCLS), e estão sendo planejados para o EuropeanFEL e o SwissFEL.



Figura 2. 80 – Desenho esquemático do espectrômetro de von Hamos, desenvolvido na linha SuperXAS do SLS.

Em uma segunda frente de desenvolvimento dos espectrômetros para a linha **Ingá**, estabeleceu-se também uma colaboração com o APS para o desenvolvimento de espectrômetros com analisadores de cristais curvados. Juntos, estamos trabalhando em uma proposta que maximize a eficiência de coleta de dados.

2.7.3. Infraestrutura e Obras

Terreno

Durante o ano de 2014 foi concluída a terraplenagem e a instalação do sistema de drenagem provisória no terreno. Como parte do cumprimento às Exigências Técnicas da Licença Prévia e de Instalação, obtida para preparação do terreno, foi elaborado e apresentado relatório fotográfico da obra de terraplenagem. Tal relatório foi aprovado sem contestação pela Secretaria do Verde, Meio Ambiente e Desenvolvimento Sustentável da Prefeitura Municipal de Campinas (PMC), certificado pela emissão da Licença de Operação (LO) da obra de terraplanagem.



Figura 2. 81 – Vista aérea do terreno do Sirius.

No segundo semestre do ano foi iniciado o levantamento geofísico do terreno, com realização de provas para mapeamento das suas características. Obtidos os primeiros resultados desta caracterização, aguardamos a construção de dois poços de sondagem para realização das provas de *down-hole*, onde se obterão as características geofísicas estratificadas em camadas.

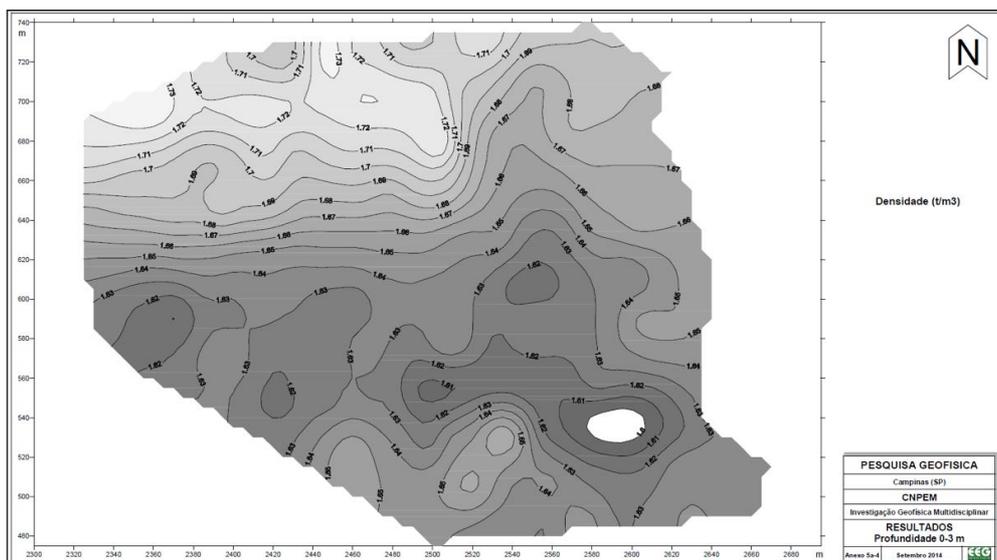


Figura 2. 82 – Mapeamento de densidade obtido da pesquisa geofísica.

Projeto Executivo

O Projeto Executivo das Edificações foi concluído, revisado e entregue às construtoras para orçamentação final. As construtoras participantes do processo de seleção refizeram e apresentaram seus orçamentos. Após equalização e avaliação das propostas técnicas e comerciais, a comissão de seleção interna, em parceria com a gerenciadora da obra, definiu uma ordem classificatória entre as construtoras, a saber: Racional Engenharia, Método e Construção.

A negociação comercial e técnica com a primeira classificada ocorreu nos meses de outubro e novembro, após as apresentações das três concorrentes ao Conselho de Administração do CNPEM, realizada no dia 28 de agosto, na sede do Grupo Ultra, com a presença do Presidente do Conselho de Administração, Pedro Wongtschowski, dos conselheiros Luiz Pogetti, Edmundo Aires, Rodrigo Portugal e Emílio Matsuo, do Diretor Geral *Pro Tempore*, Kleber Franchini, e do Diretor do LNLS, Antonio José Roque.

Em final de novembro, após discussões de cronograma físico financeiro para readequação do prazo de execução da obra, elaboração conjunta de minuta de contrato e acerto do preço global do empreendimento, foi aprovado e assinado o termo de compromisso que permitiu o início da mobilização da construtora, Racional Engenharia, para a implantação do canteiro e, em seguida, das obras. Em 19 de dezembro de 2014 deu-se a assinatura do contrato com a construtora, em uma cerimônia oficial, na qual foi também lançada a pedra fundamental da obra. O evento contou com a presença do então Ministro de Ciência, Tecnologia e Inovação, Clelio Campolina, além de autoridades das esferas municipal e estadual.

Licenças

Durante o segundo semestre de 2014, após elaboração e protocolamento junto aos órgãos públicos de Relatório Ambiental Integrado e Projeto Legal, obteve-se as seguintes licenças, aprovações e dispensas:

- Dispensa de Autorização para implantação de Usina de Concreto Temporária (CETESB);
- Licença Prévia para Implantação do Sirius (PMC);

- Aprovação de Projeto Legal (PMC);
- Licença de Instalação para Implantação do Sírius (PMC);
- Alvará para realização de obra (SEMURB/PMC);
- Parecer técnico favorável sobre o sistema viário do entorno do empreendimento Sírius (EMDEC/PMC);
- Parecer favorável do CONDEMA (Sociedade Civil/PMC);
- Aprovação do projeto de lançamento de águas pluviais no sistema público de drenagem (SEIFRA/PMC);
- Certidão de uso e ocupação do solo (SEMURB/PMC);
- Estudo técnico sobre rede de água e esgoto (SANASA).

Ainda com relação a licenças, foram realizadas as duas manutenções semestrais e entregues à Secretaria do Verde da PMC os correspondentes relatórios de acompanhamento do Projeto de Compensação Ambiental, conforme requerido em Termo de Compromisso Ambiental, firmado em 2013, para supressão de vegetação no terreno.

2.7.4. Gestão

Durante o ano de 2014 as equipes de Engenharia, Aceleradores e a Divisão Científica do LNLS dedicaram uma fração substancial de tempo para o Projeto Sírius. O sucesso do projeto requer um rigoroso planejamento e acompanhamento de diferentes áreas de conhecimento de gerenciamento de projetos, cujas atividades serão detalhadas a seguir.

Gerenciamento do Escopo

A evolução técnica do projeto Sírius fez com que ele fosse definido segundo o seguinte escopo:

- 1) Projeto, construção e comissionamento da fonte de luz Síncrotron, composta por um acelerador linear (Linac), anel intermediário (booster), linhas de transporte de elétrons e pelo anel de armazenamento de

elétrons, com as seguintes características: energia de 3 GeV; emitância de 0,28 nm.rad; corrente de 350 mA.

- 2) Projeto, construção e comissionamento de 13 linhas de luz, incluindo suas respectivas estações experimentais.
- 3) Projeto, construção e comissionamento das obras civis, apropriadas ao funcionamento da fonte de luz Síncrotron e das suas linhas de luz/estações experimentais.

Sirius está sendo projetado e construído para abrigar não somente as primeiras 13 linhas de luz, mas para comportar até 40 linhas, tendo em vista um planejamento de longo prazo para a vida útil do equipamento. No entanto, o orçamento, cronograma e os detalhamentos técnicos apresentados neste documento referem-se às 13 linhas iniciais descritas no escopo.

Desta forma, a execução do projeto se desdobra em três áreas distintas: obras civis e infraestrutura, fonte de luz síncrotron e linhas de luz/estações experimentais. Essas três áreas podem ser observadas na Estrutura Analítica do Projeto, apresentada na figura Figura 2. 83.

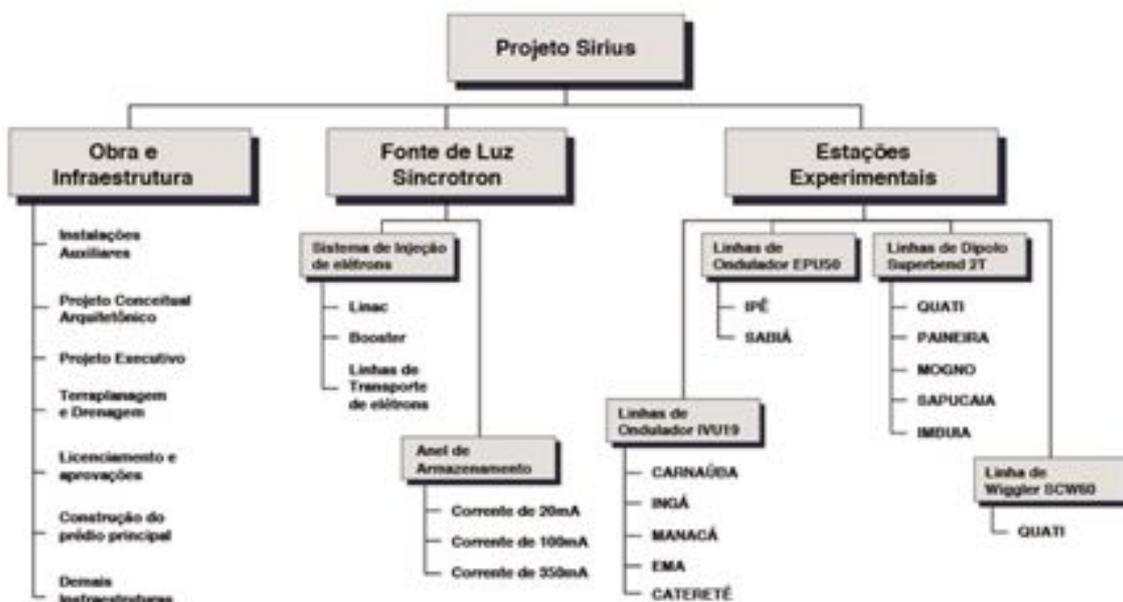


Figura 2. 83 – Estrutura Analítica do Projeto Sirius

Gerenciamento de Tempo

O planejamento do Projeto Sirius considera o início da construção do prédio no último trimestre de 2014. A obra terá duas grandes entregas: em setembro de 2017 o prédio será liberado para a instalação e montagem da fonte de luz Síncrotron e, em março de 2018, a obra será concluída.

O processo de instalação dos inúmeros componentes que formarão a fonte de luz síncrotron começará pelo acelerador linear (Linac), seguido da instalação do anel intermediário (booster) e do anel de armazenamento de elétrons.

Em setembro de 2018, a corrente da máquina será de 20 mA, a qual será aumentada para 100 mA até março de 2019. Até outubro de 2020, a corrente da máquina chegará 350 mA.

O projeto para construção das linhas de luz/estações experimentais em 2014 encontra-se em fase de desenvolvimento técnico e prototipagem das primeiras 13 linhas previstas para serem instaladas no Sirius. No final de 2019 serão entregues as primeiras cinco linhas de luz baseadas em IVU19. E, ao final de 2020, serão entregues as oito linhas de luz dos grupos de EPU50, Dipolo Superbend 2T e Wiggler SCW60.



Figura 2. 84 – Cronograma do projeto Sirius.

Gerenciamento de Custos

A partir do escopo e da estrutura analítica do projeto Sirius, foram definidas e sequenciadas as atividades com estimativas de recurso (humanos, financeiros e materiais). Como resultado, o orçamento estimado para o projeto Sirius é de R\$ 1,3 bilhões. A tabela a seguir apresenta esse orçamento distribuído entre fonte de luz síncrotron, linhas de luz, obras civis, recursos humanos e gestão e infraestrutura.

Orçamento (1000 R\$)	
Obras Civis	670
Fonte de Luz Síncrotron	228
Linhas de Luz	220
Gestão e Infraestrutura	94
Recursos Humanos	88
TOTAL	1.300

Tabela 2. 6 – Orçamento estimado para o projeto Sirius

A definição do cronograma de execução do projeto passa por uma criteriosa avaliação técnica do tempo necessário para a execução das diferentes atividades, bem como por uma estimativa de fluxo de caixa anual. Levando em conta esses dois fatores, a proposta apresentada a seguir considera a finalização do projeto Sirius dentro do escopo definido em 2020. É importante salientar que, do ponto de vista técnico, é possível reduzir esse tempo, o que implicaria em um fluxo de caixa mais agressivo.

A estimativa de orçamento do projeto Sirius distribuído no período entre 2012 e 2020 é a seguinte:

Orçamento do Projeto Sirius (em milhões de R\$)	2012	2013	2014	2015	2016	2017	2018	2019	2020	TOTAL
Obra	2	10	76	159	206	207	9	0	0	670
Estações Experimentais	4	1	8	26	21	52	68	34	4	220
Fonte de Luz Síncrotron	1	7	23	94	70	29	0	4	0	228
Gestão e Infraestrutura	4	6	13	15	6	10	13	14	12	94
Recursos Humanos	1	4	12	10	11	13	14	16	8	88
Total Anual	13	29	132	304	315	310	104	69	24	1,300

Tabela 2. 7 – Estimativa de orçamento do Projeto Sirius distribuída entre 2012 e 2020.

Gerenciamento de Qualidade

Sob o tema de gerenciamento de qualidade, a principal ferramenta é o relatório de desempenho do projeto, o MBO (*Managing by Objectives*), no qual são apresentados trimestralmente para a equipe o controle e monitoramento dos quatro indicadores de performance desse projeto: andamento físico do projeto, gastos do projeto, contratações de recursos humanos e percentual de compras nacionais. Para cada um deles há planos de ação associados para cumprimento das metas estabelecidas.

O acompanhamento do avanço físico do projeto é feito por meio do indicador relacionado, como mostrado pela figura Figura 2. 85, onde é possível observar o atendimento ao cronograma de cada entregável em nível macro.

Já a Figura 2. 86 mostra o atendimento global ao cronograma. Dois fatos merecem comentários. Iniciamos a medição do avanço físico do projeto em junho de 2014, quando foi concluída a implantação da ferramenta de gerenciamento de projetos no Sirius. Outra questão a respeito do percentual realizado é que o valor está acima do previsto em função de adiantamentos em alguns dos subprojetos.

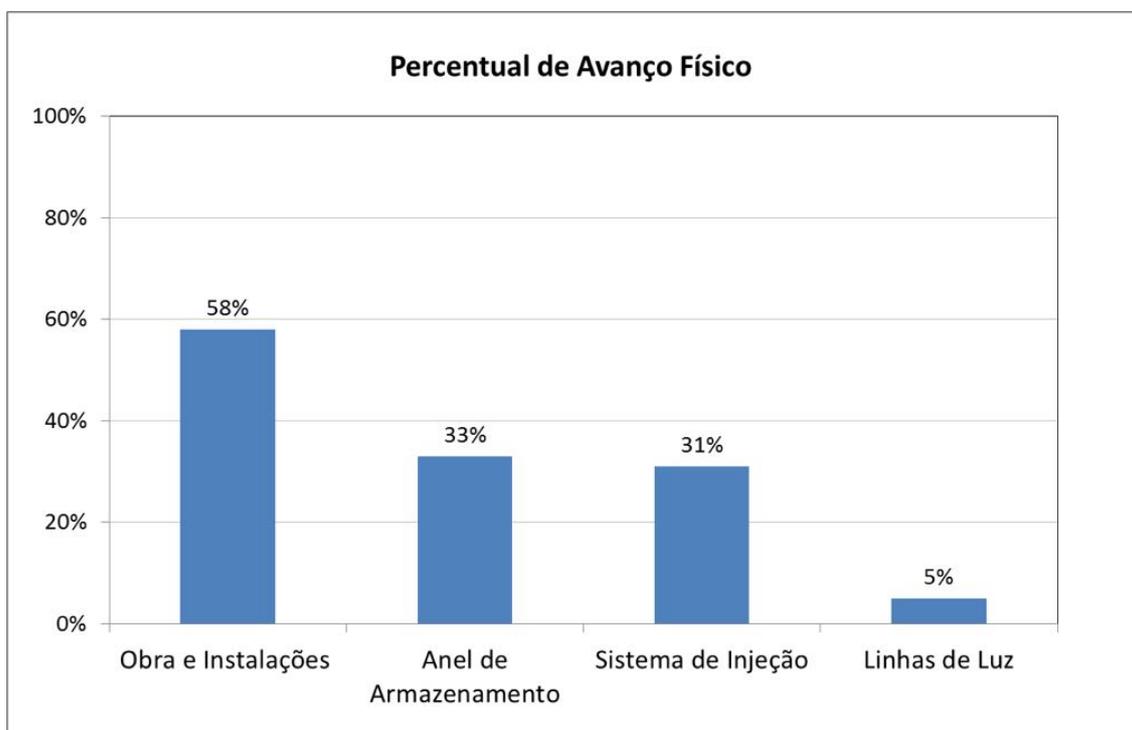


Figura 2. 85 – Percentual de Avanço Físico por entregável.

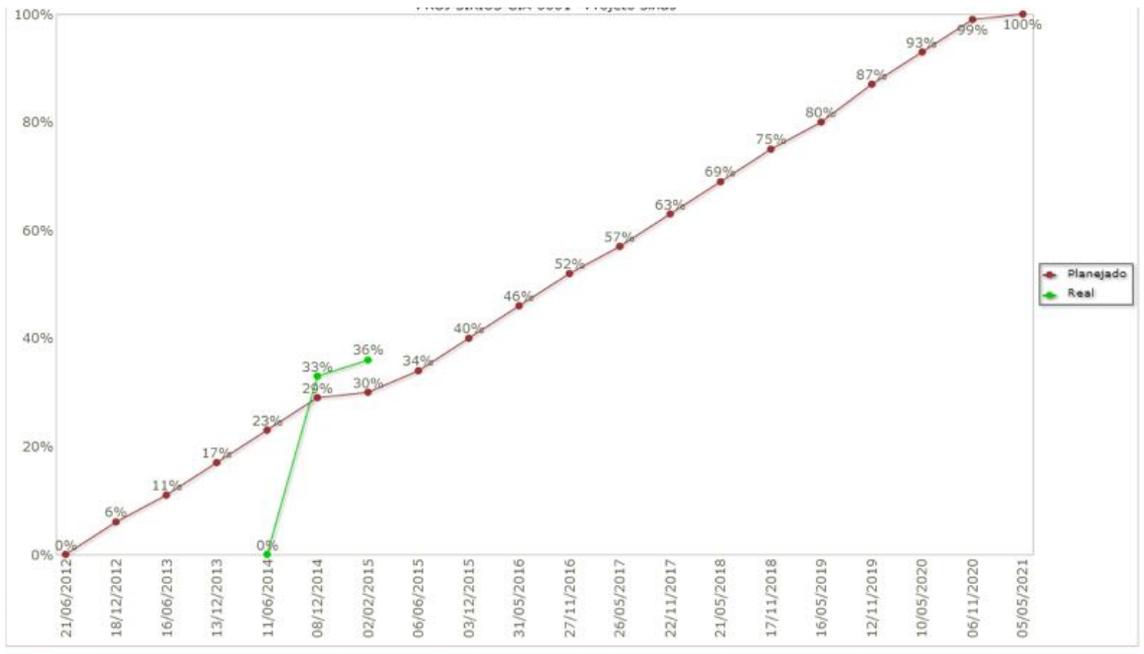


Figura 2. 86 – Avanço físico do projeto Sirius planejado e real.

Para o acompanhamento do custo do projeto, o indicador de gastos do projeto mostra a evolução dos recursos financeiros empenhados. Observando o gráfico (em recorte para melhor visualização), o projeto já empenhou, até o final de 2014, 91 milhões de reais.

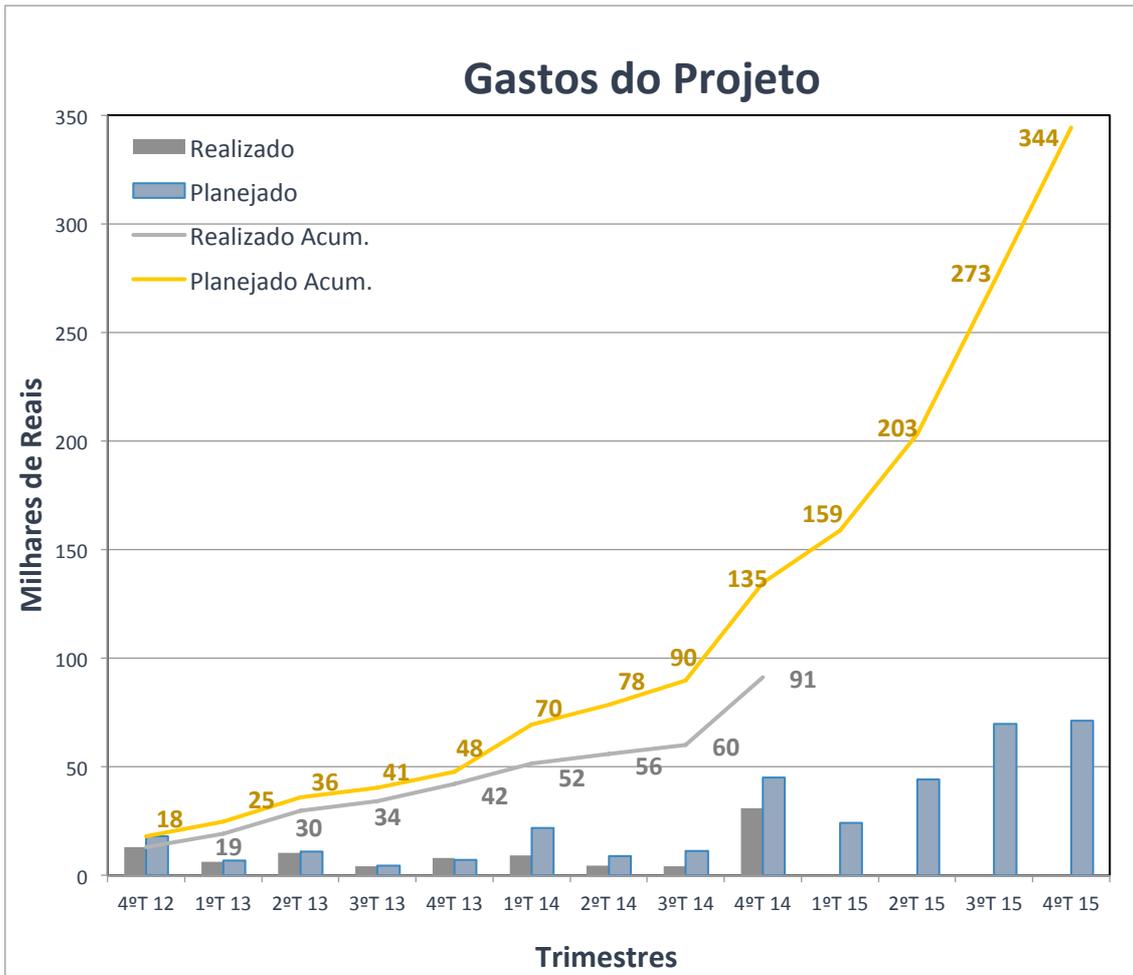


Tabela 2. 8 – Recorte do gráfico de evolução do indicador de Gastos do Projeto.

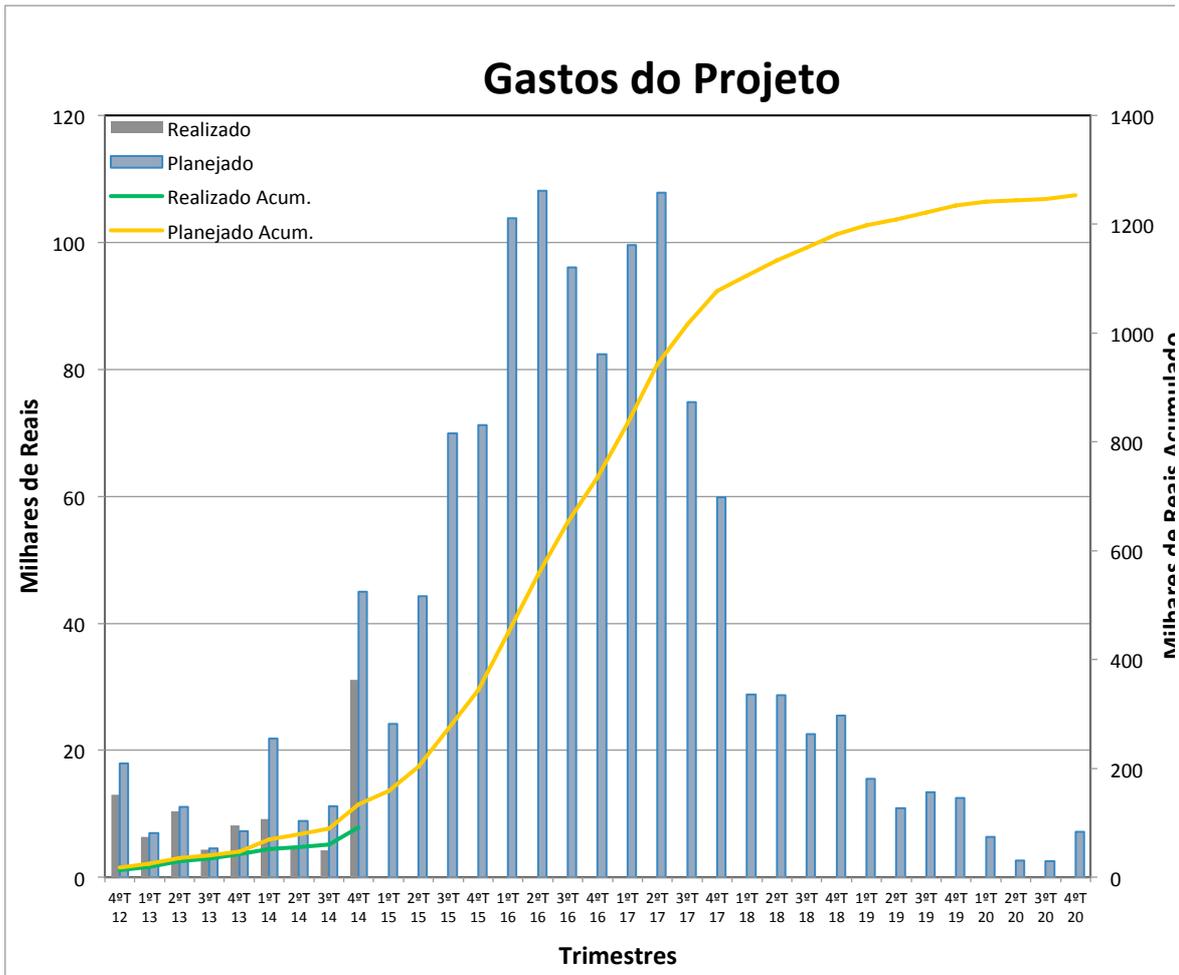


Tabela 2. 9 – Gráfico completo de evolução do indicador de Gastos do Projeto.

O indicador de contratações de recursos humanos para o projeto é mostrado na Figura 2. 87.

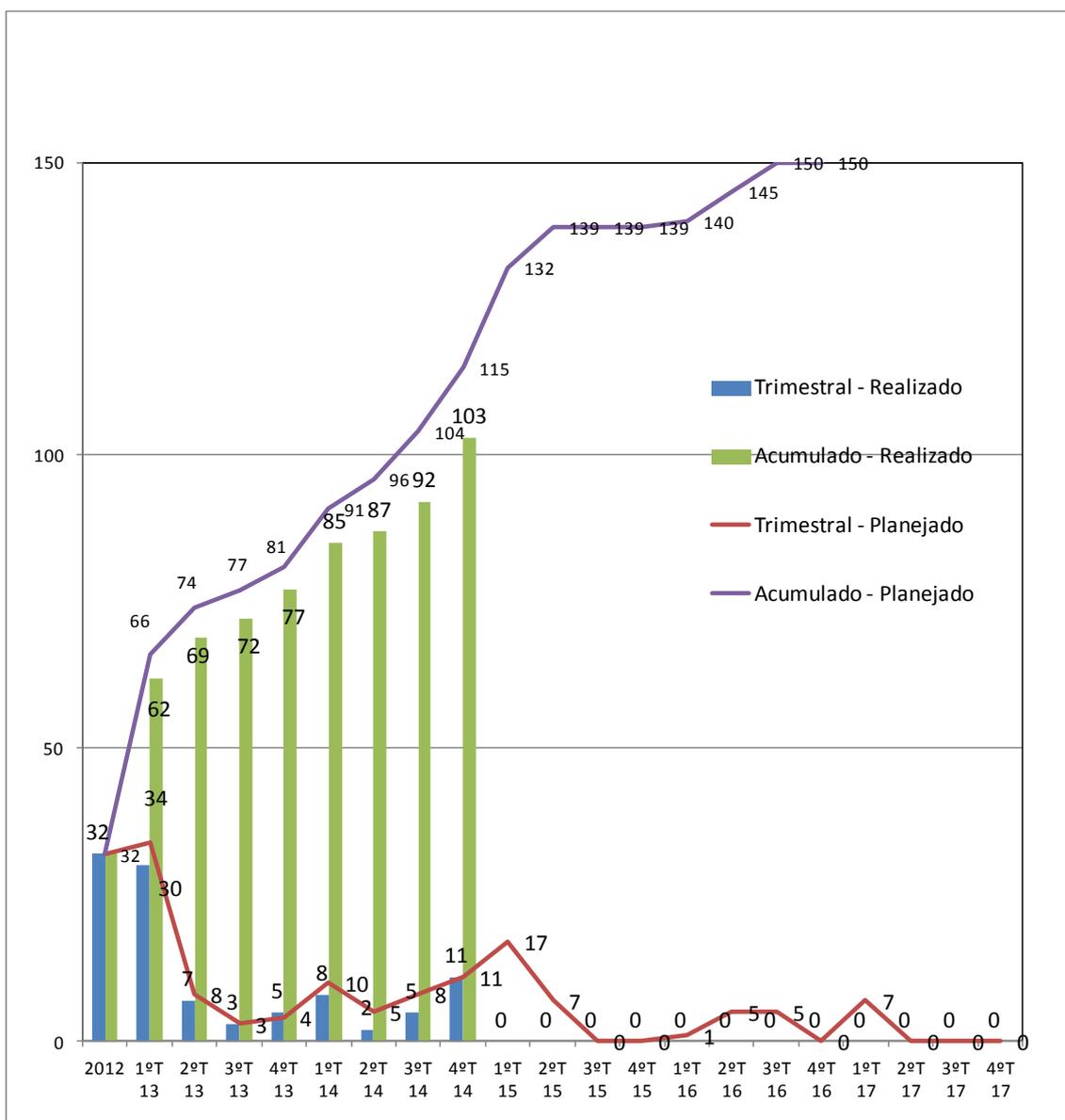


Figura 2. 87 – Evolução do indicador de Contratações.

Para o indicador de compras nacionais, a meta é realizar pelo menos 65% das compras na indústria brasileira.

Gerenciamento de Recursos Humanos

Para definir a necessidade de recursos humanos dedicados e garantir a execução bem-sucedida do projeto Sirius, de acordo com o cronograma proposto, foi realizada uma análise detalhada de dimensionamento e carga de trabalho de cada grupo.

A Tabela 2. 10 apresenta um exemplo de análise realizada com uma das áreas técnicas, relativa a uma atividade que deve ocorrer entre 2013 e 2015. Análises

semelhantes foram realizadas com cada líder de grupo e aprovadas pelos coordenadores e gestores.

O objetivo dessas análises é subsidiar o gerenciamento de recursos humanos, a fim de garantir que uma determinada área não se torne gargalo no projeto, sendo, inclusive, parte das análises de risco do projeto. Dessa forma, a evolução do quadro de pessoal do LNLS para executar o projeto Sirius é apresentada na figura Figura 2. 88.

O cumprimento das metas de contratação é um item fundamental para o sucesso do projeto. Os desafios são grandes, pois exigem um volume significativo de recrutamento de profissionais qualificados, em um curto espaço de tempo.

	maio-13	junho-13	julho-13	agosto-13	setembro-14	outubro-13	novembro-13	dezembro-13	janeiro-14	fevereiro-14	março-14	abril-14	maio-14	junho-14	julho-14	agosto-14	setembro-14	outubro-14	novembro-14	dezembro-14	janeiro-15	fevereiro-15	março-15	abril-15	maio-15	junho-15	
Dias por mês	20	20	21	22	21	24	19	14	21	20	18	20	20	19	22	21	22	23	19	13	20	17	22	16	20	20	
Perfil																											
Líder	100	66	38	112	25	135	109	142	146	125	92	98	162	102	32	16	44	30	8	8	8	7	9	8	8	8	
Engenheiro 1	120	127	94	134	129	131	101			13	115	128			13	134	141	147	122	122	134	109	141	122	32		
Técnico 1	45	74	96	62	115	50				44	72	72					8	92	60	12	84	68	88	76	80	80	
Engenheiro 2	104	140	166	142	131	138	115			13	115	128	96		3	48	141	147	122	122	134	109	141	122	80		
Técnico 2	138	27	168	53	103	116	23	82	86	72	101	61	80	54	9	8	57	101	78	76	84	68	88	76	80	32	
Técnico 3	58	8	13	104	63	136	114	46	58	47	58	88	111	72	40	46	88	60	15	15	17	38	102	84	60	36	
Técnico 4	82	115	88	32		113	97	82	149	43	31	32	56	74	29	8	9	9	8	21	34	13					
horas planejadas TOTAL	647	557	663	639	567	819	559	352	439	357	584	606	506	303	127	261	487	587	412	375	496	411	569	486	340	156	
nº de pessoas necessárias TOTAL	4.0	3.5	3.9	3.6	3.4	4.3	3.7	3.1	2.6	2.2	4.1	3.8	3.2	2.0	0.7	1.6	2.8	3.2	2.7	3.6	3.1	3.0	3.2	3.8	2.1	1.0	
Horas planejadas Técnicos	323	224	365	251	282	415	234	210	293	206	262	253	247	201	78	62	162	262	161	124	218	186	278	236	220	148	
nº de Técnicos Necessários	2.0	1.4	2.2	1.4	1.7	2.2	1.5	1.9	1.7	1.3	1.8	1.6	1.5	1.3	0.4	0.4	0.9	1.4	1.1	1.2	1.4	1.4	1.6	1.8	1.4	0.9	
Horas planejadas Engenheiros	324	333	298	388	286	404	325	142	146	150	322	354	258	102	48	199	326	324	251	251	277	224	290	251	120	8	
nº de Engenheiros Necessários	2.0	2.1	1.8	2.2	1.7	2.1	2.1	1.3	0.9	0.9	2.2	2.2	1.6	0.7	0.3	1.2	1.9	1.8	1.7	2.4	1.7	1.7	1.7	2.0	0.8	0.1	

Tabela 2. 10 – Exemplo de análise para dimensionamento de recursos humanos do Projeto Sirius.

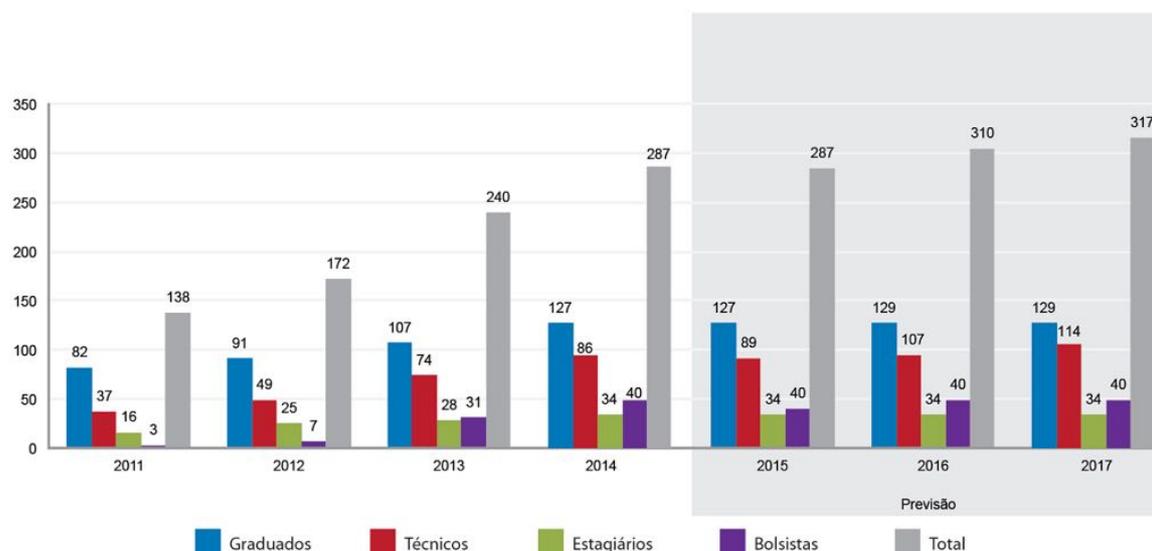


Figura 2. 88 – Gráfico de evolução do quadro de pessoal necessário ao Projeto Sirius.

Para garantir o atendimento das metas de contratação, foi feito o mapeamento das etapas do processo de recrutamento e seleção, com ações específicas para redução, quando possível, dos prazos de cada etapa. Há, ainda, reuniões regulares entre a equipe de gestão do projeto Sirius e a área de recursos humanos do CNPEM, a fim de manter o acompanhamento de cada vaga e garantir o cumprimento de prazos.

Gerenciamento de Comunicações

O plano de comunicação do Sirius é baseado em três reuniões periódicas principais: reunião semanal com a Diretoria para decisões de assuntos estratégicos, reuniões específicas de cada subprojeto para revisão do andamento das atividades do grupo e reunião mensal de alinhamento com toda a equipe técnica do Projeto Sirius

O controle integrado das mudanças do projeto completa o plano de comunicação, garantindo que toda a equipe receba a comunicação das mudanças aprovadas no projeto, juntamente com os grupos de e-mails

Gerenciamento de Riscos

O plano de gerenciamento de riscos do projeto Sirius é baseado nas seguintes ações: identificação dos riscos potenciais, análise de cada risco, planejamento da resposta ao risco e monitoramento das ações e riscos.

Periodicamente são realizadas análises dos riscos globais do projeto, dos riscos do projeto de construção das edificações e do projeto de construção da máquina. Essas três análises de riscos podem ser observadas na Figura 2. 89. Os riscos e plano de contingenciamento são discutidos semanalmente nas reuniões com a Diretoria do LNLS e do Projeto Sirius.

Descrição dos Riscos	Impacto	Probabilidade	Prioridade	Resposta da mitigação ou contingência	Resp.	Status
Recursos Financeiros necessários para manter o Fluxo de caixa	alto	alto	alto	Envolvimento e articulação da alta direção junto aos órgãos financiadores	José Roque	em andamento
Gargalos das empresas de construção civil (copa,olimpíadas,etc)	medio	medio	medio			
Gestão dos recursos da Operação do anel atual vs Projeto Sirius	medio	alto	medio	Dimensionamento da equipe baseado em análise de cronograma	Roberta Gomes	em andamento
Captação de Talentos - Recursos Humanos Especializado	medio	medio	medio	Plano de Gerenciamento de Recursos Humanos	Roberta Gomes	OK
Desenvolvimento de fornecedores de subsistemas	medio	medio	medio	Contratação de um recurso para desenvolvimento de fornecedores	José Roque	OK
Mudança de Ministro ou Secretário Executivo no MCTI	alto	alto	alto	1. Garantir a manutenção dos canais de comunicação com o Ministério 2. Renegociar o projeto	José Roque	em andamento
Atrasos no Cronograma	medio	alto	alto	Acompanhamento periódico do cronograma junto a equipe	Roberta Gomes	em andamento

Figura 2. 89 – Gerenciamento Global de Riscos.

Além disso, como o Sirius demanda produtos de alta tecnologia, o desenvolvimento de fornecedores na indústria brasileira é considerado um risco, de modo que é realizada uma análise de risco específica para esse desenvolvimento. Para isso, é utilizada a metodologia da ferramenta FMEA (*Failure Mode and Effects Analysis*).

A análise de risco foi realizada para 73 produtos. Para cada produto, a equipe pontuou a severidade, a ocorrência e a detecção de falhas no processo de desenvolvimento desse produto na indústria brasileira. Com isso, identificamos quais produtos devemos desenvolver na indústria brasileira e quais produtos devemos manter o processo de importação.

Gerenciamento de Aquisições e Contratos

Todas as aquisições de materiais, equipamentos e contratação de serviços, incluindo a qualificação e seleção de empreiteiras para construção do prédio do Sirius, está sob a responsabilidade da equipe própria de suprimentos do Projeto Sirius. Com uma equipe dedicada foi possível atender os requisitos técnicos, de prazos e custos que o Sirius demanda, em razão da sua grandeza,

sem a geração de transtornos desnecessários para a operação regular do CNPEM.

Para se ter ideia dos trabalhos conjuntos realizados pela equipe de gestão do projeto Sirius, podemos mencionar o processo de seleção das empreiteiras, durou quase 12 meses de interação com 13 empresas do segmento da construção civil.

Durante esse período a equipe administrativa e técnica do Projeto Sirius, assessorada pela empresa de gerenciamento, Engecorps, avaliou e respondeu a inúmeros questionamentos de ordem técnica do projeto executivo, analisou proposta técnica de engenharia de valor para construção do Sirius, atendeu as consultas técnicas dos potenciais fornecedores de subsistemas (elétrico, rede, instalações hidráulicas, dados, coberturas, estrutura, entre outras), além de realizar os trabalhos de equalização das propostas comerciais, incluindo análise dos valores unitários propostos por item de despesa.

A equipe de suprimentos atendeu plenamente todas as demandas de aquisições nacional e internacional no prazo e na qualidade requerida para o projeto. Na busca permanente de atender os prazos exíguos do projeto, de fazer o controle diário de orçamento e de definir as prioridades das macro-áreas do projeto, as aprovações de despesas são realizadas por procuradores do CNPEM, constituídos especialmente para agilizar o processo de decisão e aprovação das aquisições e contratação do Sirius.

Diante da experiência bem-sucedida da equipe dedicada em suprimentos e da descentralização da aprovação de despesas do projeto, dos ganhos de interação com a equipe técnica do Sirius e da necessidade de alterar o sistema de gestão do CNPEM para possibilitar faturamento direto de materiais durante a execução da obra, com o objetivo de diminuir custos, surge a ideia de criar uma filial do CNPEM.

O volume de recursos financeiros do projeto Sirius impõe desafios permanentes para gestão, e a experiência tem demonstrado que a decisão foi acertada em prover uma equipe focada para o Sirius, principalmente para responder aos desafios e necessidades não identificados inicialmente.

Em reunião extraordinária, específica para a filial Sirius, realizada no dia 4 de dezembro, o Conselho de Administração aprovou a estrutura administrativa e

os poderes da filial Sirius. Adicionalmente, haverá designação formal do diretor da filial, que será responsável por suas atividades.

Gerenciamento de Integração

O Sirius será uma complexa infraestrutura de pesquisa, o que exige sofisticados desenvolvimentos de física e engenharia, tanto para o planejamento conceitual de seus componentes, quanto para a sua produção. O conjunto das inúmeras atividades a serem desenvolvidas por uma equipe técnica altamente especializada requer, portanto, planejamento e coordenação estruturados em uma gestão adequada.

O planejamento das instalações do prédio e montagens relativas a máquina e linhas de luz são parte importante das atividades de gestão e envolvem toda a equipe. Foram iniciados os trabalhos de planejamento da montagem criando uma estrutura analítica de projeto. A Figura 2. 90 mostra o início do planejamento, concentrado no detalhamento dos trabalhos relativos ao túnel onde ficará instalado o acelerador circular.

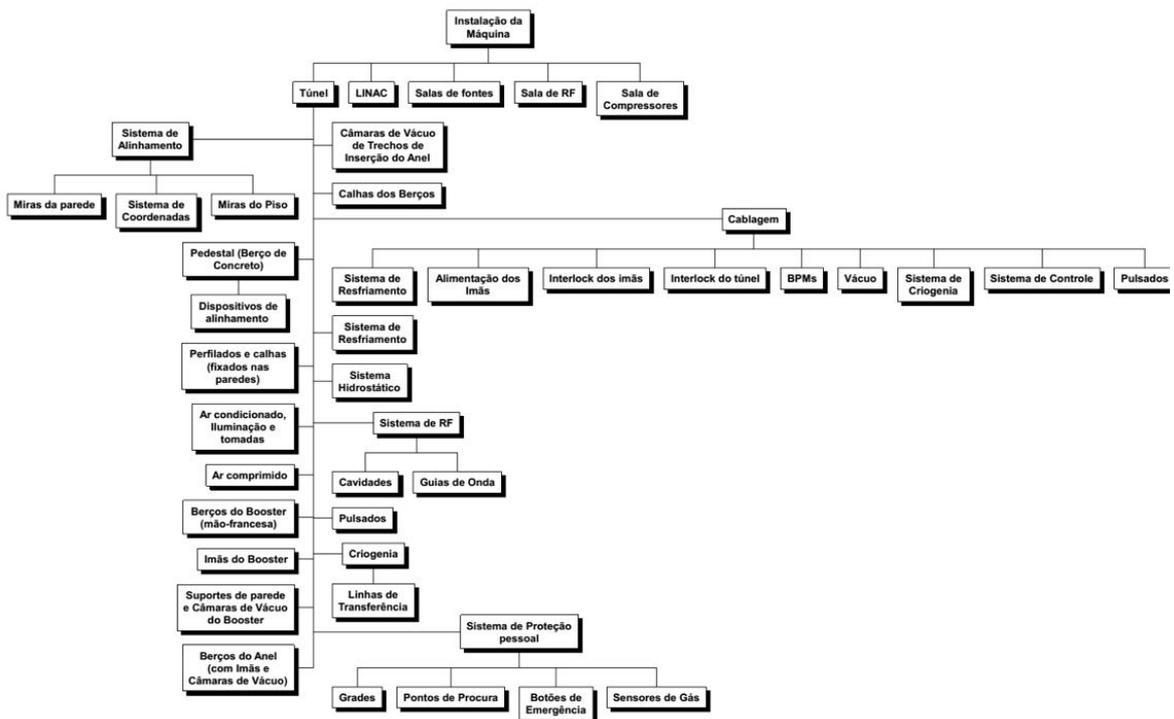


Figura 2. 90 – Estrutura Analítica inicial para a montagem dos aceleradores.

Este trabalho tem sido executado com participação da equipe técnica, que fornece informações a respeito de processos, prazos e complexidade dos sistemas e equipamentos. Adicionalmente, são realizadas interações entre laboratórios que tenham desafios semelhantes, como o caso do MAX IV, na Suécia, que passa pelo início de sua instalação. Uma equipe do LNLS foi enviada para interação e troca de conhecimentos a respeito dessa e de outras fases da gestão do projeto.

Durante todos esses processos, há interação entre as equipes técnicas, responsáveis pelo projeto dos diferentes subsistemas – vácuo, ímãs, diagnóstico, controle, injeção, posicionamento, etc. –, em busca de soluções possíveis e integradas, que permitam atender os exigentes parâmetros de fabricação e operação. Simultaneamente, ocorrem também os projetos das linhas de luz e das obras civis, e os desenvolvimentos de todos esses projetos precisam ser inter-relacionados.

Sob a mesma premissa de gerenciamento integrado do projeto, e também para melhorar a integração das áreas e equipes, em 2014 foi implantada a ferramenta de gestão da SESuite da Softexpert. As funcionalidades dessa ferramenta são:

- Gerenciamento do projeto Sirius e demais projetos do LNLS;
- Controle das atividades isoladas do laboratório; e
- Gestão de mudanças de projeto.

Além do gerenciamento de tempo, a ferramenta permite a integração de todos os projetos e atividades isoladas do laboratório. As maiores vantagens dessa implantação são:

- Visualização da última versão dos projetos e seu andamento pode ser feita por toda a equipe;
- Gerenciamento visual de agenda dos recursos, alimentada por todos os projetos e atividades isoladas do LNLS;
- Visualização da ocupação do recurso antes da alocação de atividades;
- Fácil visualização de atrasos de atividades e projetos; e
- Aviso de pendências e atrasos por e-mail.

Especialmente no segundo semestre, houve um esforço para a migração dos cronogramas em formato MS Project para a nova ferramenta, tornando-os integrados e permitindo uma visão integrada do andamento do projeto e das relações entre atividades dependentes. O maior ganho dessa integração é o fluxo de informações facilitado a respeito de atividades, seus responsáveis, datas de entrega, andamentos de atividades e demais informações que, agregadas, compõem automaticamente relatórios abrangentes sobre o projeto.

3. Laboratório Nacional de Biociências

3.1 O LNBio em 2014

O LNBio tem progredido na consolidação de um ambiente onde ciência, tecnologia e capacitação de recursos humanos se complementam para atender as crescentes demandas da sociedade brasileira por conhecimento científico e inovação tecnológica em biotecnologias lato sensu.

O Relatório de Atividades do LNBio 2014 busca expor as ações nos 4 eixos estratégicos do CNPEM. Apresenta os fatos mais importantes do ano e abrange todos os aspectos das atividades: o atendimento aos usuários externos, as atividades de pesquisa interna, o apoio à inovação tecnológica, o treinamento de pessoal e as melhorias em infraestrutura e operação em suas Instalações Laboratoriais.

A expansão física do LNBio ocorreu por meio da incorporação de nova área de 439 m² no térreo do Prédio Amarelo e sua reconfiguração para uso como laboratório de pesquisa. A área foi habilitada para uso em fevereiro e representa um crescimento de cerca de 20% na área total de laboratórios do LNBio. O novo laboratório foi organizado de acordo com tendências observadas em laboratórios com alto nível de excelência e produtividade, visando à otimização da ocupação dos espaços e do compartilhamento de equipamentos entre os grupos de pesquisa.

Com a finalização da reforma, foram iniciadas obras de readequação dos laboratórios para acomodar o novo “Centro de Descoberta e Desenvolvimento de Fármacos” que incorporará o Laboratório de Bioensaios, o Laboratório de Química e Produtos Naturais, a Biblioteca de Compostos Químicos e o Laboratório de Linhagens e Banco de Células, com conclusão prevista para 2015.

Em relação ao atendimento de usuários externos, o LNBio realizou 259 propostas de pesquisa nas Instalações Abertas com a utilização de mais de 21 mil horas de equipamentos, e beneficiou 298 pesquisadores de 36 Instituições

de Ensino e Pesquisa sediadas em nove estados brasileiros, o que consolida o LNBio como um laboratório nacional aberto e multiusuário.

Já em pesquisa, foram produzidos 53 artigos científicos publicados em revistas de médio e alto impacto das áreas de ciências biológicas e biomédicas, e elucidadas 53 novas estruturas cristalográficas de proteínas, depositadas no PDB (Protein Data Bank). As Instalações abertas do LNBio contribuíram com mais de 9.000 horas de uso equipamento dedicados à realização de pesquisa científica interna, com destaque ao atendimento também de propostas do CTBE, do LNLS e do LNNano, correspondendo 18 propostas e cerca de 800 horas de equipamentos.

No âmbito de cooperações internacionais, foi firmada a parceria com a Universidade de Nottingham, CAPES e UNICAMP, com o objetivo de desenvolver projeto e incrementar as competências em química medicinal e descoberta de fármacos no LNBio. Além disso, estão em andamento as atividades relativas à cooperação do LNBio no âmbito do programa FP7 (Seventh Framework Program), e também com o DNDi (Drugs for Neglected Diseases Initiative), com foco em pesquisas para novos fármacos para doenças negligenciadas.

As atividades de apoio à Inovação tiveram crescimento expressivo, abrangendo projetos de pesquisa em cooperação com a indústria e serviços tecnológicos especializados. Foram firmadas parcerias com a empresa ColOff, para o desenvolvimento de kit diagnóstico para diarreia, e Brasil Kirin, para o desenvolvimento de novos biocatalisadores para produção de bebidas em parceria com a EMBRAPA. Teve início o projeto Human on a chip, que integra o portfólio de projetos da RENAMA e tem o objetivo de estabelecer no LNBio uma plataforma para o cultivo de tecidos humanos para testes farmacológicos, em substituição ao uso de animais, com recursos da ordem de R\$ 1 milhão concedidos pelo CNPq. Além disso, foram realizadas prestações de serviços tecnológicos especializados para as empresas Cristália, Eurofarma e Natura.

O principal destaque é o projeto de cooperação com empresa Recepta Biopharma, com ênfase na instalação e operação de uma unidade para a produção de linhagens celulares produtores de anticorpos monoclonais e

também um banco de armazenamento de linhagens celulares. Um novo aporte de R\$ 5 milhões foi aprovado pelo MCTI para a realização deste projeto. A entrada em operação desta unidade representará um grande avanço tecnológico, habilitando o país a produzir insumos fundamentais que possibilitarão o desenvolvimento da indústria farmacêutica nacional.

Em treinamento e educação destacou-se a variedade de atividades que abrangeram desde eventos científicos, cursos de capacitação, seminários semanais, treinamento técnico, orientação e treinamento de alunos de pós-graduação e de pós-doutorado. Somadas todas as modalidades, o LNBio contou com 139 bolsistas em 2014, o que adicionou um contingente expressivo de trabalho especializado ao corpo técnico-científico permanente da instituição. Outro fato a ser ressaltado é que 49 novas bolsas de diversas naturezas foram obtidas em processos competitivos em várias agências de fomento no período, representando um montante total de recursos de cerca de R\$ 4 milhões entre mensalidades e reservas técnicas, com destaque para a Fapesp que contribuiu com 60%, e para a CAPES, que contribuiu com 25% por meio do Edital CAPES/CNPEM para concessão de bolsas de pós graduação.

Por fim, a evolução dos resultados do LNBio aqui registrados permite-nos encarar o futuro com otimismo e determinação no caminho da consolidação da excelência científica e tecnológica, voltada diretamente para o desenvolvimento socioeconômico sustentável do país.

3.2 Instalações abertas aos usuários externos

3.2.1 Laboratório de Espectrometria de Massas – MAS

A instalação do MAS atua no desenvolvimento da Proteômica baseada em Espectrometria de Massas para estudar sistemas biológicos complexos. As técnicas utilizadas abrangem análises de identificação de proteínas em misturas simples e complexas, identificação de proteínas em larga escala utilizando abordagens quantitativas, identificação de parceiros de interação,

identificação de modificações pós-traducionais e análises de complexos de proteínas voltados para o mapeamento de suas interações.

O MAS contempla em três laboratórios:

- Sala de Preparo de Amostras: possui equipamentos de pequeno porte para apoio a essa atividade.
- Laboratório de Instrumentação: equipado com três espectrômetros de massas acoplados a sistemas de cromatografia líquida – Q-TOF Ultima/NanoAcquity UPLC (Waters), Q-TOF Premier/NanoAcquity UPLC (Waters) e LTQ Orbitrap Velos/NanoLC Proxeon Easy (Thermo Scientific).
- Laboratório de Análise de Dados: disponibiliza aos usuários os softwares Mascot Distiller, Mascot, Sequest, Proteome Discoverer, MaxQuant, Perseus, Scaffold, Cytoscape e Integrated Interactome System.

Em 2014, os usuários externos do MAS publicaram 5 artigos, dos quais três foram destacados a seguir:

Pesquisadores da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS) publicaram o artigo *Proteomic profiling of the infective trophozoite stage of Acanthamoeba polyphaga*¹. Nesse estudo, a Proteômica revelou proteínas envolvidas na sobrevivência, desenvolvimento e patogenicidade de *Acanthamoeba polyphaga*, um protozoário patogênico que causa encefalite granulomatosa e queratite em humanos.

O artigo *Hypusine modification of the ribosome-binding protein eIF5A, a target for new anti-inflammatory drugs: understanding the action of the inhibitor GC7 on a Murine macrophage cell line*², foi publicado por pesquisadores da Universidade Estadual Paulista (UNESP, Araraquara). Nesse estudo a Proteômica revelou que GC7 não afeta vias específicas em células RAW264.7 apesar de causar algumas alterações em níveis de proteínas.

¹ Acta Tropica, v. 140, p. 166-172, 2014. Fator de Impacto: 2,519.

² Current Pharmaceutical Design v. 20, n. 2, p. 284-292, 2014. Fator de Impacto: 3,167.

² Current Pharmaceutical Design v. 20, n. 2, p. 284-292, 2014. Fator de Impacto: 3,167.

Pesquisadores da Universidade Federal de São Paulo (UNIFESP) publicaram o artigo *Decreased expression of proteins involved in energy metabolism in the hippocampal granular layer of rats submitted to the pilocarpine epilepsy model*³. Nesse estudo, a Proteômica revela proteínas que podem ser usadas como biomarcadores ou alvos terapêuticos no tratamento de epilepsia.

3.2.2 Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear - RMN

Neste laboratório, utiliza-se a técnica de Espectroscopia por Ressonância Magnética Nuclear (RMN) para desvendar estruturas de moléculas e suas interações, e também para estudar o conjunto de pequenas moléculas que fazem parte do metabolismo de animais e plantas. O Laboratório conta com dois equipamentos para experimentos em alta resolução, operando a 500 e 600 MHz, com diversos acessórios.

Em 2014, pesquisadores da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ), publicaram o artigo *Structural characterization of a neuroblast-specific phosphorylated region of MARCKS*⁴, no qual a infraestrutura do RMN auxiliou a caracterização da proteína MARCKS, envolvida no desenvolvimento de neurônios.

3.2.3 Laboratório de Cristalização de Proteínas – ROBOLAB

O ROBOLAB atende todas as etapas envolvidas no processo de cristalização de macromoléculas e seus complexos por meio da disponibilização de uma plataforma robotizada e automatizada que realiza a triagem de condições de cristalização em larga escala. A plataforma é utilizada para o preparo de soluções e amostras, cristalização e análise/visualização remota de cristais de proteínas ou outras macromoléculas. O ROBOLAB articula de forma coordenada com duas linhas de luz do LNLS – a MX1 e a MX2 – para a determinação das estruturas tridimensionais dos cristais em nível atômico.

³ *Neuroscience Letters* v. 561, p. 46-51, 2014. Fator de Impacto: 2,055

⁴ *Biochimica et Biophysica Acta. Proteins and Proteomics* v. 1844, n. 4, p. 837-849, 2014. Fator de Impacto: 3,191

Os equipamentos que constituem a plataforma automatizada de cristalização de proteínas são: estação de pipetagem Matrix Maker (Emerald Biosystems), estação de preparo de soluções Honeybee 963 (Digilab), sistema automatizado de captura de imagem com acesso remoto Rock Imager (Formulatrix), CrysCam Digital Microscope e Crystal Gryphon LCP (Art Robbins).

Pesquisadores da Universidade Estadual de Minas Gerais (UFMG) publicaram em 2014 o artigo *Preliminary crystallographic studies of a Schistosoma mansoni antigen (Sm21.7) dynein light-chain (DLC) domain*⁵. Neste trabalho são descritos os primeiros passos para a caracterização estrutural do antígeno Sm21.7 do parasita *Schistosoma mansoni*. Este parasita causa uma doença inflamatória crônica e representa um sério problema de saúde pública em países tropicais e subtropicais. A caracterização molecular deste antígeno gera informações importantes para o desenvolvimento de novos tratamentos terapêuticos para a esquistossomose.

3.2.4 Laboratório de Espectroscopia e Calorimetria – LEC

O LEC atua na realização de estudos bioquímicos e biofísicos de macromoléculas, no desenvolvimento e melhoria de métodos de análise de interações, em estudos de dinâmica e estabilidade e em análises de estrutura secundária e terciária de proteínas. Os métodos analíticos disponíveis no LEC permitem a caracterização estrutural e biofísica de proteínas em solução e a obtenção de dados detalhados sobre estruturas, ligantes, constantes de dissociação, associações cinéticas, estabilidade e estados oligoméricos. Possui recursos para medições de afinidade, estequiometria, cinética e termodinâmica das interações entre proteínas, DNA e ligantes. O Laboratório está equipado para aferir a massa molecular de diferentes formas oligoméricas, estruturação e estabilidade de macromoléculas biológicas.

O parque de equipamentos do LEC é constituído atualmente por: 1 Ultracentrífuga Optima XL-A (Beckman), 1 Light scattering DynaPro para

⁵ *Acta Crystallographica Section F Structural Biology Communications* (6): 803-807. Fator de Impacto: 0,568

cubetas (Proteins Solutions), (Jasco), 2 Espectropolarímetros J-810 CD (Jasco) acoplados a Elemento Peltier modelo PFD-425S, sendo que um deles possui também módulo de medidas de fluorescência e está um acoplado a Conjunto de Stopped Flow com microprocessador modelo MPS-20 (BioLogic) , 1 Espectrofotômetro UV/VIS V-530 (Jasco), 1 Fluorímetro modelo K2 ISS, 1 Microcalorímetro VP-DSC (Micronal), 1 Microcalorímetro VP-ITC Micronal e 1 leitor de placas Glomax para fluorescência, absorvância e fluorescência com aplicadores de amostra, agitador e peltier (Promega).

Os usuários externos do LEC publicaram 4 artigos em 2014, dos quais três são destacados a seguir:

O artigo *Development of a non-viral gene delivery vector based on the dynein light chain Rp3 and the TAT peptide*⁶ foi publicado por pesquisadores da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP). Os autores desenvolveram uma proteína híbrida composta pela cadeia leve de dineína e pelo peptídeo TAT que auxiliam na recombinação gênica (*gene delivery*) sem a necessidade do uso de vetores virais, estudo de extrema importância para terapia gênica e para a produção de vacinas de DNA.

O artigo *Unfolding studies of the cysteine protease Baupain, a Papain-like enzyme from leaves of Bauhinia forficata: effect of pH, Guanidine Hydrochloride and temperature*⁷ foi publicado por pesquisadores da Universidade de São Paulo (USP – São Paulo). Os autores fizeram uma caracterização estrutural da proteína baupaína que auxilia no entendimento das relações entre estrutura e função de proteínas em diferentes condições e ajuda no melhor entendimento de sua estabilidade estrutural. Neste estudo, os autores classificaram a baupaína como pertencente ao clã CA, da família das papaínas.

Pesquisadores da Universidade de São Paulo (USP – São Carlos) publicaram o artigo *Characterization of Rhinodrillus alatus hemoglobin (HbRa) and its subunits: Evidence for strong interaction with cationic surfactants DTAB and CTAC*⁸. Nesse trabalho, os autores fizeram uma detalhada caracterização de uma hemoglobina extracelular gigante de anelídeos, e demonstraram sua

⁶ *Journal of Biotechnology* v. 173, p. 10-18, 2014. Fator de Impacto: 2,884

⁷ *Molecules* v. 19, n. 1, p. 233-246, 2014. Fator de Impacto: 2,095

⁸ *Comparative Biochemistry and Physiology B* v. 167, n. 23-29, 2014. Fator de Impacto: 1,904

interação com agentes surfactantes. Segundo os autores, este tipo de caracterização é de grande importância, uma vez que este tipo de hemoglobina tem sido considerada como um substituto viável para o sangue.

3.2.5 Laboratório de Microarranjos de DNA - LMA

O LMA realiza análises da expressão gênica ampla e de polimorfismos de nucleotídeos para identificação de genes envolvidos em processos funcionais e patogênicos de organismos. O Laboratório está equipado com sistemas de bioanalisadores e de hibridização, como forno de hibridização, estações fluídicas e scanner *Affymetrix* e conta com estação de trabalho preparada para análise dos dados gerados nos equipamentos.

3.3 Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Internos

A equipe científica do LNBio reúne competências altamente especializadas, voltadas à realização de pesquisas científicas de estrita qualidade. Atualmente, 36 pesquisadores compõem esse quadro, dentre os quais 15 são líderes de grupos de pesquisa responsáveis pelos projetos desenvolvidos no âmbito dos programas temáticos do LNBio.

3.3.1 Programas Temáticos

As atividades científicas e tecnológicas do LNBio são organizadas em cinco Programas Temáticos. Esses programas compreendem projetos de pesquisa e desenvolvimento em áreas estratégicas das ciências biológicas e biotecnologia, os quais são apresentados a seguir.



Programa de Desenvolvimento de Fármacos, Biomarcadores e Cosméticos

Investigações de compostos com atividade biológica e estudos estruturais de proteínas e inibidores. Compreende 17 projetos de pesquisa científica em andamento e 5 em finalização. Contou com a participação de 15 pesquisadores em 2014.

Projetos em Andamento

P & D em Fármacos para Doenças Negligenciadas

- Descoberta de Fármacos para Leishmaniose, Doença de Chagas e Tripanossomíase Humana Africana (HAT)

*Identificação de candidatos a fármacos para leishmaniose, doença de Chagas e HAT, envolve seis etapas: aquisição de novas coleções de compostos e triagem de alto conteúdo das bibliotecas de compostos; teste dos hits obtidos em ensaios com diferentes cepas de *Trypanosoma cruzi*; estudo do mecanismo de ação dos compostos; avaliação da atividade *in vitro* de fármacos experimentais sob otimização por química medicinal; estudos em modelo animal dos compostos otimizados; identificação do alvo e estudos de mecanismos de resistência.*

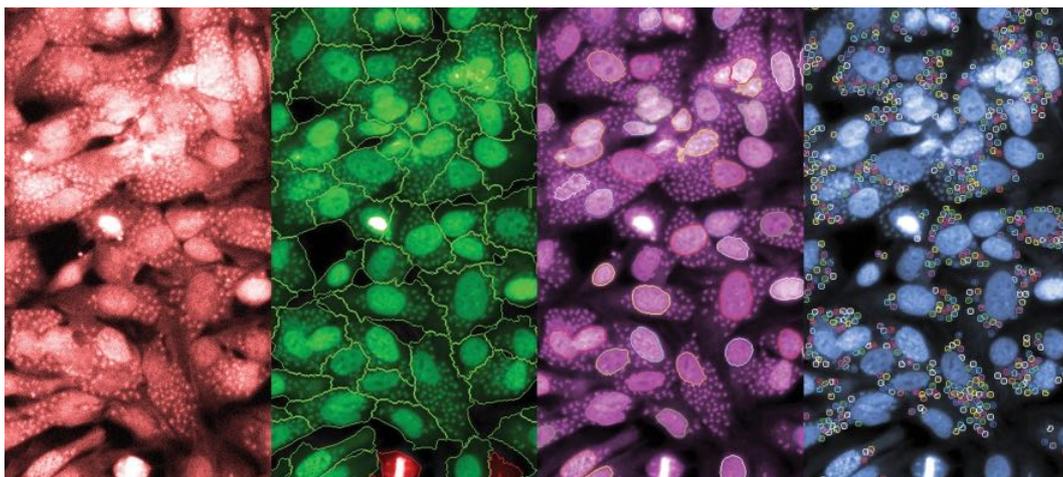


Figura 3. 1 Representação artística de ensaios de HCS de *T. cruzi*

Resultados no Período: Ensaio de HCS de *Trypanosoma cruzi* foi implementado e um novo método de análise automatizada das imagens

geradas foi desenvolvido. O ensaio foi utilizado na triagem da coleção de compostos do NIH (cerca de 1000 compostos). Além disso, ensaios secundários de *time-kill*, recuperação e um painel de cepas de *Trypanosoma cruzi* foram desenvolvidos para melhor entendimento da eficácia e espectro de atividade de compostos candidatos a fármacos para doença de Chagas. O ensaio de leishmaniose também foi implementado e está sendo otimizado com diversas espécies de *Leishmania*. O ensaio de *high throughput screening* para HAT também foi implementado e está sendo validado para triagem de coleções de compostos naturais Hypha (projeto NMTrypl - FP7). Três artigos científicos foram publicados⁹ e um aceito. Um projeto foi submetido ao Edital Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT).

Instituições Parceiras: Università Degli Studi Di Modena e Reggio Emilia – UNIMORE; *Drugs for Neglected Diseases Initiative* (DNDi).

Recursos Financeiros: European Commission (FP7 – Seventh Framework Program); *Drugs for Neglected Diseases Initiative* (DNDi).

- Descoberta de Fármacos para Virose Tropicais

Identificar candidatos a fármacos contra os vírus da dengue e chikungunya, por meio de triagem de alto conteúdo da biblioteca de compostos do LNBio, teste dos melhores compostos contra os vírus e avaliação de atividade in vitro para compostos otimizados por química medicinal.

Resultados no Período: Sistema de cultura para vírus (DENV) implementado no LNBio. Um artigo relacionado ao projeto foi publicado.

Instituições Parceiras: Universidade Federal do Rio de Janeiro.

Recursos Financeiros: Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia (INCT) – submetido.

⁹ *An image-based algorithm for precise and accurate high throughput assessment of drug activity against the human parasite Trypanosoma cruzi (PLoS One 9(2): e87188, 2014); Nitroheterocyclic compounds are more efficacious than CYP51 inhibitors against Trypanosoma cruzi: implications for Chagas disease drug discovery and development (Scientific Reports 4:4703, 2014) e Drug discovery for Chagas disease should consider Trypanosoma cruzi strain diversity. (Mem Inst Oswaldo Cruz. 109(6):828-33, 2014).*

- Descoberta de Fármacos para HTLV

Compreende desenvolvimento e validação de um ensaio de high content screening para o vírus HTLV-1, para triagem em larga escala para a identificação de novos compostos para o tratamento das doenças associadas ao HTLV-1.

Resultados no Período: Projeto submetido e aprovado coordenado pelo Pesquisador Jorge Simão do Rosario Casseb, colaborador do projeto.

Instituições Parceiras: Instituto de Medicina Tropical da USP/SP.

Recursos Financeiros: CNPq¹⁰.

- Biologia Química de Parasitos

Entender como o microambiente da célula hospedeira influencia o desenvolvimento do Trypanosoma cruzi e a resposta a fármacos, em três etapas: desenvolvimento de ensaio fenotípico para monitorar o ciclo celular do T. cruzi; estudo da relação entre o tipo de célula hospedeira e a taxa de replicação/resposta a fármacos; e investigação do mecanismo de ação de inibidores de quinases e seu efeito sobre o desenvolvimento do T. cruzi na célula hospedeira.

Resultados no Período: Estudos de desenvolvimento do T. cruzi em diferentes células hospedeiras, inclusive em cardiomiócitos de ratos, foram iniciados em colaboração com o Grupo de Pesquisa em Biologia Cardiovascular do LNBio. Início da colaboração com a empresa Pluricell, especializada em produção de células primárias humanas, tais como cardiomiócitos. Reprodução da atividade dos compostos anti-quinase, descobertos em 2012 no Instituto Pasteur da Coreia. Estes compostos conseguem inibir o desenvolvimento intracelular do Trypanosoma cruzi.

Instituições Parceiras: Drugs for Neglected Diseases Initiative (DNDi); Pluricell.

Recursos Financeiros: DNDi.

¹⁰ Modalidade Edital Universal, coordenado por Jorge Simão do Rosario Casseb.

- Estudos Estruturais e Funcionais de Enzimas Produtoras de NADPH de Tripanossomatídeos

Este projeto tem como objetivo principal descobrir novos inibidores específicos para as principais enzimas produtoras de NADPH em tripanosomatídeos. Os inibidores identificados neste estudo serão usados como compostos de partida para o desenvolvimento de novos fármacos contra doença de Chagas, do sono e leishmanioses.

Resultados no Período: Foram realizadas 5 campanhas de HTS contra 30 mil compostos cada, direcionadas para diferentes alvos terapêuticos em *Trypanosoma cruzi* e *Leishmania mexicana*. As campanhas contra a enzima glicose-6-fosfato desidrogenase (G6PDH) de *T. cruzi* resultaram na descoberta de duas novas classes de compostos químicos com potencial para desenvolvimento de fármacos contra Chagas. Estes resultados foram publicados em uma revista especializada em ensaios de HTS¹¹. Este manuscrito representa o primeiro trabalho de HTS realizado no Brasil com uma equipe 100% nacional, marco inicial das atividades do primeiro centro aberto de HTS da América Latina. Uma colaboração com o Prof. Dr. Willian Hunter, do *College of Life Science e da Drug Discovery Unit* de Dundee, Escócia, foi estabelecida para prosseguir com os estudos estruturais destas novas classes de potenciais fármacos contra doença de Chagas. Um doutorando do LNBio foi enviado ao laboratório do Prof. Dr. Hunter para elucidar o sítio de ligação destes compostos no alvo molecular.

Instituições Parceiras: College of Life Science e da Drug Discovery Unit de Dundee, Escócia.

Recursos Financeiros: FAPESP¹².

- Otimização de hits por síntese orgânica

¹¹ *Discovery of New Uncompetitive Inhibitors of Glucose-6-Phosphate Dehydrogenase (J Biomol Screen. 19(10):1362-71, 2014)*

¹² *Proc. 2013/03983-5. Modalidade Auxílio à Pesquisa Regular*

Derivados esteroidais, identificados como inibidores da enzima G6PDH, diminuem a viabilidade de parasitas como Tripanossoma, Leishmania e Schistosoma, porém são rapidamente metabolizados in vivo. Este projeto visa contornar essa questão por meio do preparo de moléculas derivadas, mais eficazes e seletivas. Esta estratégia de otimização baseada na estrutura do hit é promissora, porém deve ser complementada pela otimização baseada na estrutura do alvo (enzima), para permitir o aproveitamento de interações específicas com o inibidor a ser planejado. Dessa forma, foi proposta a derivatização de um esteroide que possa formar ligações covalentes irreversíveis com a G6PDH para possibilitar a caracterização dos complexos por cristalografia e espectrometria de massas.

Resultados no Período: Planejamento e síntese de 18 derivados esteroidais com diversas porções reativas. Três deles apresentaram o perfil desejado, ligando-se covalentemente à enzima G6PD e inibindo a atividade catalítica de forma irreversível. Esforços para a caracterização destes complexos por cristalografia de raio X e espectrometria de massas foram iniciados. A avaliação da atividade inibidora dos 18 compostos e outros 12 sem porção reativa destacou características de seletividade dentro das classes das enzimas estudadas (humana, tripanossoma, schistosoma), sinalizando que novas moléculas com ação específica contra a enzima do parasita podem ser planejadas, diminuindo possíveis efeitos colaterais no hospedeiro (humano).

Instituições Parceiras: Instituto de Química - Unicamp (Prof. Ronaldo A. Pilli).

Recursos Financeiros: FAPESP¹³.

- Síntese da Sunitinib para tratamento de doenças negligenciadas
Desenvolvimento de rota sintética de derivados de indolinonas (Síntese da Sunitinib) para tratamento de doenças negligenciadas, faz parte do SMOLBNET 2.0: Secretoma e quinases de tripanosomatídeos. Refere-se ao uso de derivados de indolin-2-onas pirrol substituídos, que modulam a atividade das enzimas LmNDKb (nucleosídeo difosfato quinase B de Leishmania major) e

¹³ Proc. 2013/16534-4. Modalidade Auxílio à Pesquisa Regular

TcNDKb (nucleosideo difosfato quinase B de Trypanosoma cruzi), com aplicação nos tratamentos de Leishmaniose e de doença de Chagas.

Resultados no Período: Todos os compostos sintetizados foram caracterizados por RMN, faltando uma etapa para a conclusão da síntese destes derivados de indolinonas. A biblioteca de 70 compostos quinazolínicos foi testada para avaliação da possibilidade de seleção de compostos como potenciais ligantes da proteína NEK kinase de *L. braziliensis*. Dois compostos da biblioteca foram selecionados e seguirão para experimentos de cristalização, cinética, ITC e ensaios in vitro.

Instituições Parceiras: não se aplica.

Recursos Financeiros: FAPESP¹⁴.

Descoberta de Fármacos contra o Câncer

- Caracterização bioquímica e estrutural da interação de inibidores com alvos bioquímicos estratégicos para o desenvolvimento de fármacos

Associar a triagem de compostos com a análise bioquímica e estrutural de alvos relacionados ao câncer: sistema proteassomo, glutathione-S-transferases e fosfatases. Projeto compreende os seguintes procedimentos experimentais: produção do alvo, triagem de inibidores, caracterização bioquímica da inibição e termodinâmica da interação, obtenção de complexos cristalográficos, estudos de SAR, elaboração de modelos in silico e modificação das moléculas para otimização de potência, seletividade e farmacocinética. Estes procedimentos também poderão ser aplicados a outros alvos de interesse farmacêutico, de acordo com a demanda.

¹⁴ Proc. 2010/51730-0. SMOLBNET 2.0. (Encerrado em dezembro/2012)



Figura 3. 2 Matéria repercute artigo publicado na *Chemical & Biology*

Resultados no Período: Publicação de artigo¹⁵ no periódico *Chemistry & Biology*. Trabalho obteve grande repercussão na imprensa brasileira e internacional, uma vez que propõe um mecanismo inédito de inibição de proteassomo em condições fisiológicas, o qual pode levar ao desenvolvimento de uma nova geração de quimioterápicos mais eficazes e com menores efeitos colaterais. Implementação dos protocolos para purificação e cristalização do proteassomo de levedura e resistente de bactéria em andamento. Aluno dedicado a este projeto ingressou no curso de mestrado em Biociências e Tecnologia de Produtos Bioativos do IB, Unicamp (bolsa CAPES). No período, foram aprovados o Projeto Regular FAPESP, voltado ao financiamento da implementação desta linha de pesquisa no LNBio e o projeto CAPES-Universidade de Nottingham para *drug discovery*, no qual um dos subprojetos foca no desenvolvimento de novos ensaios para análise de bibliotecas de produtos naturais frente à inibição das três subunidades catalíticas do proteassomo.

Instituições Parceiras: Universidade da Califórnia – UCSD, San Diego, EUA, Universidade de Nottingham – UoN, USP e Instituto de Química – IQ/ UNICAMP.

Recursos Financeiros: FAPESP¹⁶.

¹⁵ *Enzyme inhibition by hydroamination: design and mechanism of a hybrid carmaphyacin-syringolin enone proteasome inhibitor (Chemistry & Biology 21(6): 782-91, 2014).*

¹⁶ *Proc. 2014/10753-9. Modalidade Auxílio à Pesquisa Regular.*

- Enzimas envolvidas na biossíntese de produtos naturais com potencial farmacológico

*Determinação da estrutura atômica por cristalografia e elucidação de mecanismos catalíticos de enzimas de interesse biotecnológico. Realização de estudos bioquímicos e estruturais, em colaboração com grupos de pesquisa renomados na área de biossíntese de produtos naturais e biocatálise. Projeto visa compreender os mecanismos catalíticos e as possibilidades de engenharia de enzimas para geração de análogos de produtos naturais para química medicinal ou aplicação em química verde. Estão sendo realizados estudos com a enzima epóxido hidrolase de *A. brasiliensis* (AbEH) em colaboração com a Profa. Dra. Aníta Marsaiolli (IQ, Unicamp); e de enzimas de rotas biossintéticas de bactérias produtoras de produtos naturais de interesse farmacêutico, em colaboração com o Prof. Dr. Leonard Kaysser (Univ. Tübingen, Alemanha) e com o Prof. Dr. Bradley S. Moore (UCSD).*

Resultados no Período: A análise de estabilidade da AbEH foi concluída, indicando melhores condições de pH e sais para preparação da enzima. A análise da proteína purificada foi realizada e os ensaios de cristalização foram iniciados. Cristais foram obtidos, coletados na MX-2 e a estrutura atômica da AbEH foi resolvida (estrutura inédita). Complexos cristalográficos da AbEH com substratos e produtos estão sendo obtidos, visando melhor compreensão e aprimoramento dos mecanismos catalíticos desta enzima, de sua enantio seletividade e enantio convergência. As proteínas CLZ9 e CPZ8 foram expressas, purificadas e cristalizadas. Conjuntos de dados foram recentemente coletados na MX-2 para estas duas enzimas, CPZ8 também em complexo com produtos reacionais. Os dados da CLZ9 e CPZ8 encontram-se em processamento.

Instituições Parceiras: Unicamp; Universidade de Tübingen, Alemanha, e Universidade da Califórnia San Diego, Estados Unidos (UCSD).

Recursos Financeiros: Recurso de pessoal do LNBio.

- Ensaio Enzimáticos e busca de compostos com ação anticancerosa por HTS

Identificação de moléculas com atividade anticancerosa em linhagens de células de câncer de mama por meio de triagem de alto desempenho.

Resultados no Período: O desenvolvimento de ensaio para medição da atividade da glutaminase e triagem de biblioteca de 30 mil compostos levou à seleção inicial de cem moléculas com atividade biológica. Destas, 23 foram adquiridas para confirmação da atividade e caracterização do modo de inibição. Estudos mostraram a inibição seletiva do crescimento de uma linhagem de células de câncer de mama, sendo que o composto mais ativo apresentou IC50 de cerca de 5 uM. Estudos de citotoxicidade estão sendo aprofundados para definição de apoptose/necrose e parada de ciclo celular, assim como para determinar se as moléculas são capazes de afetar o metabolismo de glutamina dentro das células. Moléculas melhoradas com boas propriedades inibitórias em ensaios bioquímicos e celulares serão avaliadas em modelos de enxerto xenográfico em camundongos.

Instituições Parceiras: não se aplica.

Recursos Financeiros: FAPESP¹⁷.

Descoberta de Fármacos para Doenças Cardíacas e Metabólicas

- Evolução molecular de ALDHs em vias de detoxificação e sinalização celular

Compreender a origem da sinalização embrionária via ácido retinóico, a partir de vias ancestrais de detoxificação. O conhecimento estrutural deste processo poderá orientar o desenvolvimento de novas moléculas para tratamento de isquemia e para patologias ligadas ao desenvolvimento embrionário ou metabolismo/regeneração pós-embrião.

¹⁷ Proc. 2014/15968-3. Modalidade Auxílio à Pesquisa Regular

Resultados no Período: Avanços importantes na expressão, purificação, determinação de atividade e cristalização de ALDHs foram obtidos no período.

Instituições Parceiras: não se aplica.

Recursos Financeiros: Recurso de pessoal do LNBio.

- Busca de ligantes para receptores nucleares

A maioria dos esforços no combate aos sintomas da síndrome metabólica reduzem-se a tentativas de controle de receptores nucleares, principalmente PPAR. Os fármacos direcionados para esse alvo disponíveis no mercado, porém, apresentam efeitos indesejáveis. Este projeto busca a prospecção e seleção de novas moléculas inibidoras de PPAR com uso farmacológico ou cosmético.

Resultados no Período: Continuidade dos estudos já padronizados para a busca de ligantes do PPAR gama, agora utilizando compostos naturais oriundos da EMBRAPA. Moléculas previamente selecionadas estão sendo avaliadas em termos de afinidade no Laboratório de Espectroscopia e Calorimetria (LEC). As bases moleculares da interação receptor-ligante estão sendo investigadas por meio de estudos de *docking* molecular em colaboração com o Laboratório de Bioinformática e de estudos de troca de hidrogênio por deutério acoplado a espectrometria de massas, em colaboração com o Prof. Dr. Fabio Gozzo, Unicamp. Paralelamente, uma metodologia para a busca de compostos que possam atuar na regeneração de pele por meio da modulação do receptor PPAR beta/delta está sendo padronizada. Inicialmente, foram padronizados alguns experimentos em cultura de fibroblastos, mas pretende-se expandi-los para culturas de queratinócitos e cultura de pele reconstituída. Uma colaboração com o grupo da Prof. Dra. Sylvia S. Maria-Engler (USP-SP) está sendo estabelecida para o fornecimento das linhagens celulares e pele reconstituída.

Instituições Parceiras: UNICAMP e EMBRAPA.

Recursos Financeiros: CNPq¹⁸.

- Inibidores de FAK e AK – planejamento e síntese

Síntese de derivados de quinazolininas, compostos avaliados como inibidores das enzimas quinase de adesão focal (FAK) e adenosina quinase (AK), para tratamento de doenças cardiovasculares e metabólicas.

Resultados no Período: Dos 70 compostos sintetizados, três derivados foram selecionados como hits para a enzima AK em experimentos realizados no LBE/PBQT. Em paralelo, avalia-se as implicações da inibição da AK na síndrome metabólica, com base na premissa de que o aumento da adenosina (ADO) circulante possa atuar como uma estratégia importante na prevenção e reversão de doenças cardiovasculares e diabetes. O foco principal do estudo é a caracterização e validação da AK como um alvo terapêutico para a síndrome metabólica. A AK também tem sido objeto de estudos para a caracterização dos mecanismos envolvidos na inibição promovida pelos compostos candidatos a inibidores específicos. Os parâmetros cinéticos da AK e bem como as constantes de inibição de dois dos compostos foram concluídos neste semestre. A partir dos resultados de inibição da AK, uma caracterização sobre a natureza da interação do ligante DMA com a AK foi iniciada. Sobre o composto quinazoliníco BZLO, que foi selecionado como inibidor da FAK, uma metodologia bioanalítica está sendo validada para a avaliação da biodisponibilidade em plasma de camundongos e de ratos. Ensaio no LBE estão sendo iniciados com o intuito de realizar a caracterização bioquímica da FAK e de seu inibidor.

Instituições Parceiras: Laboratório de Fisiopatologia Cardiovascular da Faculdade de Ciências Médicas (FCM) – UNICAMP.

Recursos Financeiros: Recurso de pessoal do LNBio.

¹⁸ Proc. 420854/2012-5, modalidade Edital Universal.

Biomarcadores

- Metabolômica por RMN no estudo da resistência ao tratamento da Leucemia Linfóide Aguda (LLA)

Projeto visa estudar os fatores relacionados à resistência ao tratamento com um quimioterápico em alguns casos de Leucemia Linfóide Aguda, em parceria com o Centro Infantil Boldrini. Um pedido de patente foi depositado em 2011.

Resultados no Período: A partir dos resultados obtidos em estudo preliminar da resistência ao tratamento da LLA com metotrexato, foi iniciado um estudo focado em uma das vias identificadas. Análises de expressão gênica em conjunto com análises por ressonância magnética nuclear (RMN) serão aplicadas para investigar o papel do fator de necrose tumoral na resistência ao quimioterápico metotrexato. O trabalho foi apresentado em dois congressos internacionais e um manuscrito está sendo redigido com resultados obtidos no projeto até o momento. Um artigo relacionado ao projeto foi publicado em 2014¹⁹.

Instituições Parceiras: Centro Infantil Boldrini e Unicamp.

Recursos Financeiros: Contrato de Gestão – LNBio para despesas associadas à proteção de propriedade intelectual (PI).

- Metabolômica por RMN no estudo da Doença do Enxerto contra o Hospedeiro (GVHD)

A GVHD é uma doença de caráter autoimune que acomete cerca de 50% dos pacientes com transplante alogênico da medula óssea (transplante alogênico de células tronco hematopoiéticas - TACTH). Pacientes submetidos ao TACTH no Centro de Transplante de Medula Óssea do Hospital de Clínicas da Unicamp foram selecionados para este estudo, visando à elaboração de modelos prognósticos e diagnósticos da doença do enxerto contra o hospedeiro crônica (cGVHD – chronic graft-versus-host disease), baseados no

¹⁹ Standardizing the experimental conditions for using urine in NMR-based metabolomic studies with a particular focus on diagnostic studies: a review (Metabolomics, 2014, DOI: 10.1007/s11306-014-0746-7).

perfil metabólico do soro traçado por ressonância magnética nuclear (RMN). A utilização combinada dos modelos prognósticos e diagnósticos ao longo do processo TACTH pode constituir uma ferramenta robusta para a decisão de clínicos iniciarem ou não o tratamento contra cGVHD, antes que haja uma destruição tecidual avançada associada às reações com características de autoimunidade, acarretando em uma melhora da expectativa e qualidade de vida dos pacientes.

Resultados no Período: Um pós-doutorando do LNBio foi contemplado com uma bolsa FAPESP/BEPE e desde novembro de 2013 está em Boston, realizando trabalho de pesquisa junto a um grupo no *Massachusetts General Hospital*, onde irá aprender técnicas experimentais complementares à RMN para estudos de metabolômica, bem como aperfeiçoar métodos de análise estatística. Um contato foi realizado com um pesquisador americano que tem acesso a um extenso banco de pacientes de transplante de medula óssea. Uma colaboração com este pesquisador aumentará expressivamente o número de amostras disponíveis para a pesquisa, permitindo a realização de um estudo mais ambicioso nos próximos meses.

Instituições Parceiras: Massachusetts General Hospital.

Recursos Financeiros: FAPESP²⁰.

- **Descoberta e Validação de Novos Alvos Terapêuticos em Câncer – ACCamargo Cancer Center**

Celebrada no início de 2013, a parceria com este importante centro de oncologia busca descobrir e validar novos alvos terapêuticos e biomarcadores em câncer. Seu modo de operação envolve a coleta de amostras biológicas no AC Camargo e a análise proteômica e metabolômica no LNBio. Esta associação tem possibilidades reais de identificar novos alvos terapêuticos para câncer e/ou biomarcadores. No primeiro caso, abre-se uma linha de trabalho que poderá culminar com um novo medicamento. No caso dos

²⁰ Proc. 2011/06441-3, bolsa de pesquisa em nível de pós doutorado/BEPE.

biomarcadores, busca-se identificar fatores preditores de resposta a um determinado tratamento que possa orientar a decisão clínica.

Resultados no Período: Em 2014, a parceria concentrou-se no estudo de microvesículas (fragmentos celulares circulantes relacionados ao estabelecimento de metástases) produzidas por linhagens celulares murinas e de amostras de tumores de reto de pacientes. Inicialmente, foram realizados testes com microvesículas de camundongo no Laboratório de Espectrometria de Massas (MAS) com o objetivo de estabelecer e validar métodos analíticos que serão aplicados em microvesículas humanas provenientes do plasma de pacientes. As análises de proteômica para microvesículas foram finalizadas e a análise de proteômica de biópsias também foi realizada. Nestes dois casos os fatores de resistência à radioterapia foram estudados. Cinco proteínas aumentadas em tumores humanos e em células murinas resistentes à radioterapia foram identificadas. Essas proteínas são potenciais alvos e/ou biomarcadores. Em 2015, a parceria continuará a fim de confirmar e refinar essa descoberta.

Instituição Parceira: Fundação Antônio Prudente – ACCamargo Cancer Center.

Recursos Financeiros: Recursos de pessoal do LNBio.

- Desenvolvimento de kit diagnóstico para leucemia – RheaBiotec, Boldrini e UNICAMP

O projeto está em fase de busca de uma nova fonte de financiamento, uma vez que o aporte financeiro solicitado ao CNPq, tendo como coordenadores o Andres Yunes (Boldrini), Jorg Kobarg (LNBio) e Luis Perone (Rhea), foi indeferido. O projeto está em fase de planejamento para testar o kit já desenvolvido em amostras reais oriundas de plasma de ratos (não mais apenas proteínas isoladas). Com resultado positivo, testes com amostras comerciais de células leucêmicas humanas serão realizados.

Instituições parceiras: Boldrini, Rhea Biotech/Immunity.

Recursos Financeiros: Recursos de pessoal do LNBio.

Projetos Concluídos em 2014

- Metabolômica por RMN em modelo de ataxia cerebelar

Acompanhamento do metabolismo de animais-controle e portadores da inserção de 84 resíduos do aminoácido glutamina na proteína ataxina 3, característica da doença de Machado-Joseph, ou ataxia cerebelar. Amostras de soro e de tecido cerebelar seriam analisadas para a avaliação global das identidades e concentrações de pequenas moléculas, em busca de padrões e marcadores do desenvolvimento da patologia, que poderiam ser avaliados em humanos futuramente. Esta análise também poderia sugerir novas vias para intervenção e futuras terapias. Durante este estudo, indícios de uma mudança na composição metabólica do sangue periférico seriam investigados com a ação de campos magnéticos.

Resultados no Período: Um protocolo para a realização dos experimentos em camundongos foi aprovado em 2013 pela Comissão de Ética no Uso de Animais (CEUA) do CNPEM. O projeto foi finalizado em 2014 devido a questões de inviabilidade experimental.

Instituições Parceiras: não se aplica.

Recursos Financeiros: Doação de materiais por pessoa física ao LNBio.

- Produtos naturais de micro-organismos – antibióticos de *Streptomyces*

O projeto focou a obtenção de estruturas cristalográficas de enzimas chaves para a biossíntese de diferentes antibióticos, assim como a aplicação de técnicas de biossíntese combinatorial para descoberta de derivados com melhores propriedades farmacológicas.

Resultados no Período: Foram obtidos cristais para 7 enzimas, uma delas teve estrutura resolvida e outras estão em processo de resolução por MAD e SAD. Novas proteínas foram expressas e tentativas de cristalização foram

realizadas. Os testes compreenderam cerca de 20 enzimas. Diferentes estratégias para o melhoramento das amostras foram adotadas para obtenção de novos cristais. Artigos sobre estruturas de epóxido hidrolases estão em preparação. O projeto foi finalizado no LNBio em 2014 devido à transferência do jovem pesquisador responsável para a USP, após aprovação em concurso público.

Instituições Parceiras: Universidade de Cambridge, Reino Unido; CSIC, Espanha.

Recursos Financeiros: FAPESP²¹.

- Identificação e Desenvolvimento de Novas Moléculas Contra *Mycobacterium tuberculosis*

Projeto voltado à caracterização estrutural de proteínas do metabolismo de sulfato de M. tuberculosis para o desenvolvimento de drogas baseadas em fragmentos.

Resultados no Período: O projeto estudou oito proteínas-alvo, cujos genes foram clonados e expressos produzindo proteínas solúveis, as quais foram purificadas e submetidas a ensaios de cristalização. Três cristais foram gerados e difrataram em torno de 3 Å. Paralelamente, foram realizados ensaios espectroscópicos e de caracterização de duas proteínas CysA e SubI. Os dados destes ensaios serão publicados em dois artigos, em breve. O projeto foi finalizado no LNBio em 2014 devido à transferência do jovem pesquisador responsável para a USP - SP após aprovação em concurso público.

Instituições Parceiras: Universidade de Cambridge, Inglaterra.

Recursos Financeiros: FAPESP²².

²¹ Proc. 2010/15971-3, modalidade Jovem Pesquisador.

²² Proc. 2013/26242-0, bolsa de pesquisa em nível de pós doutorado.

- Desenho de drogas baseado em fragmentos para as enzimas da biossíntese de folato em *M. tuberculosis*

Projeto visou a identificação de pequenas moléculas que podem servir como base para a construção de inibidores de alta afinidade para as diferentes enzimas da via de síntese de folato de M. tuberculosis.

Resultados no Período: A triagem para a enzima dihidrofolato redutase foi realizada com sucesso na Universidade de Cambridge. Quatro fragmentos com atividade foram identificados. A estrutura cristalográfica de um deles foi resolvida e a afinidade determinada. Outro fragmento, ainda sem estrutura cristalográfica, teve o Kd determinado em 500 uM. A estrutura resolvida está sendo base para a construção de moléculas mais complexas. A caracterização por RMN dos compostos identificados foi realizada. Uma das possíveis razões para a falta de atividade das drogas antifolato, inibidores da enzima DHFR, contra *M. tuberculosis* foi identificada. Um artigo foi publicado no periódico *Structure*²³. O projeto foi finalizado no LNBio em 2014 devido à transferência do jovem pesquisador responsável para a USP - SP após aprovação em concurso público.

Instituições Parceiras: Universidade de Cambridge, Inglaterra.

Recursos Financeiros: FAPESP²⁴.

- Determinação de estrutura da DHQase de *M. tuberculosis* ou organismos modelo em complexo com inibidores

Projeto buscou entender os mecanismos de ação de inibidores para a enzima dehidroquinato desidratase de M. tuberculosis (MtDHQase) baseado em estado de transição ou derivados de fragmentos. Compostos sintetizados por pesquisadores da Universidade de Cambridge, Inglaterra e da Universidade de Sidney, na Austrália foram alvos de estudo.

Resultados no Período: Cinco estruturas da enzima MtDHQase foram resolvidas. O projeto foi finalizado no LNBio em 2014 devido à transferência do

²³ *Mycobacterium tuberculosis Dihydrofolate Reductase Reveals Two Conformational States and a Possible Low Affinity Mechanism to Antifolate Drugs* foi publicado no período (*Structure* 22:94-103, 2014).

²⁴ *Proc. 2013/15906-5, bolsa de pesquisa em nível de doutorado.*

jovem pesquisador responsável para a USP - SP após aprovação em concurso público.

Instituições Parceiras: Universidade de Cambridge, Inglaterra, e Universidade de Sidney, Austrália.

Recursos Financeiros: não se aplica.

Programa de Pesquisa em Mecanismos Moleculares do Desenvolvimento e de Doenças



Estudos do papel de macromoléculas na sinalização, regulação e ativação de processos metabólicos envolvidos em câncer, doenças cardiovasculares e doenças metabólicas; identificação de alvos moleculares; estudos sobre o desenvolvimento genético e evolução de caracteres associados; desenvolvimento de competências multidisciplinares para o avanço da ciência básica voltada para a saúde humana. Compreende 12 projetos de pesquisa científica em andamento financiados por FAPESP e CNPq e 5 projetos em finalização. Contou em 2014 com a participação de 15 pesquisadores.

Projetos em Andamento

Biologia do Câncer

- Adaptação metabólica em câncer: estudos estruturais e funcionais de proteínas-chave neste processo

Quatro componentes-chave para a manutenção das altas demandas biossintéticas e bioenergéticas características das células cancerosas estão sendo estudados: (1) as glutaminases fosfato-dependentes, enzimas-chave no processo de anaplerose do ciclo do ácido tricarbolílico e na consequente manutenção da homeostase mitocondrial; os fatores de transcrição (2) HIF-1 e (3) MondoA, que regulam a expressão de centenas de genes ligados ao metabolismo da glicose, respondendo diretamente aos níveis intracelulares

deste nutriente; e o (4) carreador mitocondrial de piruvato, MPC, complexo transmembrana que realiza o transporte do piruvato citosólico para a mitocôndria.

Resultados no Período: Com relação ao tema (1) um artigo foi publicado no *Journal of Biological Chemistry*, demonstrando a dependência da ativação enzimática de GAC e KGA na formação de filamentos proteicos e as vantagens fenotípicas que esses filamentos geram para células transformadas. Para LGA, está sendo finalizado um artigo que relata a avaliação da relação de sua atividade glutaminase não-mitocondrial com a regulação do balanço redox de células tumorais e sua interação com proteínas inéditas. Além disso, os estudos bioquímicos da interação inédita entre KGA e o receptor nuclear PPARgamma estão sendo aprofundados. Com relação ao tema (2), uma classe inédita de cofatores intracelulares (lipídios) para HIF-3 foi identificada, e avalia-se quais as consequências no perfil transcricional dos fatores de transcrição induzíveis por hipóxia resultantes interação inédita com ácidos graxos. A identidade molecular dos lipídios foi determinada em colaboração com a Dra. Camila Caldana, do CTBE, e os estudos funcionais estão sendo realizados em colaboração com a Dra. Sandra Dias, do LNBio e o Dr. Chi Van Dang, do *Abrahansom Cancer Insititute*, EUA. Com relação a (3), as tentativas de produzir porções solúveis de MondoA em sistema heterólogo de levedura continuam, com sucesso limitado; testes em células de inseto, inclusive em colaboração com o Dr. Wyatt Yue do SGC Oxford, estão sendo realizados para contornar as dificuldades. Com relação a (4), 10 clones do heterocomplexo de MPC para diferentes organismos foram expressos em forma funcional com sucesso em levedura. Uma bolsa de pós-doutorado FAPESP foi recém-aprovada em nome de um aluno indiano que iniciou as atividades em novembro. Protocolos de larga escala estão sendo adaptados visando à purificação dos complexos e posteriores ensaios de cristalização. Um novo auxílio foi aprovado em 2014.

Colaborações: *Abrahansom Cancer Insititute*, EUA e SGC Oxford.

Recursos Financeiros: FAPESP^{25 26}.

²⁵ Proc. 2012/14298-9. Modalidade Auxílio à Pesquisa Regular (encerrado em 09/2014).

- Estudos celulares e estruturais da enzima glutaminase e sua relação com o câncer

A glutaminase é um importante alvo em câncer, servindo de plataforma bioenergética e biossintética para células proliferativas. Além de conversora de glutamina em glutamato na mitocôndria, passo inicial para o seu metabolismo, esta enzima apresenta estrutura modular à possibilidade de contato com outras proteínas

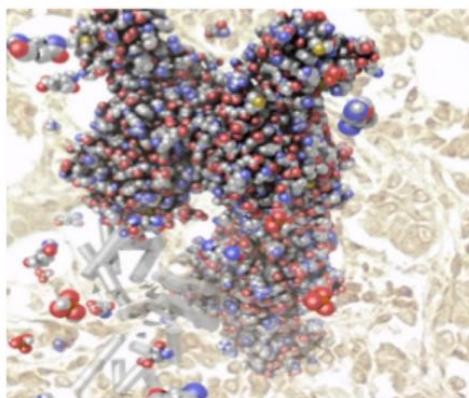


Figura 3. 3 Representação artística da estrutura cristalográfica da Glutaminase C

Resultados no Período: Os estudos da interação da isoforma Kidney-type glutaminase com o receptor nuclear PPAR γ , importante para o metabolismo de lipídios e relacionado à diferenciação e inibição do crescimento celular, avançaram. Estudos em levedura mostraram que a interação ocorre entre o N-terminal da KGA e o domínio de ligação ao ligante do PPAR γ com uma Kd de baixo micromolar. Apesar da interação aparentemente ocorrer nas mitocôndrias, a KGA foi detectada no núcleo das células. Estudos estão em curso para definir o compartimento de interação entre as proteínas. Cinco genes têm expressão alterada em função da superexpressão da KGA em células PC3. Os estudos continuam para compreender o impacto desta interação no metabolismo tumoral. Estudos de linhagens de câncer de mama triplo-negativo, assim como análises de tecidos de pacientes, revelaram rotas metabólicas e enzimas de especial importância para proliferação deste tipo de tumor. Alguns destes alvos foram confirmados em linhagens disponíveis no

²⁶ Proc. 2014/20673-2, modalidade Auxílio à Pesquisa Regular.

laboratório e a avaliação da importância dos mesmos está em andamento. Estudos visando a identificação dos mecanismos de controle da atividade de glutaminase avançaram e o envolvimento de mTOR na ativação potencialmente pós-traducional de GAC foi determinado. Hur também mostrou influenciar o nível de mRNA da GAC via interação com seu 3'UTR, enquanto pode atuar sobre a escolha de KGA via *splicing* alternativo. Novos alvos metabólicos em células de tumor de mama estão sendo avaliados. Fontes anapleróticas alternativas foram identificadas e estão em fase de confirmação. Esses genes podem revelar potenciais novos alvos para terapia coadjuvante contra glutaminase. Dois manuscritos estão em fase de publicação. Um mostra que terapias voltadas contra a inibição de glutaminase 1 podem levar a super-expressão de LGA e resgate de fenótipo proliferativo das células. O outro descreve a obtenção da estrutura cristalográfica do domínio PAS da isoforma 3 alpha do regulador transcricional HIF1 ligada a um lipídio. O artigo mostra que este lipídio é um potencial co-fator deste regulador nunca antes descrito e sua importância funcional é discutida.

Instituições Parceiras: não se aplica.

Recursos Financeiros: FAPESP²⁷²⁸.

- Regulação de ADAMs em câncer oral

Estudo do papel dos domínios e os alvos de uma metaloproteinase de membrana, ADAM17, envolvida no progresso de câncer oral. Para isso, estão sendo implementadas técnicas de espectrometria de massas e proteômica com estratégias para a descoberta de candidatos a biomarcadores, análise em larga escala em sistemas complexos utilizando proteômica quantitativa, identificação de parceiros de interação e de modificações pós-traducionais e análise de complexos para mapear regiões de interação proteína-proteína.

Resultados no Período: Os principais avanços destacados foram (1) validação de novas interações dos domínios não proteolíticos de ADAM17 e

²⁷ Proc. 2009/10875-9 Modalidade Jovem Pesquisador

²⁸ Proc. 2014/15968-3 Modalidade Auxílio à Pesquisa Regular

validação funcional desses ligantes; (2) padronização e realização de experimentos utilizando proteômica baseada em alvos; (3) estudo retrospectivo em amostras de pacientes com câncer oral utilizando tecidos fixados microdissecados associados à análise proteômica; (4) desenvolvimento de novas metodologias para análise de interação proteína-proteína por espectrometria de massas; (5) desenvolvimento de pipeline para seleção de alvos a partir da proteômica baseada em descoberta; (6) realização de experimentos com microvesículas originadas de secretoma de linhagens celulares e cultura primária de câncer oral e saliva de pacientes com câncer oral.²⁹

Instituições Parceiras: Faculdade de Odontologia de Piracicaba-UNICAMP, Instituto do Câncer do Estado de São Paulo e Universidade de Oulu, Finlândia.

Recursos Financeiros: FAPESP³⁰ e CNPq³¹.

- Tráfego intracelular mediado por miosinas não-convencionais

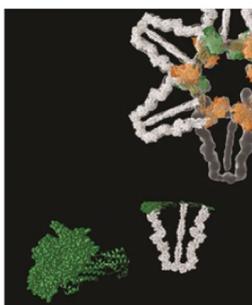


Figura 3. 4 Agrupamento de miosinas, em forma de E (em branco) e suas regiões ativas (em verde e laranja)

As miosinas não-convencionais apresentam grande importância em diversos processos fisiológicos da célula, como transporte de organelas, RNA e

²⁹ ADAM17 mediates OSCC development in an orthotopic murine model (*Molecular Cancer* 5: 13-24, 2014); Deciphering the role of the ADAM17-dependent secretome in cell signaling. (*Journal of Proteome Research* 13(4): 2080-93, 2014); Phosphoproteome analysis reveals differences in phosphosite profiles between tumorigenic and non-tumorigenic epithelial cells (*Journal of Proteomics* 7:67-81, 2014); Integrated proteomics identified up-regulated focal adhesion-mediated proteins in human squamous cell carcinoma in an orthotopic murine model (*PLoSOne* 9, e98208, 2014); Functional annotation and biological interpretation of proteomics data (*Biochimica et Biophysica Acta* 1854, 46-54, 2014); Activin a immunoexpression predicts occult lymph node metastasis and overall survival in oral tongue squamous cell carcinoma (*Head Neck*. 2014 Feb 15. doi: 10.1002/hed.23627) e Agrin and perlecan mediate tumorigenic processes in oral squamous cell carcinoma. (*PlosOne* 10.1371/journal.pone.0115004).

³⁰ Proc. 2010/19278-0, modalidade Jovem Pesquisador

³¹ Proc. 470268/2013-1, Edital Universal

vesículas; fluxo citoplasmático; formato celular; desenvolvimento embrionário; manutenção da arquitetura celular; tradução de sinais e morfogênese. De acordo com sua estrutura e especificidade, as miosinas não-convencionais interferem em uma série de mecanismos celulares e podem resultar em diversas anomalias em mamíferos, como a Síndrome de Griscelli, desordens na pigmentação, e em insetos, como defeitos na visão, citogênese, oôgenese, entre outros. Tais proteínas transportadoras usufruem de um sofisticado mecanismo de movimentação mecanoquímico e sua regulação e especificidade se baseiam em modificações conformacionais e acoplamento de co-transportadores protéicos. Desta forma, por meio do estudo das regiões de ligação às cargas moleculares, este projeto visa contribuir para a elucidação dos mecanismos moleculares de seu funcionamento, especificidade e regulação. Estes conhecimentos ampliarão o entendimento ao nível atômico dos processos envolvidos no transporte intracelular em eucariotos.

Resultados no Período: Após a publicação do artigo *Structural Insights into Functional Overlapping and Differentiation among Myosin V Motors*, na revista *Journal of Biological Chemistry* em novembro de 2013, os esforços se concentraram na parte funcional dos estudos com o domínio de ligação às cargas da MyoVa humana. Vários possíveis novos parceiros moleculares da MyoVa foram identificados. Experimentos de coimunoprecipitação, *pull-down* e localização celular foram realizados para validar tais interações. Além disso, pelo menos 12 mutações no CBD da MyoVa foram analisadas, revelando os sítios de interação da MyoVa com esses novos parceiros moleculares. No momento, a região de interação entre a MyoVa e um novo parceiro molecular que co-localiza no centrossomo está sendo mapeada, indicando uma possível nova função para MyoVa.

Instituições Parceiras: Tohoku University; Oxford University; Vermont University.

Recursos Financeiros: FAPESP³² e CNPq³³.

³² Proc. 2014/09720-9, modalidade Auxílio à Pesquisa Regular.

³³ Proc. 48.6841/2012-0, Edital Universal.

- Inibição de células T regulatórias



Figura 3. 5 Matéria repercute pesquisa com células Treg

Investigar a inibição de alvos moleculares relacionados à manutenção do fenótipo imunossupressor de células T regulatórias (Treg), que têm um papel fundamental na mediação de imunotolerância, devido à capacidade de inibir a proliferação de células T efetoras. A inativação do fenótipo imunossupressor pode potencializar terapias antitumorais, uma vez que deslocaria o equilíbrio da tolerância imunológica para favorecer a agressividade do sistema imune, a detecção e eliminação de células tumorais.

Resultados no Período: Os resultados obtidos neste ano demonstram a possibilidade de utilizar a inibição de FOXP3 para inativar o fenótipo de Treg.

Instituições Parceiras: não se aplica.

Recursos Financeiros: FAPESP³⁴.

- Desenvolvimento de estratégia para eliminação de células tumorais metastáticas por meio da utilização de imunomoduladores veiculados por vetores virais recombinantes

Desenvolvimento de estratégia para potencializar a resposta antitumoral mediada pela inoculação de células tumorais geneticamente modificadas para coestimular células T. Inicialmente, serão utilizadas células tumorais modificadas com vetores retrovirais, as quais serão irradiadas e utilizadas como vacinas, inoculadas em animais recipientes de tumores singênicos. Num

³⁴ Proc. 2012/13132-0, modalidade Auxílio à Pesquisa Regular, com aditivo aprovado em 2014.

segundo momento, vetores adenovirais serão desenvolvidos para transferir os genes que codificam fatores de imunomodulação diretamente a tumores subcutâneos, com o objetivo de desencadear resposta imune dirigida à eliminação de células tumorais localizadas nos pulmões.

Resultados no Período: A formação de tumores de melanoma metastático nos pulmões de camundongos foi padronizada e as linhagens contendo imunomoduladores foram estabelecidas e caracterizadas.

Instituições Parceiras: não se aplica.

Recursos Financeiros: FAPESP³⁵.

- Caracterização estrutural do complexo Ragulator, regulador da sinalização por aminoácidos na via da quinase mTOR

As células respondem à presença de nutrientes, especialmente aminoácidos, pela ativação de uma quinase denominada mTOR, que então coordena processos necessários para o crescimento celular, como por exemplo a síntese de novas proteínas. O nome mTOR (Target Of Rapamycin) deve-se ao fato desta quinase ser o alvo molecular da droga imunossupressora Rapamicina. Essa quinase tem sido alvo de intensos estudos devido ao seu papel em doenças como câncer e diabetes, relacionadas ao uso inadequado de nutrientes pela célula. A inibição de mTOR já é usada como tratamento em alguns tipos de câncer e também é capaz de aumentar o tempo de vida em alguns modelos animais. Este projeto visa elucidar a estrutura do Ragulator, um complexo de proteínas que participa da ativação de mTOR quando há disponibilidade de aminoácidos. Assim, será possível desenvolver novas estratégias para a inibição de mTOR.

Resultados no Período: Um modelo estrutural do complexo Ragulator contendo as sequências completas de MP1, p14, c7orf59 e HBXIP e a sequência parcial de p18 foi construído. A validação do modelo será iniciada com mutações sítio-dirigidas.

³⁵ Proc. 2012/13132-0, modalidade Auxílio à Pesquisa Regular, com aditivo aprovado em 2014.

Instituições Parceiras: UNICAMP e *Massachusetts Institute of Technology* (MIT).

Recursos Financeiros: FAPESP³⁶.

- Estudos da biogênese das subunidades catalíticas das fosfatases 2A (PP2A, PP4 e PP6) e da função celular das holoenzimas

Muitas proteínas celulares são reguladas por fosforilação, uma modificação reversível pela adição de grupos fosfato. Fosfatases são enzimas que removem o fosfato de proteínas que foram previamente modificadas por quinases. Uma das principais fosfatases de células animais e também um importante supressor tumoral é a PP2A, sua desregulação pode contribuir para o surgimento do câncer. A forma ativa da PP2A é uma enzima composta por uma subunidade catalítica, uma de ancoragem e uma regulatória. A montagem da enzima ativa requer uma complexa série de interações e modificações pós-traducionais. Este projeto tem o objetivo de elucidar os passos envolvidos na montagem da PP2A e desvendar a estrutura e função de uma das proteínas potencialmente envolvidas nesse processo, chamada TIPRL.

Resultados no Período: Cristais de TIPRL que difratam até 2,6 Å foram obtidos. O protocolo de produção de cristais marcados com selenometionina foi padronizado. Cristais da proteína marcada foram obtidos e serão enviados ao Diamond para coleta. O processo de obtenção das linhagens com expressão estável dos mutantes de PP2Ac está em andamento, assim como a caracterização funcional das proteínas mutadas.

Instituições Parceiras: UNICAMP.

Recursos Financeiros: FAPESP³⁷.

³⁶ Proc. 2014/12445-0, modalidade Auxílio à Pesquisa Regular.

³⁷ Proc. 2011/03054-9, bolsa de pesquisa em nível de doutorado direto.

Biologia Cardiovascular e Doenças Metabólicas

- Mecanismos de sinalização em insuficiência cardíaca

As cardiopatias mais prevalentes (e.g., hipertensiva e isquêmica) provocam aumento da massa (i.e., hipertrofia) e modificação da forma (i.e., remodelamento) do ventrículo esquerdo. Paralelamente, são observadas alterações estruturais complexas e progressivas do miocárdio caracterizadas por hipertrofia e degeneração dos miócitos cardíacos e fibrose intersticial. Estas alterações estruturais provocam disfunção da contratilidade e do relaxamento do miocárdio que repercutem clinicamente como insuficiência cardíaca, condição grave, responsável por parte significativa das elevadas morbidade e mortalidade das doenças cardiovasculares. A pesquisa da patogênese da hipertrofia e insuficiência cardíacas tem uma importante fronteira nos estudos da rede de sinalização celular envolvida na resposta de miócitos cardíacos e outras células miocárdicas a forças mecânicas. Estudos desenvolvidos pelo laboratório demonstram a importância da rede de sinalização representada pela quinase de adesão focal (FAK) para a gênese das alterações fenotípicas dos miócitos cardíacos em resposta ao estiramento.

Resultados no Período: Entre os mecanismos envolvidos na sinalização mediada pela FAK, tem-se obtido avanços no entendimento do controle basal da ativação da FAK, promovido principalmente pela interação com a miosina sarcomérica e pela fosfatase SHP2, além da descrição dos mecanismos de controle da ação proteolítica da calpaína sobre a FAK após o estresse mecânico. Nesse contexto, estudos demonstram que a interação da FAK com a chaperona α B-cristalina, confere proteção da FAK frente a proteólise mediada por calpaína, promovendo uma diminuição da morte celular induzida por estresse, em miócitos cardíacos³⁸. A caracterização estrutural da FAK, juntamente com a descrição de sítios de interação com proteínas envolvidas na sinalização da insuficiência cardíaca, como SHP2, α B-cristalina e MEF2C, também tem sido alvo de investigação. Estudos realizados com mutantes de

³⁸ *α B-crystallin interacts with and prevents stress-activated proteolysis of focal adhesion kinase by calpain in cardiomyocytes (Nat Commun 5:5159, 2014)*

SHP2 indicam que mutações causadoras da Síndrome de Noonan (D61G) e de LEOPARD(T468M) induzem, além de alterações de dinâmica conformacional nessa proteína, mudanças conformacionais na FAK e interferem na atividade da Shp2 e associação com a FAK. Dados cristalográficos do complexo de interação FAK/MEF2 também foram obtidos revelando que o domínio FAT da FAK, por meio das hélices 2 e 3, interage com uma fenda formada por 2 alfa-hélices localizadas na face oposta da região de interação de MEF2 com o DNA em uma estequiometria de 3 moléculas de FAT para 4 moléculas de MEF2C. Estudos da sinalização via MEF2C com ênfase no controle da diferenciação celular e ativação de mecanismos envolvidos na progressão do ciclo celular também tem destacado o papel de MEF2C no controle desses eventos em miócitos cardíacos. Resultados preliminares demonstram que a superexpressão de MEF2C tanto em cultura de miócitos cardíacos como em camundongos transgênicos leva a alterações estruturais no miócito cardíaco compatíveis com quadro de deterioração e insuficiência cardíaca. Outros esforços têm sido realizados visando uma melhor caracterização morfológica da hipertrofia e remodelamento cardíacos, assim como o mapeamento da localização subcelular da FAK por meio de técnicas de foto-oxidação e microscopia eletrônica de transmissão. Resultados promissores têm sido obtidos por meio do desenvolvimento de inibidores farmacológicos da FAK com ênfase no tratamento da hipertrofia e insuficiência cardíacas.

Instituições Parceiras: UNICAMP.

Recursos Financeiros: Recursos de Pessoal do LNBio.

- Fósseis cardíacos: um estudo paleontológico do sistema cardiovascular a partir da bacia do Araripe

Algumas evidências sugerem que os corações de câmara que equipam os vertebrados e moluscos surgiram a partir de bombas circulatórias simples semelhantes aos nossos intestinos. Como testar esta hipótese? Tradicionalmente se estuda o registro fóssil, se compara a morfologia dos animais vivos e se examina o processo de desenvolvimento, que apresenta pistas sobre a evolução das formas. As duas últimas abordagens são factíveis

e suportam a hipótese. Contudo, não há, efetivamente, registro fóssil de corações. Nosso projeto tem o propósito de iniciar o registro fóssil de corações de vertebrados a partir das condições peculiares de preservação fossilífera da bacia do Araripe no Nordeste do Brasil, que é mundialmente conhecida pela qualidade sem precedentes de fossilização, que inclui estruturas e tecidos moles como o coração, intestino, cérebro, ovários e etc.

Resultados no período: Em 2014, foi estabelecida a presença de inúmeros restos cardíacos em graus variados de preservação nas amostras, com os melhores exemplares apresentando virtualmente toda a estrutura cardíaca.

Instituições Parceiras: InCOR-HC-FMUSP, LNLS, UNICAMP, UFRJ, ESRF (França).

Recursos Financeiros: CNPq³⁹.

- Origem evolutiva das redes regulatórias da segmentação cardíaca em câmaras de influxo e efluxo

O objetivo do projeto é definir quais são os mecanismos genéticos para a formação das câmaras cardíaca, os átrios e os ventrículos de vertebrados. Análises comparativas de desenvolvimento embrionário em camundongos, galinhas e zebrafish mostraram que a sinalização pelo ácido retinóico, um derivado da Vitamina A, é um mecanismo ancestral que confere identidades atriais para células progenitoras cardíacas, enquanto que a identidade ventricular é consolidada na ausência da sinalização pelo ácido retinóico⁴⁰.

Resultados no período: foi estabelecido por meio de análise populacional em zebrafish (cerca de 3000 indivíduos) que a sinalização pelo AR também determina as identidades atriais e ventriculares das células cardíacas.

Instituições Parceiras: Caltech, USA.

Recursos Financeiros: FAPESP⁴¹.

³⁹ Proc. 481983/2013-9, modalidade Edital Universal.

⁴⁰ Signaling through retinoic acid receptors in cardiac development: Doing the right things at the right times (Biochim Biophys Acta. pii: S1874-9399(14)00221-1, 2014).

⁴¹ Proc. 2013/22695-0, modalidade Auxílio à Pesquisa Universal..

- Interações entre receptores nucleares de hormônios tireoidianos e proteínas *Receptores Nucleares (RNs) estão intimamente relacionados a doenças como câncer, síndrome metabólica, diabetes, disfunções cardíacas e obesidade, atuando direta ou indiretamente na regulação da transcrição. Neste contexto, a importância de um melhor entendimento sobre possíveis interações entre RNs e outras proteínas fica evidente.*

Resultados no Período: (1) As análises dos dados dos estudos de duplo híbrido com os receptores de hormônios tireoidianos (TR) foram finalizadas, sendo que os dados sugeriram diversos parceiros de interação com o TR, principalmente envolvidos nas vias de mTOR, p53 e ubiquitina (proteínas relacionadas à sinalização do ciclo celular, crescimento e apoptose). (2) As análises dos dados de imunoprecipitação do TR em células HEK 293Tf foram finalizadas. Os resultados indicaram diversas vias que são controladas por este receptor, mesmo na ausência dos hormônios tireoidianos, sugerindo forte participação deste no ciclo celular e em processos relacionados à proliferação e apoptose. No momento, estes estudos estão sendo padronizados em linhagens de células MCF-7, na tentativa de entender se este receptor também pode ter algum papel no desenvolvimento de câncer de mama. Dados problemas encontrados na transfecção desta linhagem, linhagens permanentes que superexpressem os receptores em questão estão sendo padronizadas com apoio do LVV. (3) Dando continuidade a estudos biofísicos, estão sendo verificados detalhes da interação do mesmo receptor e proteínas coativadoras. Detalhes das interações entre homodímeros e heterodímeros do TR com coativadores estão sendo mapeados, dado que os resultados indicam interfaces adicionais na montagem do complexo. Estas investigações estão sendo realizadas por experimentos de crosslinking e espectrometria de massas, em colaboração com o Prof. Dr. Fabio Gozzo, da Unicamp. O artigo da primeira parte desse estudo foi finalizado e submetido à revista *Molecular Endocrinology*. (4) Os estudos da formação de complexos formados entre receptores e proteínas envolvidas na formação da placa neural estão sendo concluídos. Os resultados mostram que a Proteína FEZ interage com o receptor de ácido retinóico (RAR), preferencialmente na ausência de ligantes,

atuando como um ativador independente de ligante, que ativa o receptor em mais de 200 vezes. (5) Buscou-se entender melhor como ocorrem as interações entre receptores nucleares e DNA, o que resultou em um convite para a elaboração de uma revisão sobre o assunto, publicada à revista Nuclear Receptor Research. (6) Um artigo foi publicado⁴² e outro foi submetido.

Instituições Parceiras: UNICAMP, UnB, InCor, IFSC-USP.

Recursos Financeiros: FAPESP⁴³.

Projetos Concluídos

- Sinalização celular e vias regulatórias em câncer: Nek Kinases
O projeto investigou as NIMA-related kinases (Neks), enzimas reguladoras da mitose e correlacionadas com a proliferação celular descontrolada e o aparecimento de tumores. A Nek7 humana é um regulador da divisão celular e desempenha importantes papéis no crescimento e sobrevivência de células de mamíferos.

Resultados no Período: Dois artigos foram publicados em 2014: um apresenta o interatoma da NEK7 combinado com ensaios funcionais *in vitro* e *in vivo*, e sugere propriedades catalíticas e regulatórias diferentes da enzima relacionada NEK6⁴⁴. O segundo artigo é uma revisão do conhecimento atual sobre a função das 11 NEKs humanas envolvidas na regulação do ciclo celular, e discute como a biologia de sistemas auxiliou na descoberta de que a maioria das NEKs está envolvida em mais de uma das três funções regulatórias básicas dessas proteínas: (1) dos centríolos na mitose; (2) da função ciliar com papel em ciliopatias; (3) da resposta ao dano do DNA⁴⁵. Adicionalmente, dois

⁴² *Investigation of interactions between DNA and Nuclear Receptors: an overview of the most used methods (Nuclear Receptor Research 1: ID 101090)*

⁴³ *Proc. 2013/08743-2, modalidade Auxílio à Pesquisa Regular.*

⁴⁴ *Characterization of the human NEK7 interactome suggests catalytic and regulatory properties distinct from those of NEK6 (J Proteome Res. 13(9):4074-90, 2014)*

⁴⁵ *"Stop Ne(c)king around": How systems biology can help to characterize the functions of Nek family kinases from cell cycle regulation to DNA damage response (World J Biol Chem. 5(2): 141–160, 2014)*

artigos foram submetidos para publicação. O projeto foi finalizado em 2014 devido ao desligamento do Pesquisador responsável para assumir função na UNICAMP.

Instituições Parceiras: UNICAMP.

Recursos Financeiros: FAPESP⁴⁶.

- Sinalização celular e vias regulatórias em câncer: CD30 e o metabolismo de glicose em linfomas malignos

CD30 é uma glicoproteína de membrana do tipo I que pertence à família de receptores TNF (tumor necrose fator) e é um marcador molecular da doença de Hodgkin. Após ligação do ligante CD30L, acontecem efeitos pleiotrópicos na célula, incluindo proliferação, diferenciação e apoptose, dependendo do tipo de célula, sua fase de maturação e de outras condições. Apesar do fato conhecido que o fator TRAF5 liga na região citoplasmática de CD30 e transmite sinais de sobrevivência por meio da via NFkB, pouco se conhece sobre outras proteínas que se ligam na região citoplasmática da CD30. Este projeto teve como principal objetivo a identificação e a caracterização funcional de interatores adicionais desta região, que possivelmente explicariam os efeitos pleiotrópicos da sinalização de CD30 observados.

Resultados no Período: Uma triagem de interatores foi realizada, identificando vários novos candidatos, com destaque para a vimentina (estrutura e transporte) e a creatina quinase (metabolismo energético). Os resultados obtidos incluem o mapeamento dos interatores nas regiões da parte citoplasmática da CD30 e a identificação da localização da CD30 para mitocôndrias. Anticorpos monoclonais específicos para três regiões citoplasmáticas da CD30 também foram obtidos. O projeto foi finalizado em 2014 devido ao desligamento do Pesquisador responsável para assumir função na UNICAMP.

Instituições Parceiras: UNICAMP.

Recursos Financeiros: FAPESP⁴⁷.

⁴⁶ Proc. 2008/04849-2, modalidade Auxílio à Pesquisa Regular (encerrado em set/2010)

- Sinalização celular e vias regulatórias em câncer: o papel da proteína FEZ1
A proteína FEZ1 de mamíferos apresenta expressão em tecidos neuronais. Camundongos knockout para o gene FEZ1 apresentam desvios de comportamento que remetem a desordens neurológicas brandas. Trabalhos do grupo mostraram que FEZ1 é uma proteína multifuncional capaz de interagir com inúmeras proteínas e atua pela interação e colocalização com elementos do citoesqueleto (e.g., tubulina, CLASP2) e proteínas motoras do tipo kinesina (KIF3A). A superexpressão de FEZ1 em células HEK293 provoca o aparecimento de núcleos multilobulados em mais de 40% das células, fenótipo comum em alguns tipos de leucemia e já associado à resistência das células tumorais a drogas. A proteína humana FEZ2 interage com 19 proteínas adicionais em relação à FEZ1, o que sugere que FEZ2 adquiriu novas funções.

Resultados no Período: FEZ1 e seus fragmentos foram expressos em bactéria. Clonagem e subclonagem de domínios de RAR. Padronização da transfecção de RAR em células HEK293T. Preparo de amostra para cross-linking de FEZ1-RAR. Cultivo de células-tronco embrionárias com gene FEZ2 nocauteado. O projeto foi finalizado em 2014 devido ao desligamento do Pesquisador responsável para assumir função na UNICAMP.

Instituições Parceiras: UNICAMP

Recursos Financeiros: FAPESP⁴⁸.

- Autofagia em insuficiência cardíaca
A disfunção na modulação dos níveis de autofagia tem sido associada a diversas doenças, entre elas câncer, doenças neurodegenerativas e insuficiência cardíaca. Dentre as proteínas da maquinaria da autofagia, as proteínas que fazem parte do complexo de iniciação são cruciais para o processo. O conhecimento dos sítios de interação entre essas proteínas possibilita o desenvolvimento de compostos moduladores dos níveis de

⁴⁷ Proc. 2011/17410-1, modalidade Auxílio à Pesquisa Regular (encerrado em fev/2014)

⁴⁸ Proc. 2012/18796-3, modalidade Auxílio à Pesquisa Regular.

autofagia para o tratamento da doença cardíaca. Este projeto tem como objetivo caracterizar e validar os sítios de interação das proteínas Atg13-FIP200 e FAK-FIP200 por meio de ensaio de cross-linking acoplado a espectrometria de massas. Para a sua realização, é necessário obter as proteínas de interesse fusionadas com cauda de histidina ou cauda de GST.

Resultados no Período: O projeto foi interrompido em 2014 devido ao encerramento das atividades dos estagiários.

Instituições Parceiras: não se aplica.

Recursos Financeiros: não se aplica.

- *Influência da autofagia na diferenciação miogênica de células C2C12*
A autofagia é um mecanismo de degradação intracelular pela via do lisossomo. Sob condições normais, este é um mecanismo contínuo, reparador e autossustentado para a reciclagem de componentes celulares, como proteínas de meia vida longa e organelas danificadas. A linhagem celular C2C12 é um modelo bem estabelecido para a diferenciação miogênica in vitro. Apesar disso, pouco se sabe sobre a importância da autofagia durante o processo de diferenciação miogênica. Este estudo tem como objetivo caracterizar e avaliar a importância da autofagia durante a diferenciação de mioblastos C2C12 em miotubos.

Resultados no Período: O projeto foi interrompido em 2014 devido ao encerramento das atividades dos estagiários.

Instituições Parceiras: não se aplica.

Recursos Financeiros: não se aplica.

Programa de Pesquisa em Patógenos



Investigações sobre os mecanismos moleculares e químicos envolvidos na patogenicidade e virulência de patógenos de vegetais e de humanos; estudos dos mecanismos envolvidos no desenvolvimento e diferenciação dos patógenos, na interação com o hospedeiro e na liberação de respostas de defesa; pesquisas de modelos biológicos de doenças vegetais e humanas causadas por bactérias e parasitas para estabelecer estratégias de inibição da ação dos patógenos. Compreende cinco projetos de pesquisa científica financiados por FAPESP e CNPq em andamento. Dois projetos foram concluídos. Contou com a participação de cinco pesquisadores em 2014.

Projetos em Andamento

- Estrutura e função de proteínas de citros envolvidas no reconhecimento de efetores de fitobactérias

*Este projeto faz parte da linha de pesquisa que estuda aspectos da interação planta-patógeno em Citrus e tem como objetivo elucidar a estrutura e função de proteínas de citros identificadas como interatoras dos efetores tipo TAL de *Xanthomonas citri*.*

Resultados no Período: Obtenção de cristais da proteína CsMAF1 com o uso do Laboratório de Cristalização de Proteínas (ROBOLAB), e a identificação da proteína CsEIE como uma metil-esterase de metil-salicilato.

Instituições Parceiras: não se aplica.

Recursos Financeiros: FAPESP⁴⁹.

⁴⁹ Proc. 2011/20468-1, modalidade Projeto Temático.

- Estrutura e função de proteínas de fitobactérias envolvidas em adaptação do patógeno na hospedeira

Elucidar a estrutura e função de proteínas de fitobactérias envolvidas em adaptação e sobrevivência do patógeno na planta.

Resultados no Período: Publicação de um artigo científico na revista *BMC Genomics*⁵⁰ que aborda a convergência entre o desenvolvimento do cancro cítrico e a resposta de defesa da planta através da identificação de alvos de efetores do tipo TAL (*Transcriptional activator-like*) e indica possíveis vias metabólicas do hospedeiro exploradas pelos patógenos.

Instituições Parceiras: Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP) e Universidade de Cornell (USA).

Recursos Financeiros: FAPESP⁵¹.

- Descoberta e Desenvolvimento de Compostos Antifúngicos para Controle da Doença Vassoura de Bruxa do Cacaueiro e Outras Doenças de Origem Fúngica

*As tecnologias de controle fitopatológico se desenvolveram primariamente para a agricultura temperada. No entanto, a biodiversidade presente nos exuberantes ambientes tropicais propicia o surgimento de novos mecanismos de patogenicidade. Exemplo disso é a “vassoura de bruxa” do cacaueiro, causada pelo basidiomiceto *Moniliophthora perniciosa*. Desde o ano 2000, um programa de pesquisa dedicado ao tema vem gerando um enorme acervo de informações genômicas e experimentais, das quais emergiram potenciais novos alvos para controle de doenças tropicais. Dentre eles, destacam-se a enzima oxidase alternativa (Aox) e o efector Necrosis- and Ethylene-inducing Protein (NEP), os quais não se restringem à *M. perniciosa*. O objetivo do presente Projeto Temático, que foi submetido à FAPESP sob a coordenação do Dr. Gonçalo Amarante Guimarães Pereira (UNICAMP), é elaborar novos fungicidas com base nos mecanismos de patogenicidade identificados por meio*

⁵⁰ Identification of putative TAL effector targets of the citrus canker pathogens reveals functional convergence underlying disease development and defense response (*BMC Genomics* 15:157, 2014).

⁵¹ Proc. 2011/20468-1, modalidade Projeto Temático.

da integração de especialistas das áreas de fitopatologia molecular, biologia estrutural, química sintética e medicinal e agronomia. Pesquisadores do LNBio participarão na elaboração e viabilização das rotas sintéticas para a obtenção dos compostos com potencial atividade antifúngica.

Resultados no Período: Projeto finalizado e submetido para solicitação de auxílio na FAPESP⁵² sob a Coordenação do Prof. Gonçalo Pereira, do Laboratório de Genômica e Expressão (LGE) da UNICAMP.

Instituições Parceiras: LGE – UNICAMP.

Recursos Financeiros: em solicitação.

- BACWALL – Estruturação de Complexos Moleculares da Parede Bacteriana envolvidos na Biossíntese e Virulência –

A parede bacteriana é uma estrutura tridimensional complexa que protege a célula de diferenças de pressão osmótica, garante a sua forma e exerce um papel importante no processo de divisão celular. Além disto, é essencial para a ancoragem de fatores de virulência e sistemas de secreção de toxinas, ambos importantes não só para o sistema infeccioso mas também para a sobrevivência do micro-organismo.

Resultados no Período: Em 2014, os esforços foram concentrados no afinamento de duas estruturas originais: a do fator de virulência PlpD do patógeno *Pseudomonas aeruginosa*, que é secretado da bactéria pelo sistema de secreção de tipo V, e também de SdrE, fator de virulência de *Staphylococcus aureus*, que manipula o sistema imunitário. Além disto, a caracterização bioquímica e estrutural da macroglobulina MagD de *Pseudomonas* foi feita em complexo com proteínas parceiras MagA, MagB, MagE, e MagF utilizando técnicas de microscopia eletrônica, ultracentrifugação analítica e SAXS. Esforços também foram dedicados à expressão e à purificação do complexo flippase:PBP, essencial para a formação da parede bacteriana.

⁵² Proc. 2014/17030-3, modalidade Projeto Temático, coordenado por Gonçalo A. G. Pereira (LGE – UNICAMP)

Vários artigos foram publicados em 2014⁵³; um artigo em colaboração com a USP está em revisão. Dois manuscritos que descrevem os projetos PlpD e MagD estão sendo preparados.

Instituições Parceiras: CNRS, CEA, Univ. Grenoble, IBS.

Recursos Financeiros: FAPESP⁵⁴.

- Secretoma e quinases de tripanosomatídeos

Tripanossomatídeos são protozoários flagelados responsáveis por uma variedade de doenças humanas, como doença de Chagas (causada pelo Trypanosoma cruzi), leishmaniose (causada por diferentes espécies do gênero Leishmania) e tripanossomíase africana, comumente conhecida como doença do sono, (causada pelo Trypanosoma brucei). Todos estes parasitas são transmitidos por insetos e invadem uma diversidade de tecidos ou tipos celulares em hospedeiros mamíferos possuindo um ciclo de vida digenético. A sobrevivência destes organismos dentro do microambiente do hospedeiro requer a liberação e transporte regulado de inúmeras glicoproteínas e glicolípidios, além de transportadores membranaais, enzimas e receptores. A compreensão da biologia destes parasitas é a chave para o desenvolvimento de novas terapias contra as doenças causadas por tripanossomatídeos. Este projeto tem o objetivo de elucidar mecanismos moleculares envolvidos nas redes metabólicas dos parasitas e nas interações parasita-hospedeiro através de uma abordagem multidisciplinar visando prover informações essenciais para a busca e desenho de novas drogas contra estes importantes patógenos humanos.

Resultados no Período: Como no semestre anterior, foi dada continuidade aos experimentos e análises para comprovar um novo mecanismo regulatório

⁵³ Membrane and chaperone recognition by the major translocator protein PopB of the type III secretion system of *Pseudomonas aeruginosa* (*Journal of Biological Chemistry* 289(6):3591-601, 2014); Resistance to antibiotics targeted to the bacterial cell wall (*Protein Science* 23(3):243-59, 2014); Structural Basis of Pilus Anchoring by the Ancillary Pilin RrgC of *Streptococcus pneumoniae* (*J Biol Chem.* 289(24):16988-97, 2014); Structural Similarity of Secretins from Type II and Type III Secretion Systems (*Structure* 22(9):1348-55, 2014); Structural basis for the inhibition of the chromatin repressor BAHD1 by the bacterial nucleomodulin LntA (*Mbio* 21;5(1):e00775-13, 2014); Structure of a bacterial α 2-macroglobulin reveals mimicry of eukaryotic innate immunity (*Nat Commun.* 5:4917, 2014).

⁵⁴ Proc. 2011/52067-6, modalidade Temático/São Paulo Excellence Chair (SPEC).

por cálcio de peroxirredoxinas (Prxs) mitocondriais de tripanossomatídeos. Mais 8 mutações pontuais foram realizadas, assim como a produção e caracterização desses mutantes perante oligomerização. Tais dados confirmaram os determinantes estruturais para a dependência de cálcio das Prxs mitocondriais e demonstraram que um resíduo de histidina atua como um biosensor de pH para desencadear a oligomerização dessas enzimas.

Instituições Parceiras: FioCruz. IBMC/Portugal. USP/SP.

Recursos Financeiros: FAPESP⁵⁵.

Projetos Concluídos

- Transportadores ABC de bactérias

*O projeto avaliou a importância de transportadores ABC para a fisiologia, desenvolvimento e infecção de *Xanthomonas axonopodis* pv. *citri*. Três linhas principais foram desenvolvidas, envolvendo (1) o papel do sulfato e compostos sulfonatos, (2) do fosfato e (3) do nitrato na fisiologia da bactéria e desenvolvimento do cancro cítrico.*

Resultados no Período: Três artigos foram publicados⁵⁶. O projeto foi finalizado em 2014 devido ao desligamento da pesquisadora responsável para assumir função na USP-SP.

Instituições Parceiras: Não se aplica.

Recursos Financeiros: FAPESP⁵⁷

⁵⁵ Proc. 2010/51730-0, SMOLBNET 2.0. (Encerrado em dezembro/2012)

⁵⁶ *Xanthan Gum Removal for 1H-NMR Analysis of the Intracellular Metabolome of the Bacteria *Xanthomonas axonopodis* pv. *citri** 306 (*Metabolites* 4(2):218-31, 2014); *Phosphate regulated proteins of *Xanthomonas citri* subsp. *citri*: A proteomic approach* (*Journal of Proteomics* 108C:78-88, 2014); *Structure determination of a sugar-binding protein from the phytopathogenic bacterium *Xanthomonas citri** (*Acta Crystallographica Section F*70: 564-571).

⁵⁷ Proc. 2013/09172-9, modalidade Auxílio à Pesquisa Regular, transferido para USP/SP.

- Transportadores ABC de *Mycobacterium tuberculosis*.

*Projeto em finalização, teve por objetivo a produção de transportadores ABC de *Mycobacterium tuberculosis* envolvidos no fenômeno de resistência múltipla a drogas para caracterização funcional e estrutural. Os alvos principais alvos foram 17 transportadores do tipo exportadores que formam complexos proteicos na membrana celular.*

Resultados no Período: No ano, 47 genes envolvidos na formação dos complexos foram clonados e avaliados. Cinco componentes de membrana e 12 ATPases foram expressos. Foram avaliadas a produção das proteínas de membrana em conjunto com as ATPases e a reconstituição dos transportadores para estudos funcionais. Os ensaios de estabilidade em diferentes detergentes, produção em larga escala e cristalização foram iniciados. Como parte do treinamento nesta área de proteínas de membrana, uma pós-doutoranda passou dois meses no laboratório da colaboradora Dra. Isabel de Moraes e conseguiu cristais de um dos transportadores que difrataram a 7 Å, no *Diamond Light Source*, na Inglaterra. O projeto foi finalizado em 2014 devido ao desligamento da Pesquisadora responsável para assumir função na USP-SP.

Instituições Parceiras: *Diamond Light Source*, na Inglaterra.

Recursos Financeiros: FAPESP⁵⁸.

Programa de Pesquisa em Engenharia Biológica



Integrar conhecimentos básicos em biociências em aplicações biotecnológicas de interesse acadêmico, agrícola ou industrial e concentrar competências especializadas no entendimento de fenômenos biológicos complexos e sua tradução em produtos e processos que resultem em impacto científico, econômico e social. Envolve estudos de enzimas e vias metabólicas de interesse em processos biotecnológicos, bem como desenvolvimento de organismos geneticamente modificados com aplicações agrícolas ou acadêmicas. O Programa conta com a

⁵⁸ Proc. 2012/23469-1, bolsa de pós-doutorado BEPE.

participação de oito pesquisadores, responsáveis por seis projetos de pesquisa e desenvolvimento.

- **Plataforma Biotecnológica de Produção de Esteróides**

A diosgenina é uma sapogenina esteroideal que serve de composto de partida para produção de diversos medicamentos esteroides, tais como anti-inflamatórios, diuréticos, antiasmáticos e anticoncepcionais. A diosgenina é extraída de plantas popularmente conhecidas como inhame-selvagem. Este projeto tem como objetivo estabelecer a cadeia de produção de esteroides derivados de diosgenina. Para isso, serão estabelecidas parcerias para o fornecimento de matéria prima, extração de diosgenina e produção biotecnológica de ingredientes farmacêuticamente ativos (IFAs) esteroidais.

Resultados no Período: Foi estabelecida uma parceria com a profa. Ana Maria Viana, da UFSC, para a produção de mudas de barbasco por micropropagação in vitro. Em colaboração com o CTBE, foi iniciado os estudos para o escalonamento da etapa de hidrólise enzimática da biomassa presente na farinha de barbasco. Outra nova parceria foi estabelecida com a profa. Maria Angela de Almeida Meireles da Faculdade de Engenharia de Alimentos da UNICAMP com o propósito de estabelecer um processo de extração da diosgenina através do uso de fluídos em estado supercrítico. O emprego de extração por fluido supercrítico representa uma alternativa mais limpa ao processo convencional de extração com solventes orgânicos. Os primeiros resultados desta parceria apontam para a viabilidade técnica do uso da extração por fluido supercrítico na recuperação da diosgenina presente no hidrolisado enzimático da farinha de barbasco. Por fim, a equipe do LQPN estabeleceu uma nova rota para síntese de progesterona, que reduz o número de etapas reacionais do processo tradicional e substitui um catalisador químico por uma catálise enzimática, utilizando como biocatalisador uma enzima produzida de maneira recombinante no LNBio.

Instituições Parceiras: IAC, UFSC, CTBE, UNICAMP

Recursos Financeiros: CNPq⁵⁹.

- Enzimas com aplicações biotecnológicas: estrutura, função, estabilidade e engenharia molecular

A síntese, modificação e degradação de carboidratos são processos de grande importância na biologia de plantas e animais, além de apresentarem grande potencial biotecnológico nos mais diversos setores industriais. Porém, apesar de décadas de estudos na área de Enzimologia de Carboidratos, apenas uma pequena fração do repertório mecanístico da natureza para tais processos são conhecidos, o que tem limitado nosso entendimento e o uso racional dessas enzimas em processos industriais como a produção de biocombustíveis. Neste sentido, este projeto visa ampliar nosso conhecimento das bases moleculares da especificidade, eficiência catalítica e estabilidade de hidrolases glicosídicas e outras proteínas acessórias, gerando informações primordiais para a compreensão da biologia do processo e para o desenho racional de enzimas para fins biotecnológicos.

Resultados no Período: Avanços na elucidação de novas atividades dentro do universo das hidrolases glicosídicas, como a compreensão de diferentes aspectos mecanísticos de enzimas da família GH43⁶⁰ e a caracterização do sistema xilanolítico do fitopatógeno *Xanthomonas*⁶¹. Além disso, foi proposta a base molecular para a tolerância e estímulo de certas enzimas pelo seu produto, o que representa um grande desafio na área de sacarificação de biomassa lignocelulósica⁶². Coletivamente, esses trabalhos mostram uma nova forma de reconhecimento ao carboidrato, por meio de sua extremidade redutora e traz informações para o redesenho de enzimas, visando maior tolerância a inibição pelo produto.

⁵⁹ Proc. 40.2566/2011-4, Encomenda COBR.

⁶⁰ *Mechanistic strategies for catalysis adopted by evolutionary distinct family 43 arabinanases (J Biol Chem. 289(11):7362-73, 2014)*

⁶¹ *Molecular mechanisms associated with xylan degradation by Xanthomonas plant pathogens (J Biol Chem. 2014 Nov 14;289(46):32186-200, 2014)*

⁶² *Structural basis for glucose tolerance in GH1 β -glucosidases (Acta Crystallogr D Biol Crystallogr. 2014 70(Pt 6):1631-9, 2014)*

Instituições Parceiras: U.S. *Department of Agriculture* – USDA, USA; CTBE; USP e *Newcastle University*.

Recursos Financeiros: FAPESP^{63,64}.

- Estudos estruturais de proteínas envolvidas na divisão bacteriana
Bactérias se dividem por fissão binária, pela ação de um complexo macromolecular comumente chamado de divisomo. Em termos mecânicos, o papel do divisomo é promover uma mudança na direção de crescimento do envelope (parede mais membranas) bacteriano. A principal proteína neste complexo é a FtsZ, uma homóloga de tubulina.

Resultados no Período: Estrutura tridimensional da proteína ZapA, componente do complexo divisomo, foi resolvida e um manuscrito para publicação se encontra em preparação. Uma pós-doutoranda do LNBio foi contemplada com uma bolsa FAPESP-BEPE e está em Madri realizando parte dos experimentos relacionados a este projeto.

Instituições Parceiras: Instituto de Química da Universidade de São Paulo – USP/SP; Universidade de Madri, Espanha.

Recursos Financeiros: FAPESP⁶⁵.

- Obtenção de plantas resistentes à bactéria causadora do Cancro Cítrico
O objetivo do projeto é gerar plantas de laranja doce com resistência aumentada à Xanthomonas citri, agente causal do cancro cítrico.

Resultados no Período: Não houve resultados relevantes em 2014.

Instituições Parceiras: Escola Superior de Agronomia "Luiz de Queiroz" - ESALQ – USP.

Recursos Financeiros: FAPESP⁶⁶.

⁶³ Proc. 2013/13309-0, modalidade Auxílio à Pesquisa Regular.

⁶⁴ Proc. 2014/07135-1, modalidade Equipamento Multiusuário (EMU).

⁶⁵ Proc. 2010/51870-7, bolsa de pesquisa em nível de pós doutorado/BEPE.

- Engenharia e Desenvolvimento de Vetores para Transferência Gênica
Desenvolver e aprimorar diferentes plataformas de transferência gênica que possibilitem a veiculação de cassetes de expressão ou de RNAi para células alvo.

Resultados no Período: Os esforços estão centralizados em duas plataformas para delivery em células T: (1) plataforma lentiviral: está sendo desenvolvido um novo envelope lentiviral para dirigir o tropismo por células T ativadas. Ensaio preliminares indicam sucesso da estratégia. Ensaio adicionais estão sendo realizados para verificar a especificidade do envelope, que poderá ser objeto de patente em breve; (2) plataforma não viral baseada em aptâmeros de RNA: uma nova estratégia para acoplar cargos em aptâmeros de RNA está sendo desenvolvida.

Instituições Parceiras: não se aplica.

Recursos Financeiros: CNPq⁶⁷.

Projeto Concluído

- Caracterização estrutural e funcional de enzimas lipolíticas.
O projeto teve como objetivo a caracterização estrutural de novas enzimas lipolíticas isoladas de ambientes contaminados com dejetos de indústrias químicas.

Resultados no Período: Todos os ensaios de cinética e caracterização funcional de três enzimas foram realizados, dados de difração de três delas e de dois mutantes do sítio catalítico foram obtidos, assim como a resolução de suas estruturas tridimensionais. Análises de bioinformática foram realizadas para estudos de evolução dirigida. Os mutantes desenhados nessas análises foram purificados e usados em ensaios com diferentes substratos para comparação com os demais. As proteínas mostraram capacidade de degradar

⁶⁶ Proc. FAPESP 2011/20468-1, modalidade Projeto Temático.

⁶⁷ Proc. 401670/2014-7, modalidade Encomenda COBR.

ácidos graxos e gorduras de cadeias curta e longa. Apesar dos resultados promissores, o projeto foi finalizado em 2014 devido ao desligamento da Pesquisadora responsável para assumir função na USP-SP.

Instituições Parceiras: Universidade de Cambridge

Recursos Financeiros: não apresenta.

Programa de Pesquisa e Desenvolvimento em Biologia Computacional



Conduzir projetos de desenvolvimento e aplicação de ferramentas baseadas em biologia computacional para resolver problemas biológicos, como análise de estruturas de moléculas, interações entre alvos biológicos e moléculas, análise de dados gerados por estudos genômicos, transcriptômicos, proteômicos e metabolômicos. Disponibilizar tais ferramentas para pesquisadores internos e para a comunidade científica e empresarial brasileira. O programa contou com três pesquisadores, envolvidos nas atividades descritas a seguir.

Na última década, as áreas biotecnológicas têm se beneficiado de avanços científicos e tecnológicos que propiciaram a obtenção de grandes quantidades de informação sobre sistemas biológicos. Toda essa gama de informações permite que os sistemas biológicos de interesse sejam investigados como um sistema, no qual os componentes interagem e modificam espécies moleculares para a manifestação fenotípica. A complexidade desse conjunto de dados exige um desenvolvimento paralelo das estratégias de análise e da modelagem, além de infraestrutura computacional compatível com a dimensão do problema. O programa de pesquisa e desenvolvimento em biologia computacional compreende três subprogramas: bioinformática estrutural (StrBioinfo); armazenamento, processamento e análise de dados em ciências 'ômicas' (Bioinfo4Omics); e bioinformática de sistemas biológicos (Bioinfo4SB).

- StrBioinfo – Métodos de análise de interação proteína-proteína *in silico*



Figura 3. 6 Artigo é capa da Science Signaling

Desenvolvimento e utilização de métodos computacionais para criação de modelos estruturais de complexos biomacromoleculares. São estudados aspectos de redução da complexidade espacial, funções de pontuação e utilização de informações experimentais como dados cristalográficos, ligação cruzada com reagentes químicos e troca de hidrogênio/deutério obtidos por espectroscopia de massas e ligantes conhecidos para aumentar a usabilidade destes modelos no desenvolvimento de agentes moduladores de atividade proteica, bem como no entendimento de mecanismos de sinalização molecular mediados por interações biomacromoleculares.

Resultados no Período: Publicação de artigo na revista *Science Signaling*⁶⁸ demonstrando que a fosforilação ocorre em sítios estruturais complexos, formados por resíduos de diferentes partes da estrutura do substrato. O artigo apresenta uma quebra de paradigma para os mecanismos de fosforilação e por isso ganhou a capa da revista em 4/11.

Instituição Parceira: Instituto de Química – USP.

Recursos Financeiros: Recursos do CNPEM destinados ao pagamento do pessoal do LNBio envolvido no projeto.

⁶⁸ *Protein folding creates structure-based, noncontiguous consensus phosphorylation motifs recognized by kinases. Science Signaling 7(350): p. Ra105, 2014.*

- StrBioinfo – Desenvolvimento de algoritmos computacionais em biologia estrutural

O desenvolvimento de novos métodos que permitam a análise de estruturas de biomacromoléculas de uma forma rápida e acurada é um dos grandes desafios na área de biologia estrutural. Neste sentido, a aplicação de técnicas computacionais que auxiliam na análise e predição de características estruturais de macromoléculas está se desenvolvendo rapidamente, com o barateamento do poder computacional e o crescimento rápido da base de dados de estruturas de biomacromoléculas, o PDB.

Resultados no Período: Um algoritmo de análise de cavidades proteicas que permite uma identificação rápida e acurada de várias propriedades topológicas e físico-químicas foi desenvolvido, divulgado em artigo publicado no periódico *BMC Bioinformatics*⁶⁹. Trabalha-se também em um projeto para o entendimento da evolução do código genético utilizando abordagem computacional para criar códigos genéticos hipotéticos mais robustos. Um artigo está em revisão na revista *BMC Bioinformatics*.

Instituições Parceiras: Departamento de Computação e Matemática, FFCLRP-USP.

Recursos Financeiros: Recursos de Pessoal do LNBio.

- StrBioinfo – Predição e análise estrutural de biomacromoléculas

O crescimento substancial de dados experimentais de macromoléculas biológicas, bem como a diminuição do custo de equipamentos de processamento de alto desempenho tem propiciado a elaboração de modelos teóricos computacionais cada vez mais acurados, permitindo a pesquisadores um melhor entendimento da função biológica de sistemas macromoleculares. Este projeto visa a criação de modelos computacionais que permitam fazer inferências sobre sistemas macromoleculares em que os dados experimentais

⁶⁹ KVFinder: Steered Computational Identification of Cavities within Protein Structures (*BMC Bioinformatics* 15(1):197, 2014).

sejam incompletos ou pouco entendidos. Estes modelos permitem o entendimento da função biológica, por meio da avaliação estrutural levando em conta parâmetros termodinâmicos obtidos a partir de avaliação conformacional por mecânica molecular e métodos estatísticos.

Resultados no Período: O trabalho de doutorado de Protein-protein docking pipeline using a two-step algorithm with experimental validation foi apresentado no 11th International Meeting on Computational Intelligence Methods for Bioinformatics and Biostatistics - CIBB 2014, Cambridge, Reino Unido, 26-28/06. Vários artigos em colaboração utilizam métodos desenvolvidos neste projeto.

Instituições Parceiras: não se aplica.

Recursos Financeiros: Recursos de Pessoal do LNBio.

- StrBioinfo/Bioinfo4Omics – Papel dos Receptores FC na evasão imune bacterial

A interação antígeno-anticorpo é reconhecida na superfície celular por uma classe de glicoproteínas de membrana, pertencentes à superfamília das imunoglobulinas e chamadas de receptores Fc de imunoglobulinas (FcR). Entretanto, em 2007, foi publicado na Nature Medicine que a bactéria E. coli é capaz de se ligar diretamente a um receptor de IgG, nomeado de CD16, inibindo a fagocitose mediada por este receptor. O ponto de interação entre tal receptor e a bactéria E. coli permanece desconhecido. O objetivo deste trabalho é caracterizar este ponto de contato e investigar a possível ocorrência de respostas semelhantes, por meio da análise estrutural de outros receptores e de outras bactérias.

Resultados no Período: A triagem computacional de proteínas de *E. coli* envolvidas com a interação com CD16 foi finalizada, o que resultou em 32 candidatas. Estas proteínas estão sendo testadas experimentalmente.

Instituições Parceiras: Faculdade de Medicina - USP e *Institut National de la Santé et de la Recherche Médicale* (INSERM), França.

Recursos Financeiros: FAPESP⁷⁰.

- Bioinfo4SB – Modelagem dinâmica e estrutural de redes biológicas e descoberta de alvos e drogas

Desenvolvimento de novos módulos (pipelines) dentro de uma plataforma integrativa recentemente desenvolvida no LBI para (i) processamento e análise estatística de dados oriundos de transcritômica, proteômica e metabolômica, (ii) construção de redes condicionais e estruturais a partir desses dados, e (iii) modelagem destas redes de interação, de forma otimizada e automatizada, dentro de uma perspectiva de biologia de sistemas baseada em redes complexas no câncer. Serão desenvolvidos modelos dinâmicos in silico para a análise das redes de interação (interactomas), e a identificação e validação de alvos terapêuticos e possíveis inibidores (drogas) com potencial para testes pré-clínicos e clínicos, que possam ser utilizados em novas estratégias terapêuticas anticâncer. Pretende-se implementar uma linha de pesquisa em biologia de sistemas voltada para a análise integrativa de dados ômicos e estruturais em redes de interação, como ponto de partida para a investigação das propriedades emergentes dos sistemas biológicos em seus diferentes níveis (células, tecidos e organismos), abrangendo diversos organismos, com foco nos estudos com genes/proteínas humanas relacionadas ao câncer e à descoberta de drogas.

Resultados no Período: Artigo publicado no periódico PLoS ONE⁷¹.

Instituições Parceiras: não se aplica.

Recursos Financeiros: CNPq⁷².

⁷⁰ Proc. 2012/51468-0, modalidade Projeto Temático coordenado por Irineu Tadeu Velasco (Fac. Medicina/USP).

⁷¹ IIS – Integrated Interactome System: A Web-Based Platform for the Annotation, Analysis and Visualization of Protein-Metabolite-Gene-Drug Interactions by Integrating a Variety of Data Sources and Tools (PLoS ONE 9(6): e100385, 2014).

⁷² Proc. 483795/2013-5, Edital Universal.

Projeto Concluído

- Bioinfo4Omics – Ferramenta de análise de dados de espectrometria de massa

Colaboração com pesquisadores de instituições do Brasil e dos Estados Unidos na análise de dados de espectrometria de massas auxiliou no entendimento da ubiquitinação de proteínas após o processo inflamatório.

Resultados no Período: A colaboração com grupo da UNIFESP que estuda o fungo *Paracoccidioides brasiliensis*, causador da Doença de Lutz-Splendore-Almeida, uma enfermidade pulmonar, resultou na publicação de um artigo no *EuPA Open Proteomics*⁷³. O entendimento da biologia desse fungo pode ajudar no desenvolvimento de um novo fármaco para a cura dessa doença. O projeto foi finalizado em 2014 devido ao desligamento do pesquisador responsável do CNPEM, que assumiu função na Purdue University, Indiana – EUA.

Instituições Parceiras: Universidade do Texas, EUA e UNIFESP.

Recursos Financeiros: Recursos de pessoal do LNBio.

3.4 Parcerias Tecnológicas com Empresas

O ano de 2014 foi marcado pela continuidade dos projetos de pesquisa e desenvolvimento em cooperação com a indústria, e pela assinatura de novos convênios com as seguintes empresas: ColOff, Brasil Kirin, Chromadex, Phytobios. Essa conduta reflete investimento nos objetivos estratégicos do LNBio de identificar novas áreas de atuação estratégica em biociências e biotecnologia, assim como ampliar a cooperação com empresas públicas e privadas em projetos de pesquisa, desenvolvimento e inovação nas áreas de saúde, materiais, energia, agricultura e meio ambiente. Os principais avanços obtidos nos projetos de pesquisa e desenvolvimento em parceria com empresas são apresentados a seguir.

⁷³ *Proteome of cell wall-extracts from pathogenic Paracoccidioides brasiliensis: Comparison among morphological phases, isolates, and reported fungal extracellular vesicle proteins (EuPA Open Proteomics 3: 216–228, 2014).*

- Brasil Kirin: Biotecnologia para o desenvolvimento de novos biocatalisadores



Figura 3. 7 Brasil Kirin divulga parceria com o LNBio

Parceria compreende a realização de diferentes projetos, elaborados com o objetivo de desenvolver soluções tecnológicas exclusivas aos processos de produção de bebidas da empresa. O LNBio disponibilizará a infraestrutura para pesquisas. A Brasil Kirin, por sua vez, investirá recursos para a execução das atividades. Além disso, ambas as partes aplicarão nos projetos o know how de seus pesquisadores.

Status: As atividades foram iniciadas em 2014, com o envolvimento de pesquisadores do LNBio e da Brasil Kirin.

Recursos Financeiros: Brasil Kirin, EMBRAPPII.

- Recepta Biopharma: Projeto LIMA – Geração de linhagens celulares produtoras de proteínas recombinantes e banco de linhagens celulares
Medicamentos biológicos são macromoléculas proteicas que se diferenciam dos fármacos tradicionais por sua dimensão, complexidade e processos biológicos de produção. Eles destinam-se ao tratamento de doenças como: câncer, artrite reumatoide, infecções por vírus e outras. Em 2011, o SUS gastou mais de R\$ 3 bilhões com medicamentos de alto custo, dos quais 45% foram gastos com biológicos, os quais representaram apenas 2% do consumo. Este fato gera impacto na balança comercial de fármacos, a qual apresentou déficit de cerca de seis bilhões de dólares em 2013. As linhagens celulares a serem desenvolvidas e estocadas neste projeto visam resolver um “gargalo” nacional para a produção desses medicamentos. O objetivo do projeto é produzir e estocar em biobancos as linhagens celulares produtoras de proteínas recombinantes (incluindo anticorpos monoclonais) para uso como

ingrediente ativo em medicamentos biológicos. As exigências de qualidade aplicáveis a esse projeto são semelhantes às da indústria farmacêutica de biológicos/injetáveis.

Status: Em 2014, foram aportados recursos do MCTI (8º aditivo ao contrato de gestão – Biotec), do MS (Siconv) e foi formalizada contratação do BNDES-Funtec. Foram realizadas as seguintes atividades, com o apoio da consultoria Vectech (Detroit – USA): 1- Conclusão da planta da área destinada ao projeto; 2- Conclusão dos documentos referentes às especificações técnicas e exigências regulatórias do projeto (*User Requirement Specifications* e *Room Design Criteria*); 3- Início da elaboração do sistema de qualidade com redação dos primeiros Procedimentos Operacionais Padrão (POPs). Uma nova colaboradora foi contratada para atuar na área de qualidade e certificação GMP. Uma empresa de engenharia foi contratada, por meio de avaliação competitiva, para a criação do projeto executivo. A vencedora foi a M + W Brasil, empresa brasileira de matriz alemã com sólida experiência em planejamento de plantas farmacêuticas para operação em GMP. Os primeiros equipamentos foram adquiridos e o parecer de uma consultoria especializada em regulamentação de biológicos (Biologicals Consulting Group, Virginia USA) foi recebido.

Recursos Financeiros: MCTI, MS, BNDES, Contrato de Gestão LNBio – BIOTEC.

- **Recepta Biopharma:** Controle de qualidade de medicamentos biológicos

A complexa cadeia de produção de medicamentos biológicos apresenta uma lacuna na área de controle de qualidade. Como esses fármacos são produzidos por células, há muitos possíveis fatores de variações entre lotes de produção. Essas variações, ainda que pequenas, podem impactar na eficácia e segurança desses medicamentos. Por isso, as autoridades regulatórias são exigentes nos testes de controle de qualidade que devem ser realizados com BPL/GLP (Boas Práticas de Laboratório / Good Laboratory Practices). Não há unidades que prestem este serviço nos padrões exigidos pela ANVISA no Brasil. Este projeto visa suprir uma lacuna nacional neste importante setor. O

objetivo é realizar testes de controle de qualidade para medicamentos biológicos com certificação GMP e aceitação da ANVISA.

Status: O projeto foi criado e submetido ao SICONV (Sistema de Convênios do Governo Federal) no final de 2013, porém não recebeu apoio.

Recursos Financeiros: não se aplica.

- ColOff: Desenvolvimento de kit diagnóstico para diarreia



Figura 3. 8 Projeto repercute na imprensa

Diagnosticar de forma rápida e barata se a diarreia é causada por bactérias, vírus ou parasitas. Este é o principal objetivo do kit de diagnóstico que está sendo desenvolvido no LNBio, em parceria com a empresa ColOff. Financiado pelo Programa Inova Saúde da FINEP, o projeto custará cerca de 1,5 milhão de reais e será concluído em 2016, com a entrega do protótipo de um teste rápido para diagnóstico in vitro do tipo Point-of-Care que atue como exame imunocromatográfico das fezes. O teste poderá ser utilizado por agentes de saúde em qualquer lugar, até em áreas muito remotas, e auxiliará o tratamento dos pacientes. Algumas gotas de fezes serão depositadas sobre o dispositivo de diagnóstico e, depois de 10 minutos, será possível conhecer o tipo de infecção causadora da diarreia. O mecanismo de funcionamento do kit baseia-se em anticorpos específicos projetados para detectar e sinalizar a presença de biomarcadores dos principais tipos de bactérias, vírus e parasitas responsáveis por casos de diarreia no Brasil.

Status: Assinatura do Contrato de Cooperação entre LNBio/CNPEM e a empresa ColOff no dia 20 de fevereiro de 2014 e subsequente assinatura do Convênio de Cooperação entre LNBio/CNPEM, ColOFF e MCTI/FINEP em 26 de fevereiro de 2014. Aprovações dos testes que serão realizados pelo CEP e CONEP não foram obtidas, devido à falta de definição do laboratório de análises clínicas parceiro. Para superar esse obstáculo, os trabalhos focaram duas vertentes: 1. Prospecção de acordo de cooperação com um laboratório de análises clínicas (status: em andamento); 2. Solicitação de adiamento desta exigência junto à Finep, condicionando-a à segunda etapa de liberação de recursos do projeto (status: aprovada pela FINEP). Com relação ao desenvolvimento científico, o projeto está em fase de levantamento de referências e validação dos biomarcadores que serão utilizados no desenvolvimento do teste. Os principais biomarcadores já foram elencados com base nas informações disponíveis na literatura e nos produtos similares comercializados. Os planejamentos de estratégias de produção de anticorpos, de montagem do dispositivo, e das construções de proteínas que serão produzidas/obtidas para o desenvolvimento do produto estão em andamento.

Recursos Financeiros: ColOff, MCTI/FINEP, MS/SCTIE/DECIIS.

- Chromadex: Biblioteca de produtos naturais da biodiversidade estrangeira



Figura 3. 9 Colaboração repercutiu na imprensa nacional e estrangeira

O acordo permite ao LNBio ter acesso a uma vasta biblioteca de compostos naturais extraídos da biodiversidade estrangeira. Essas substâncias serão testadas no LNBio na plataforma de High Throughput Screening, para que compostos com potencial valor de mercado, possivelmente patenteáveis para indicações terapêuticas específicas, sejam selecionados. A Empresa

Chromadex dos EUA possui vasta biblioteca de produtos naturais estrangeiros prontos para testes e sem as restrições do CGen. Esses testes permitirão avançar no domínio da tecnologia e eventualmente realizar alguma descoberta relevante.

Status: A parceria com a empresa Chromadex (Califórnia EUA) foi formalizada no primeiro semestre de 2014. No início de 2015, o LNBio receberá frações de extratos e produtos naturais purificados para os testes, programados para ocorrer em fevereiro de 2015. As células e os materiais necessários foram adquiridos. O primeiro ensaio a ser realizado será a triagem para atividade antidepressiva (projeto RENAMA *in vitro*).

Recursos Financeiros: CNPq⁷⁴.

- Phytobios: Biblioteca de produtos naturais da biodiversidade brasileira.



Figura 3. 10 Portal do Governo Federal divulga colaboração

O objetivo é realizar tarefas de descoberta de novos fármacos (drug discovery) por meio de testes na plataforma de High Througput Screening do LNBio, utilizando bibliotecas de produtos naturais fornecidas pela empresa Phytobios. Este projeto é similar ao realizado com a Chromadex, porém utilizará produtos naturais oriundos da biodiversidade brasileira. A Phytobios, braço de pesquisas do Grupo Centroflora, realizou expedição de bioprospecção em áreas preservadas da Mata Atlântica paulista, da qual resultou a coleta de 50 espécimes vegetais. As coletas foram realizadas com autorização do CGen e

⁷⁴ Proc. 403580/2012-9, Edital RENAMA.

de acordo com os modernos padrões de bioprospecção. O material foi submetido a processos extrativos do qual resultaram cerca de 200 frações de extratos que serão enviadas ao LNBio. Estão programadas ainda expedições à caatinga nordestina para a coleta de novas espécies vegetais, dentro dos mesmos padrões acima.

Status: O contrato entre o LNBio e a Phytobios foi firmado em novembro de 2014. Espera-se que 500 frações de extratos sejam enviados ao LNBio, para serem utilizadas em campanhas de triagens – a primeira delas focará a descoberta de um antidepressivo inovador proveniente da biodiversidade brasileira (projeto RENAMA *in vitro*).

Recursos Financeiros: Phytobios/Centroflora e CNPq⁷⁵.

- Natura: Plataforma Tecnológica da Biologia da Pele

O convênio com a empresa Natura visa o compartilhamento de horas de uso da plataforma de HTS/HCS do LNBio e foi prorrogado por mais 30 meses, prevendo, no total, a utilização de cerca de 1500 horas de uso da plataforma de triagem de compostos bioativos da Plataforma de Biologia Química e Triagem – PBQT, antigo Laboratório de Bioensaios (LBE).

Status: No primeiro semestre de 2014, quatro horas de equipamento foram utilizadas pela empresa.

Recursos Financeiros: não houve aporte de recursos em 2014.

- Participação em Redes Estratégicas – RENAMA

A Rede Nacional de Métodos Alternativos (Renama) ao uso de animais foi criada em 2012, por meio da portaria n 491, seu objetivo é estimular o desenvolvimento, a validação e a disseminação de métodos alternativos e complementares ao uso de animais no Brasil. O Laboratório Nacional de Biociências (LNBio), o Instituto Nacional de Metrologia Qualidade e Tecnologia (Inmetro) e o Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde (INCQS)

⁷⁵ Proc. 403508/2012-9, Edital Renama.

são os laboratórios centrais da Renama, que conta ainda com um crescente número de laboratórios associados. Os impactos esperados dos projetos RENAMA são: 1- reduzir e/ou substituir o uso de animais de experimentação; 2- acelerar e baratear o desenvolvimento de fármacos, cosméticos, produtos de limpeza, agroquímicos e outros e 3- Aumentar o potencial preditivo dos testes pré clínicos reduzindo o número de fracassos terapêuticos de produtos testados apenas em animais.

- Núcleo de simulações computacionais do LNBio (Testes *in silico*)



Figura 3. 11 Divulgação do Edital RENAMA

Uma das vetentes da RENAMA é o uso de testes in silico, voltados ao desenvolvimento de fármacos e cosméticos (pequenas moléculas). Testes in silico utilizam sistemas computacionais para prever propriedades farmacológicas de substâncias. Estes ensaios baseiam-se na avaliação da estrutura molecular proposta por modelos computacionais e estatísticos criados a partir de informações produzidas em décadas de experimentação farmacêutica. Tais simulações oferecem previsões teóricas de parâmetros como: efeitos biológicos esperados, biodisponibilidade oral e toxicidade para diversos órgãos e sistemas. Quando o alvo é conhecido, também é possível avaliar a capacidade de ligação deste à nova entidade química.

Status: O edital 01 da RENAMA foi aberto com o objetivo de disponibilizar a realização gratuita de testes *in silico* (simulações computacionais) para o desenvolvimento de fármacos e cosméticos. A chamada aprovou 19 propostas, das instituições: Fiocruz/Farmanguinhos, Cristália, Eurofarma, Grupo Boticário, Natura Cosméticos e Inforium Educacional. Um bolsista de pós doutorado foi

contratado para a execução dos testes e vários treinamentos para capacitação na nova tecnologia foram realizados.

Empresas/Insituições Parceiras: INMETRO, Farmanguinhos/FIOcruz; Cristalia, Eurofarma, Boticário, Natura e Inforium

Recursos financeiros: Edital RENAMA/CNPq⁷⁶.

- Implantação de testes *in vitro* de eficácia e toxicidade em triagem de alto desempenho para a descoberta de fármacos

Realização de ensaios in vitro para testar a eficácia e toxicidade de extratos e frações obtidos a partir de produtos naturais para descoberta de fármacos com atividade contra depressão.

Status: Foram obtidas as linhagens de células de mamíferos que expressam proteínas humanas recaptadoras dos neurotransmissores serotonina, noradrenalina e dopamina e todos os insumos necessários. Essas linhagens serão usadas em processos de triagens de bibliotecas de produtos naturais fornecidos pelas empresas Phytobios e Chromadex, as quais devem ser recebidas no LNBio em janeiro de 2015, quando os testes serão realizados.

Empresas Parceiras: Chromadex e Phytobios.

Recursos Financeiros: CNPq⁷⁷.

- Cultivo de tecidos humanos para testes farmacológicos e toxicológicos (Human on a Chip)

O objetivo do projeto é estabelecer uma plataforma para realizar o cultivo de tecidos humanos para testes farmacológicos. A tecnologia é chamada de “Human on a Chip” e permite o cultivo simultâneo de vários tecidos em uma unidade microfluídica. Esse projeto será executado de 2015 a 2017 em parceria com os três laboratórios centrais da RENAMA.

⁷⁶ Recurso de custeio recebido pelo Extra Contrato de Gestão do LNBio.

⁷⁷ Proc. 403580/2012-9, Edital RENAMA.

Status: O projeto foi submetido e aprovado pelo CNPq no segundo semestre de 2014, no valor de R\$ 991 mil para aplicação em 2015.

Empresas/Instituições Parceiras: Boticário, Instituto Nacional de Controle de Qualidade em Saúde (INCQS) - FIOCRUZ e INMETRO

Recursos Financeiros: CNPq⁷⁸.

Prestações de Serviço

No que se refere às prestações de serviço tecnológicos especializados, foram concluídas duas propostas comerciais iniciadas em 2013 e uma iniciada em 2014 com a empresa Cristália, duas propostas com a empresa Eurofarma, ambas iniciadas em 2014 e uma proposta iniciada em 2013 com a empresa Natura. A conclusão das propostas demonstra a capacitação técnica do LNBio em relação ao desenvolvimento e análise de produtos biológicos, com participação dos Laboratórios de Espectroscopia e Calorimetria (LEC), de Espectrometria de Massas (MAS) e de Biologia Computacional (LABICOMP).

3.5 Infraestrutura, operação e melhorias técnicas

As obras para ampliação do LNBio, realizadas com recurso da Reserva Técnica Institucional da FAPESP, foram concluídas no início do primeiro semestre de 2014. Os grupos de pesquisa iniciaram as atividades na nova área no período, e estão sendo beneficiados pela nova organização do espaço e otimização de uso dos equipamentos.

Com a ocupação do novo laboratório de biologia molecular, foi dado início ao planejamento e execução da reforma e readequação das Instalações Laboratoriais do LNBio. O projeto executivo da Fase I foi finalizado, e as obras estão com o início previsto para janeiro de 2015. As Instalações beneficiadas por essa etapa da reforma serão o LEC, PBQT e LQPN. Isso possibilitará a

⁷⁸ Proc. 401825/2014-0, Encomenda COBRG.

acomodação do novo “Centro de Descoberta e Desenvolvimento de Fármacos”, que será constituído pelo PBQT, LQPN e pela Biblioteca de Compostos Químicos, bem como do Laboratório de Linhagens e Banco de Células (Projeto LIMA, ver 3.4 Parcerias Tecnológicas e Institucionais). As Instalações MAS, ROBOLAB, LMA, LPP e SEQ serão beneficiadas com a execução da Fase II da reforma, que incluirá uma área de apoio para uso geral e sala de radionuclídeos.

A seguir serão apresentadas as melhorias de infraestrutura e operação das Instalações Laboratoriais do LNBio.

1. Laboratório de Espectrometria de Massas (MAS)

Não houve melhorias para a instalação em 2014, entretanto, une-se esforços para buscar recursos na FAPESP. Além disso, no primeiro semestre de 2015, o laboratório vai passar por reforma da infraestrutura para melhorar a instalação como um todo.

2. Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear (RMN)

A sala de preparação de amostras para ressonância magnética foi transferida para uma área dentro da sala dos magnetos, facilitando o acesso de usuários e otimizando o desenvolvimento dos projetos.

3. Laboratório de Espectroscopia e Calorimetria (LEC)

As modificações no modo de agendamento dos experimentos foram consolidadas, e este passou a ser feito pelo próprio usuário no Portal de Serviços do CNPEM. Essa alteração melhorou a fluidez/logística do uso do laboratório, facilitando o agendamento e modificações na agenda. A troca dos espelhos dos espectropolarímetros (CD), um dos equipamentos mais utilizados no LEC, foi realizada. Foram adquiridos, instalados e calibrados novos jogos de espelhos, com ajustes no feixe de luz. Além disso, foi habilitado o módulo de fluorescência. A troca de espelhos é uma manutenção importante do espectropolarímetro, garantindo que o mesmo forneça resultados de ótima qualidade. O módulo de fluorescência está em fase de teste, mas deverá ser muito utilizado pelos usuários, pois permite monitorar dois sinais diferentes (dicroísmo circular e fluorescência) simultaneamente.

O espectrofotômetro teve sua lâmpada trocada, o que tornou mais ágil o setup do equipamento, além de melhorar a qualidade das análises.

Um detergente especial próprio para a sua limpeza dos calorímetros (ITC e DSC) está sendo utilizado para garantia de ótimas condições de uso. Protocolos de limpeza especial foram padronizados e deverão ser realizados como manutenção mensal periódica. Novas seringas para aplicação de amostra foram adquiridas, evitando possíveis danos ao equipamento.

Com relação à ultracentrífuga analítica, foram realizadas manutenções padrão de troca de óleo do motor, além de calibração e limpeza do monocromador. O levantamento das peças que devem ser substituídas foi realizado, uma nova placa com sensor de temperatura e novas lentes para montagem de porta amostras, que deverão ser adquiridos no próximo semestre.

O DLS de placa encontra-se em manutenção devido a um problema no laser. A troca do laser foi avaliada, mas dado o pequeno número de usuários (2 nos últimos 3 anos) e o alto custo de manutenção, a viabilidade de operação deste equipamento está sob análise.

Com relação ao DLS de cubeta, foi realizada a uma manutenção no software e adquirida uma nova cubeta de volume menor (20uL), reduzindo a quantidade de amostra necessária para a realização do experimento.

Por fim, foi aprovado e liberado o recurso do projeto ColOff/Finep, que será utilizado para a aquisição de dois equipamentos, um de termoforesis e um SEC-MALS.

4. Laboratório de Microarranjos de DNA (LMA)

Um projeto foi preparado durante o primeiro semestre para submissão à FAPESP na modalidade Reparo de Equipamentos para recuperar a capacidade de atendimento da Instalação. O recurso solicitado beneficiará as duas unidades da *GeneChip Fluidics Station 450 Affymetrix* e o *GeneChip Scanner 3000 Affymetrix* e corresponde a cerca de US\$ 94 mil para reposição de módulos e peças, e R\$ 7 mil para serviços especializados de troca do laser, troca dos módulos das estações fluídicas e calibrações do scanner. O Coordenador do LMA desligou-se do CNPEM no segundo semestre de 2014 após aprovação e nomeação em concurso público para a UNICAMP.

5. Laboratório de Cristalização de Proteínas (ROBOLAB)

Foi realizada a aquisição de peças de reposição para os equipamentos Honeybee, Matrix Maker e Rock Imager, o que tornará a troca mais rápida, quando necessário, já que os equipamentos não têm assistência técnica no Brasil. Novos kits de cristalização foram preparados, aumentando as opções de kits para testes iniciais. Foram adquiridos reagentes, placas e selos. Um minicurso sobre novas tecnologias e aplicações da técnica de espalhamento de luz na cristalização e estudos de macromoléculas foi realizado em 09/06/2014 pelo Prof. Christian Betzel da Universidade de Hamburgo que tem grande experiência em Biologia Estrutural e foi um dos responsáveis pela primeira estrutura resolvida por *free electron laser*, publicada na Science em 2013. A equipe da instalação e outros usuários internos do ROBOLAB participaram do minicurso. Além disso, neste ano foi instalado um novo detector na linha de luz MX2 (Pilatus 2M) que demandou grande dedicação para seu comissionamento e que reduziu drasticamente o tempo de coleta de dados, otimizando assim o uso desta instalação.

6. Plataforma de Biologia Química e Triagem (PBQT) – antigo Laboratório de Bioensaios (LBE)

Ainda como LBE, foi implementado um laboratório de nível P2, adequado para o trabalho com parasitas, permitindo o início do desenvolvimento de ensaios de HCS de Leishmania, *T. cruzi*, *T. brucei*, dengue e chikungunya. O pipetador automático Janus MDT e a Plataforma EnVision passaram por 32 e 50 horas de manutenção, respectivamente. No segundo semestre de 2014, o LBE foi atualizado para PBQT - Plataforma de Biologia Química e Triagem (CBSP - *Chemical Biology and Screening Platform*), conferindo maior visibilidade às atividades desenvolvidas.

7. Laboratório de Biologia Computacional (LABICOMP) – antigo Laboratório de Bioinformática (LBI)

Em 2014, foi proposta a mudança do nome do LBI para Laboratório de Biologia Computacional (LABICOMP). O novo nome descreve as atividades desenvolvidas no laboratório de forma mais abrangente, uma vez que bioinformática é um termo restrito a uma parte da biologia computacional.

Foram dedicadas 7000 horas de equipamentos para pesquisas internas, tanto para o desenvolvimento de ferramentas computacionais quanto para análises em colaboração com outras instituições. Cabe registrar a adição de 40 núcleos ao cluster de computadores, a aquisição de 24 Gb de memória RAM e a aquisição de 4 Tb de espaço em disco em 2014. Além disso, o LABICOMP, ainda como LBI, participou de dois projetos relacionados à infraestrutura computacional no período. “Computação de Alta Performance voltada pra Bioinformática” consistiu na aquisição e estabelecimento de um cluster de alta-performance voltado para análises computacionais aplicados à genômica em parceria com a Fundação Antônio Prudente/AC Camargo Cancer Center, a UNIFESP/UFRN e a USP, com financiamento da FAPESP. O objetivo da “Rede Nacional de Bioinformática”, em parceria com o LNCC e a UFMG e financiada pelo CNPq, é identificar as infraestruturas computacionais disponíveis nos Centros Nacionais de Processamento de Alto Desempenho (CENAPAD), estruturados no sistema SINAPAD e em outras instituições, e criar uma infraestrutura de computação distribuída para plataformas de desenvolvimento de softwares na área de Bioinformática. Os recursos de ambos os projetos foram aplicados em infraestrutura computacional nas instituições coordenadoras, garantindo ao LNBio a possibilidade de utilização dessa infraestrutura de forma colaborativa.

8. Laboratório de Modificação de Genoma (LMG)

O LMG produziu catorze linhagens de camundongos geneticamente modificados no primeiro semestre de 2014, sendo 5 pelo método de injeção pró nuclear, 3 por injeção de lentivírus e 6 por microinjeção de blastocisto (quimeras). As linhagens foram produzidas sob demanda de cinco projetos internos do LNBio. O LMG recebeu a aprovação da primeira parcela de um recurso proveniente do MS, que será destinado à gestão e operação do laboratório.

9. Laboratório de Vetores Virais (LVV)

O LVV realizou 365 preparações virais em 2014, sendo 39 de projetos externos. Foi realizada manutenção na autoclave e aquisição de cilindro reserva de CO2 para suprir pane no *backup*. Também foi feita reforma na sala

retirando divisória e alterando-se o layout. Foram habilitadas para uso duas centrífugas não refrigeradas para tubos 15-50mL e para *ependorf*, que estavam paradas no LNBio. Um Freezer -80°C para armazenar amostras NB-2 conforme recomendação da ANVISA, e uma geladeira duplex foram adquiridos para o LVV com recursos da FAPESP⁷⁹. Um projeto aprovado pelo CNPq⁸⁰ possibilitará a compra de um citômetro de fluxo e reagentes para produção de vetores virais.

10. Laboratório de Purificação de Proteínas (LPP)

O LPP atendeu apenas a projetos internos do LNBio em 2014, correspondendo a um total de 22.850 horas de equipamentos dedicados à purificação de proteínas. Além do treinamento básico oferecido aos 18 novos usuários do LPP em 2014, três treinamentos foram disponibilizados pelas empresas BioRad e GE Healthcare, com disponibilização dos seguintes equipamentos: NGC da BioRad (30 dias); AKTA Pure da GE (30 dias); AKTA START da GE (45 dias).

11. Laboratório de Sequenciamento de DNA (SEQ)

Em 2014, o SEQ foi utilizado para a análise de 7.039 amostras, sendo 4.518 internas e 2.521 de pesquisadores externos ao CNPEM. Essas análises corresponderam ao uso de 882 horas de equipamento para análise de amostras internas (64%) e externas (36%). O Equipamento de sequenciamento de DNA apresentou necessidade de reparos no segundo semestre de 2014 e está fora de operação. Os experimentos de sequenciamento do LNBio estão sendo realizados no CTBE.

12. Laboratório de Química e Produtos Naturais (LQPN)

O LQPN adquiriu, durante o ano de 2014, os principais equipamentos para síntese orgânica e fracionamento de extratos naturais com recurso do CNPq⁸¹ e da FAPESP⁸². Para a análise de compostos sintéticos e naturais, dois novos sistemas de cromatografia líquida foram instalados junto ao laboratório de

⁷⁹ Proc. 2012/13132-0, modalidade Auxílio à Pesquisa Regular

⁸⁰ Proc. 401670/2014-7, modalidade Encomenda COBRG.

⁸¹ Proc. 402566/2011-4, modalidade Encomenda COBRG.

⁸² Proc. 2013/16534-4, modalidade Auxílio à Pesquisa Regular.

RMN, já encontram-se em operação, após realização de treinamento técnico. Os demais equipamentos serão instalados após a finalização da reforma e readequação do espaço físico das Instalações Laboratoriais do LNBio. Os integrantes do LQPN trabalharam no planejamento e distribuição do espaço físico do futuro laboratório, cujo início da operação está previsto para o primeiro trimestre de 2015.

- **Bibliotecas de produtos naturais:** O Conselho de Gestão do Patrimônio Genético (CGen) aprovou as autorizações de acesso à coleção de produtos naturais do Prof. Dr. Roberto G. S. Berlinck (IQSC-USP) e à coleção de micro-organismos da Dra Luciane Chimetto/ Prof Marcelo Brocci (IB-Unicamp). Parte das amostras do Prof. Berlinck já foram enviadas ao LNBio (n=181) e as mesmas já foram plaqueadas em formato compatível com os ensaios HTS do LNBio. Foram também enviados 26 exemplares de isolados bacterianos para os testes de extração e fracionamento para a construção da biblioteca *in house* do LNBio, cujos procedimentos já foram iniciados no LQPN. Firmou-se também parceria com a empresa americana ChromaDex para o fornecimento de produtos naturais derivados de plantas, sendo que a transferência dos materiais encontra-se em andamento. Foi também assinado contrato de parceria com a empresa brasileira Phytobios para o fornecimento de extratos de plantas brasileiras, com autorização IBAMA/CGen para acesso à esta coleção. O primeiro lote de extratos da Phytobios já foi enviado ao LNBio (n=40) e estes serão fracionados no LNBio por profissional da Phytobios. Planeja-se a geração de 400 frações enriquecidas adequadas para HTS. Um primeiro teste de fracionamento destes extratos já foi realizado utilizando os equipamentos recentemente adquiridos e instalados no LQPN.
- **Drug discovery:** O LNBio foi selecionado para participar do programa *Capes/Universidade de Nottingham de Projetos Conjuntos de Pesquisa em Drug Discovery*⁸³, visando o treinamento de pesquisadores na área de química medicinal e desenvolvimento de fármacos. Sendo assim, as

⁸³ Proc. CAPES no. 004/2014, Edital 041/2013 Capes/Universidade de Nottingham.

técnicas e os conhecimentos adquiridos durante este Programa serão implementados nas futuras atividades do LQPN.

13. Laboratório de Imagens Biológicas (LIB)

O Laboratório de Imagens Biológicas foi criado em 2013 a partir da aquisição de um Microscópio Confocal TSC Leica SP8, o qual permite a realização de análises de amostras biológicas *in vivo* ou fixadas por meio do módulo de varredura, reconstrução tridimensional e animação em 3D, colocação em multi-marcações, experimentos dinâmicos com interação ao vivo (time lapse), FRAP, FRET ou separação espectral. Linhas de laser disponíveis são: 405nm, 458nm, 476nm, 488nm, 496nm, 514nm, 561nm, 594nm e 633nm. Durante o ano de 2014, foram cadastrados mais de 30 projetos do LNBio e 5 do LNLS totalizando aproximadamente 1.300h de uso. Ainda durante este período, foi publicado na *Nature Communications*⁸⁴ um trabalho que contou com imagens obtidas pelo microscópio confocal. Foram realizadas 5 visitas técnicas preventivas para alinhamento completo do sistema, bem como 2 visitas técnicas para troca de fibra óptica de saída do laser de argônio e substituição do módulo de escaneamento. No segundo semestre, o *Workshop on Recent Advances and Applications in Confocal and Widefield Microscopy* (<http://pages.cnpem.br/confocalmicroscopy2014/>) foi realizado em parceria com a Leica. O evento contou com mais de 150 participantes inscritos, representantes de 20 instituições de sete estados brasileiros. Novo evento está previsto para o segundo semestre de 2015.

⁸⁴ *α B-crystallin interacts with and prevents stress-activated proteolysis of focal adhesion kinase by calpain in cardiomyocytes (Nat Commun 5:5159, 2014)*

3.7 Iniciativas de Capacitação e Treinamento

3.7.1 Seminários e Palestras

O LNBio realiza, semanalmente, reuniões científicas sobre temas atuais que refletem o estado da arte nas áreas de especialidade dos pesquisadores palestrantes, constituindo uma importante oportunidade de atualização e realização de discussões científicas de alto nível. As apresentações destas reuniões são realizadas por pesquisadores do LNBio e convidados de outras Instituições de Ensino e Pesquisa. Os seminários são divulgados no *site* do Laboratório e possuem frequência média de 70 participantes, entre pesquisadores, bolsistas e colaboradores do LNBio.

Em 2014 foram realizados 22 seminários, dos quais quinze foram conduzidos por Pesquisadores do LNBio, um por convidado da USP e seis por convidados internacionais (Tabela 1).

Tabela 3.1. Palestrantes e temas apresentados nas reuniões científicas do LNBio em 2014.

Pesquisador (a)	Tema
Christopher Rudd University of Cambridge, Inglaterra	New Pathways that Regulate T-cell immunity.
Ari Sadanandom University of Durham, Inglaterra	Ubiquitin and Ubiquitin-like proteins in plant stress signalling
James Chen Stanford University, EUA	I only have eye for ewe: genetic and chemical regulators of the Hedgehog pathway.
Rony Seger The Weizmann Institute of Science, Israel	The nuclear translocation of mapks: a novel target for the cure of signaling-related diseases.
Joan Roig Institute for Research in Biomedicine - IRB, Barcelona, Espanha	The NIMA-family kinases Nek9, Nek6 and Nek7: regulating the centrosome cycle downstream of Plk1.
Albane le Maire Nuclear Receptors and Coregulators Group Centre de Biochimie Structurale – CNRS	Nuclear Receptors and Coregulators.
Silvia Stuchi e Silvia Berlanga de Moraes Barros Universidade de São Paulo - USP	1) Modelos alternativos de pele para avaliação de segurança de eficácia de medicamentos e cosméticos. 2) Estado da arte de testes alternativos ao uso de animais.
Mario Murakami	Structural and functional insights into the multilayered mechanisms involved in intracellular transport mediated by class V myosins
Lucio Freitas	RNAi applications in Drug Discovery.

Celso Benedetti	How divergent cyclophilins regulate their isomerase activity.
Ana Zeri	Dissecando os componentes do complexo de divisão bacteriano e suas interações por RMN e biologia molecular.
Paulo Oliveira	Improving functional characterization by steered identification of cavities in proteins
Juliana Smetana	In vitro assembly and structural studies of the Ragulator complex
Daniela Trivella	Discovery, mechanism and design of next generation proteasome inhibitors for cancer chemotherapy
Artur Cordeiro	Otimização de hits no LNBio, do LBE ao LQPN.
Carol Borsoi	Drug discovery for Chagas disease: where we stand and the way forward.
Angela Costa	Using the zebrafish to study early heart development and disease.
Alisson Cardoso	Direct interaction with FAK couples MEF2 transcriptional activity to mechanical sensing in cardiac myocytes.
Andre Ambrosio	Identificação de ácidos graxos insaturados como cofatores estruturais da isoformas 3 α do fator de transcrição induzível por hypoxia.
Hozana Castillo	Regulation of retinoic acid signaling in vertebrate development: Insights from evolutionary-conserved enhancers in the <i>Raldh2</i> gene.
Marcio Bajgelman	Engenharia de vetores virais e desenvolvimento de estratégias para imunomodulação antitumoral.
Ana Figueira	O Receptor de Hormônios Tireoidianos e algumas de suas Interações.

Além disso, os Pesquisadores do LNBio apresentaram 25 trabalhos em congressos nacionais e internacionais, ministraram 39 aulas, palestras ou seminários em Instituições de Ensino e Pesquisa e participaram de 62 bancas examinadoras de dissertações, teses e qualificações.

Trabalhos apresentados em Congressos

- *Discovery-to-Targeted Pipeline for Biomarkers and Therapeutic Targets.* Adriana Paes Leme. American Society for Mass Spectrometry, Baltimore, EUA. Data: 15 a 19/06/2014.

- *Metabolic Profiling applications at LNBio*. Ana Carolina Zeri. Metabolic Profiling Workshop 2014 – Lima, Peru. Data: 05/07/2014.
- *A Global Science Playground*. Ana Carolina de Matos Zeri. *Solve for <x> Google*. San Martin, California. Data: 02/06/2014.
- Identification of a new cofactor for HIF-3 (apresentação oral). André Ambrosio. SBBq 2014, Foz do Iguaçu. Data: 17/05/2014.
- Identification of a new cofactor for HIF-3 (poster). André Ambrosio. BioMed Central Meeting on Metabolism, Diet and Disease: Cancer and metabolism. Washington DC, USA. Data: 28 a 30/05/2014.
- Is the enzymatic activity of the Liver-type Glutaminase towards L-glutamine really required for protection against oxidative stress in cells? (poster). André Ambrosio. BioMed Central Meeting on Metabolism, Diet and Disease: Cancer and metabolism, Washington DC, USA. Data: 28 a 30/05/2014.
- *Identification of new inhibitors for the NADPH producing enzymes from T. cruzi*. Artur Cordeiro. 46th Microsymposium on Parasite/Trypanosomatid metabolism, drug design and glycosomes. Amsterdam Institute for Molecules, Medicines and Systems, Amsterdã, Holanda. Data: 23 e 24/10/2014.
- *Discovery, mechanism and design of next generation proteasome inhibitors for cancer chemotherapy*. Daniela Trivella. 46º Congresso Brasileiro de Farmacologia e Terapêutica Experimental, Fortaleza, Brasil. Data: 21 a 24/10/2014.
- *Biologia Molecular do Cancer*. Juliana Smetana. Pré CAEB – Congresso Aberto dos Estudantes de Biologia, IB – UNICAMP. Data: 18/10/2014.
- *Microscopia de alto desempenho e análises celulares de alto conteúdo*. Juliana Smetana. III Simpósio de Integração dos Programas de Biologia Celular UFV, UFMG e UFU. Data: 12/11/2014.
- *Mini Curso “Microscopia de alto desempenho e análises celulares de alto conteúdo”*. Juliana Smetana. III Simpósio de Integração dos Programas de Biologia Celular UFV, UFMG e UFU. Data: 11 e 12/11/2014.
- *Mesa Redonda sobre HCS*. Lucio Freitas. Técnicas Avançadas de Imagem Ótica aplicada à Pesquisa e Medicina Translacional - FMUSP – SP. Data: 25/04/2014.

- High Content Screening and Chemical Genetics for a Deeper Understanding of Cell-Parasite Interactions. Lucio Freitas. I Host-Pathogen Interactions Meeting, University of Brasília. Data: 28-30 de maio de 2014.
- *Challenges in HCS and Drug Discovery for Neglected Diseases*. Lucio Freitas. 1º. Encontro Brasileiro de High Content Screening, Hemocentro de Ribeirão Preto, SP. Data: 31/03 a 04/04/2014.
- O que é pesquisa translacional? Explicando com modelo de descoberta de drogas. Lucio Freitas. I Congresso Paranaense de Parasitologia - Londrina, PR. Data: 06/08/2014. XII EEBBA - UNESP – Assis. Data: 06/10/2014.
- *WP progress and Synergy Meeting - HCS on MNTrypl*. Lucio Freitas. NMTrypl Meeting - Porto – Portugal. Data: 18/09/2014.
- Anti-infective chemotherapy: the use of high contentscreening technologies for neglected diseases drug discovery. Lucio Freitas. XII International Meeting on Paracoccidioidomycosis. Data: 22/09/2014.
- *Drug discovery for neglected tropical diseases*. Lucio Freitas. 46o. Congresso Brasileiro de Farmacologia e Terapêutica Experimental. Data: 22/10/2014.
- *Advances and Limitations of High Content Screening for Leishmaniasis*. Lucio Freitas. American Society of Tropical Medicine and Hygiene 63rd Meeting - New Orleans, EUA. Data: 03/11/2014.
- *Phenotypic screening and drug discovery for neglected diseases*. Lucio Freitas. V Encontro de Pesquisa em Parasitologia do ICB/UFMG: Novas Abordagens para Antigos Problemas. Data: 25/11/2014.
- Engenharia de Vetores e desenvolvimento de Estratégias de transferência Gênica. Marcio Bajgelman. Fesbe, Caxambu. Data: 28/08/2014.
- Using High Content Analysis to define senescence in tumor cells. Sandra Dias. Meeting High Content Analysis 2014, La Jolla. Data: 19-20 Fev. 2014.
- Evaluation of the Impact of Kidney Type Glutaminase and PPARg Interaction for Cancer Cell Metabolism. Sandra Dias. SBBq 2014, Foz do Iguaçu. Data: 17-20 maio 2014.
- Is the enzymatic activity of the Liver-type Glutaminase towards L-glutamine really required for protection against oxidative stress in cells? Sandra Dias. AACR, Washington, USA.

- Identification of lipids as novel intracellular cofactors of the hypoxia-inducible factor 3 α , HIF-3 α . Sandra Dias. AACR, Washington, USA.

Aulas, Palestras e Seminários

- Fundamentos e Princípios da Espectrometria de Massas. Adriana Paes Leme. Disciplina de Métodos do IB, USP-São Paulo. Data: 26/03/2014.
- *Are we ready for targeted proteomics in the context of biomarkers and therapeutic targets?* Adriana Paes Leme. Disciplina Seminários Gerais em Biociências e Tecnologia de Produtos Bioativos (BTPB) do Instituto de Biologia/UNICAMP. Data: 04/04/2014.
- *Discovery-to-Targeted Pipeline for Biomarkers and Therapeutic Targets.* Adriana Paes Leme. Seminário do Curso de Pós-graduação em Biologia Funcional e Molecular – UNICAMP. Data: 23/04/2014.
- Estudos de complexos formados por receptores nucleares e proteínas correguladoras. Ana Carolina Migliorini Figueira. Disciplina PPG BTPB. UNICAMP. Data: 13/06/2014.
- Técnicas espectroscópicas para o estudo de proteínas. Ana Figueira. Disciplina Unicamp/ LNBio. Data: 10/02/2014.
- Glutaminases e o processo de adaptação metabólica tumoral. André Ambrosio. Universidade Federal de São Carlos, Campus Sorocaba. Data: 13/05/2014.
- Cristalografia de macromoléculas por difração de raios x. André Ambrosio. Turma de graduação em Biologia, Unicamp. Data: 17/04/2014.
- *Identification of a new cofactor for HIF-3.* Hospital Sírio Libanês. Data: 10/09/2014.
- *Identification of a new cofactor for HIF-3.* CBMEG - UNICAMP. Data: 30/10/2014.
- *Institut de Biochimie et Chimie des Protéines.* Andrea Dessen. Lyon, França. Data: abril/2014.
- *48h of GRAL.* Andrea Dessen. Grenoble, França. Data: abril/2014.

- *Gordon Research Conference*. Andrea Dessen. Vermont, USA. Data: junho/14.
- *Latin American Crystallography Congress*, CNPEM. Andrea Dessen. Data: setembro/14.
- *Institute Jean Roget*. Andrea Dessen. Grenoble, França. Data: setembro/2014.
- *Biomembranes and membrane protein Workshop*. Andrea Dessen. Grenoble, França. Data: novembro/2014
- Princípios Gerais de HTS. Artur Torres Cordeiro. IB – UNICAMP. Data: 30/05/2014.
- *Chemical Biology of Trypanosoma cruzi*. Carolina Borsoi. Laboratório de Biotecnologia - Inmetro - Xerém, RJ. Data: 22/05/2014.
- *Marine natural products as protein tyrosine phosphatase inhibitors*. Daniela Trivella. Gordon Research Conference on Marine Natural Products, Ventura, CA, USA. Data: 03/05/2014.
- *Contribution of interactomics to the functional characterization of Nek kinases*. Jörg Kobarg. Institute for Research in Biomedicine – Barcelona – Spain. Data: 21.1.2014.
- “Stop Ne(c)king around”: How systems biology can help to characterize the functions of Nek family kinases from cell cycle regulation to DNA damage response. Jörg Kobarg. SB-meeting- Europe-Brazil Meeting on Systems and Synthetic biology. Natal-RN, Brasil. Data: 12 março 2014.
- Identificação e caracterização de novos alvos moleculares para o diagnóstico e a terapia de câncer. Jörg Kobarg. 50° Reunião Comitê Científico SEM. Data: 16.05.2014.
- O papel de membros da família de Nek cinases humanas na regulação do ciclo celular e da resposta a danos de DNA. Jörg Kobarg. IQ USP São Paulo-Seminários Gerais em Bioquímica. Data: 22.5.2014.
- Ensaios fenotípicos e descoberta de fármacos para doenças negligenciadas. Lucio Freitas. Departamento de Biologia Celular, Universidade de Brasília - Brasília, DF. Data: 21/02/2014.
- Desafios na implementação e oportunidades de sucesso das plataformas de triagem e descoberta de fármacos no Brasil. Lucio Freitas. Faculdade de

Medicina, Universidade Federal do Ceará - Fortaleza, CE. Data: 17/03/2014.

- Phenotypic Screening for Drug Discovery for Neglected Diseases and Its Advantages in Lead Optimization Studies. Lucio Freitas. Instituto de Química, UNICAMP - Campinas, SP. Data: 20/03/2014.
- *Phenotypic Screening for Drug Discovery for Neglected Diseases*. Lucio Freitas. Instituto Nacional de Ciências e Tecnologia de Fármacos e Medicamentos (INCT-INOVAR), Faculdade de Farmácia, Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro, RJ. Data: 29/04/2014.
- How Phenotypic Screening Has Changed the Landscape of Drug Discovery for Neglected Diseases, and How It Can Be Applied to Other Disease Models. Lucio Freitas. Instituto de Química, Universidade de São Paulo - São Paulo, SP. Data: 15/05/2014.
- Challenges in HCS and Drug Discovery for Neglected Diseases. Lucio Freitas. Laboratório de Biotecnologia - Inmetro - Xerém, RJ. Data: 22/05/2014.
- *Neglected diseases drug Discovery*. Lucio Freitas. Instituto de Biologia, Universidade Federal do Rio de Janeiro - Rio de Janeiro, RJ. 03/06/2014.
- O que é pesquisa translacional? Explicando com modelo de descoberta de drogas. Lucio Freitas. Instituto de Medicina Tropical - USP – SP. Data: 09/09/2014.
- Phenotypic screening at the forefront of neglected diseases drug discovery. Lucio Freitas. Fiocruz - Curitiba – Brasil. Data: 29/10/2014.
- *HCS as a strategy for the development of physiologically relevant drug assays*. Lucio Freitas. FAPESP-RSC-MMV-DNDi workshop “Frontiers in Science on Neglected Diseases”. Data: 14/11/2014.
- Engenharia de Vetores e Desenvolvimento de Estratégias para Terapia Gênica. Marcio Bajgelman. FM- USP Ribeirão Preto. Data: 24/10/2014
- Desenvolvimento de plataformas virais recombinantes: a transferência gênica *in vitro* e *ex vivo* com alvo de explorar estudos de função e novos protocolos terapêuticos. Marcio Bajgelman. Universidade Federal de São Carlos. UFSCar. Data: 19/11/2014.

- Predição *in silico* de complexos macromoleculares: desafios e soluções. Paulo S. L. Oliveira. Uberlândia. Data: 24/04/2014.
- Active Glutaminase C self-assembles into a supra-tetrameric structure which can be disrupted by the allosteric inhibitor BPTES. Sandra Dias. IB – UNICAMP. Data: 25/04/2014.
- *Cancer and the glutamine addiction*. Sandra Dias. Faculdade Medicina USP - Encontro Weizmann-Brazil. Data: 30/10/2014.
- *Cancer and the glutamine addiction*. Sandra Dias. Hospital Albert Einstein. Data: 17/12/2014.
- *Structure Activity Relationship (SAR): Princípios e Exemplos de Otimização de Compostos*. Silvana Rocco. Disciplina do Curso de Farmácia – UNICAMP. Sala 227B (CTBE). Data: 16 de Maio de 2014.

3.7.2 Eventos de Capacitação

Curso de Desenvolvimento Pré-Clínico de Medicamentos Biológicos: O Curso de Desenvolvimento Pré-Clínico de Medicamentos Biológicos, uma realização do LNBio em parceria com o Centro de Biotecnologia (CBiot) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), foi promovido e financiado pelo Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação (MCTI), por meio do Centro Brasileiro-Argentino de Biotecnologia (CBAB/CABBIO), e pelo Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq). O curso de capacitação contemplou 80 horas de aulas práticas e teóricas em temas relacionados ao desenvolvimento de medicamentos biológicos em duas etapas, uma realizada no LNBio e outra em Cuba. O curso contou com 28 participantes provenientes de 7 estados brasileiros, além de 7 cubanos, 4 argentinos, 3 uruguaios e 1 colombiano.



Figura 3. 12 Foto oficial do Curso

2.7.3 Eventos Científicos

Testes *in silico* na Pesquisa e Desenvolvimento de Fármacos e Cosméticos: promovido pelo LNBio/CNPEM e a RENAMA no dia 12 de março de 2014, das 9h30 às 12h00, o simpósio foi uma iniciativa de promoção do [Edital RENAMA](#) n.01, uma chamada para seleção de propostas de testes *in silico* voltados à predição de propriedades toxicológicas e farmacocinéticas de pequenas moléculas naturais ou sintéticas, candidatas a fármacos e cosméticos. O encontro abordou as principais características e aplicações dos testes *in silico*, os softwares disponíveis para a realização destes ensaios no LNBio e as informações obtidas por meio destes programas. Das sete empresas/institutos de pesquisa que tiveram propostas aprovadas no Edital

Renama n.01, cinco contaram com a participação de representantes neste minissimpósio.

Workshop on Recent Advances and Applications in Confocal and Widefield Microscopy: O workshop, realizado de 6 a 8 de agosto, foi organizado em parceria com a empresa patrocinadora **Leica Microsystems** e contou com um módulo científico e um módulo de capacitação. Foram apresentadas palestras de especialistas no campo da microscopia confocal, destacando desde aspectos básicos da metodologia a temas avançados como *Multiphoton Microscopy*, *Deep Imaging*, *Super-resolution*, *FRET*, *FRAP* e *TIRF Microscopy* e sua aplicação em estudos de biologia do desenvolvimento, biologia cardíaca e sinalização por cálcio. O evento contou com a participação de 116 representantes de 20 instituições de pesquisa de sete estados brasileiros.



Figura 3. 13 Foto oficial do Workshop

Latin American Summit Meeting on Biological Crystallography and Complementary Methods: o evento foi realizado no CNPEM entre 22 e 24 de

setembro em conjunto com o Laboratório Nacional de Luz Síncrotron (LNLS), o Instituto de Física de São Carlos (IFSC-USP) e a Associação Brasileira de Cristalografia (ABCr), com apoio da União Internacional de Cristalografia (IUCr), da UNESCO e de diversos outros patrocinadores: FAPESP, CAPES, CNPq, *Bruker*, *Molecular Dimensions*, *Nano Temper Technologies*, **Agilent Technologies**, **GE Healthcare**, **Rigaku**, **Dairix**, **Formulatrix**, **Astex**, **TTP Labtech**, **Incoatec**, **Sigma-Aldrich**. Contou com a participação de mais de 100 pesquisadores latino americanos, cientistas de destaque no cenário mundial e tomadores de decisão da área de C&T, com destaque para a palestra da pesquisadora israelense Ada Yonah, laureada com o Prêmio Nobel de Química em 2009 pela descoberta da estrutura e função dos ribossomos. Além do ano internacional da cristalografia, a reunião celebrou também os 25 anos de cristalografia no Brasil.



Figura 3. 14 Foto oficial da Reunião de Cúpula

V Proteomics Workshop: a quinta edição deste evento reconhecido pela comunidade acadêmica de espectrometria de massas e proteômica aconteceu nos dias 5 e 6 de novembro de 2014. O workshop foi financiado pela FAPESP, CNPq e diversos patrocinadores: Analítica, Thermo Scientific, Labware, Agilent

Technologies, AB Sciex, Esalab, Gasart. O evento contou com a participação de 5 palestrantes internacionais e 8 palestrantes nacionais. Recebeu 289 inscrições de alunos de graduação (20), mestrados (55), mestres (12), doutorandos (89), doutores (28), pós-doutorandos (41), pós-doutores (44). Esses inscritos são oriundos de empresas e ICTs localizadas em: SP (232); MG (13); RJ (11); PR (7); DF (4); GO (4); BA (3); RS (3); MS (3); CE (2); AM (1); MT (1); PA (1); SC (1); Estados Unidos (2); Portugal (1).

A iniciativa contou com 152 participantes, sendo 3 graduandos, 6 mestrados, 3 mestres, 56 doutorandos, 15 doutores, 33 pós-doutorandos e 32 pós-doutores, representando 23 instituições de pesquisa brasileiras dos seguintes Estados: BA (1); CE (1); MG (1); MS (1); PA (1); RS (1); PR (1); DF (2); RJ (4) e SP (12), além de ICTs dos Estados Unidos e Portugal e quatro empresas nacionais.



Figura 3. 15 Foto oficial do Workshop

3.5.4 Orientação e Supervisão

O LNBio contribuiu para a formação de 59 alunos de doutorado, 26 de mestrado, 14 de iniciação científica e 4 de treinamento técnico em 2014, que desenvolvem projetos científicos associados às linhas de pesquisa interna do

LNBio. O apoio à formação de alunos de pós-graduação se dá por meio do credenciamento dos pesquisadores do LNBio como orientadores em Programas de Pós Graduação regulares de Instituições de Ensino e Pesquisa, como Unicamp e USP.

O aumento no número de bolsistas de doutorado nos últimos anos (Figura 3. 16), que considerados em conjunto com os pós doutorandos representam 68% dos bolsistas do LNBio em 2014, demonstra um aumento na orientação e supervisão de alunos com maior experiência científica em relação aos iniciantes, com expectativa de obtenção de resultados melhores e mais relevantes para o andamento das pesquisas científicas do Laboratório.

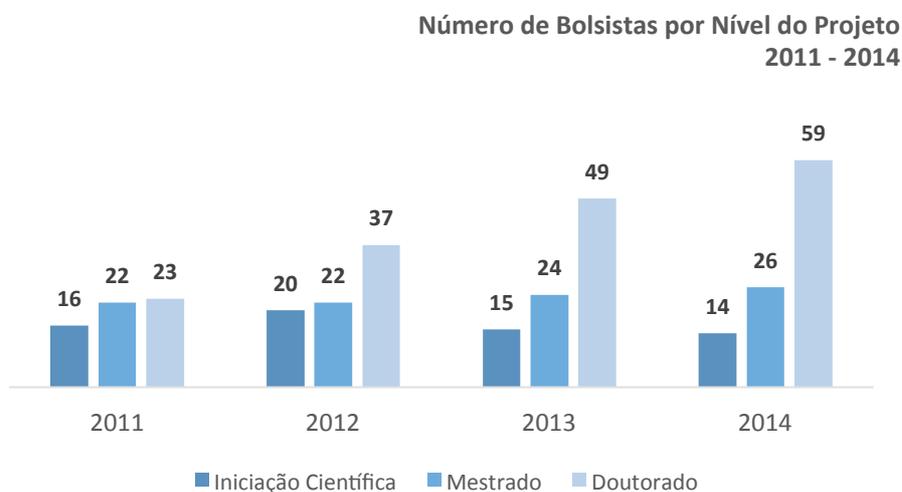


Figura 3. 16 Número de bolsistas do LNBio de acordo com o nível do projeto (iniciação científica, mestrado, doutorado) no período de 2011 a 2014.

O LNBio contou com bolsas de pesquisa financiadas pela FAPESP, CNPq e CAPES, obtidas por meio do esforço contínuo dos Pesquisadores do LNBio na preparação e submissão de projetos às agências de fomento. Merece destaque a implementação de uma bolsa de doutorado e cinco bolsas de mestrado por meio do Edital CAPES de financiamento de bolsas ao CNPEM. Além disso, foi concedida uma bolsa do CNPq na modalidade Atração de Jovem Talento do Programa Ciência sem Fronteiras, para o estabelecimento de uma pesquisadora em nível de pós doutorado.

As 53 novas bolsas concedidas em 2014 somam um montante de recursos de R\$ 6.076.133 (Figura 3. 17), considerando-se as mensalidades e reservas técnicas, para utilização durante a vigência dos projetos, que varia entre 12 e 48 meses, dependendo da modalidade.

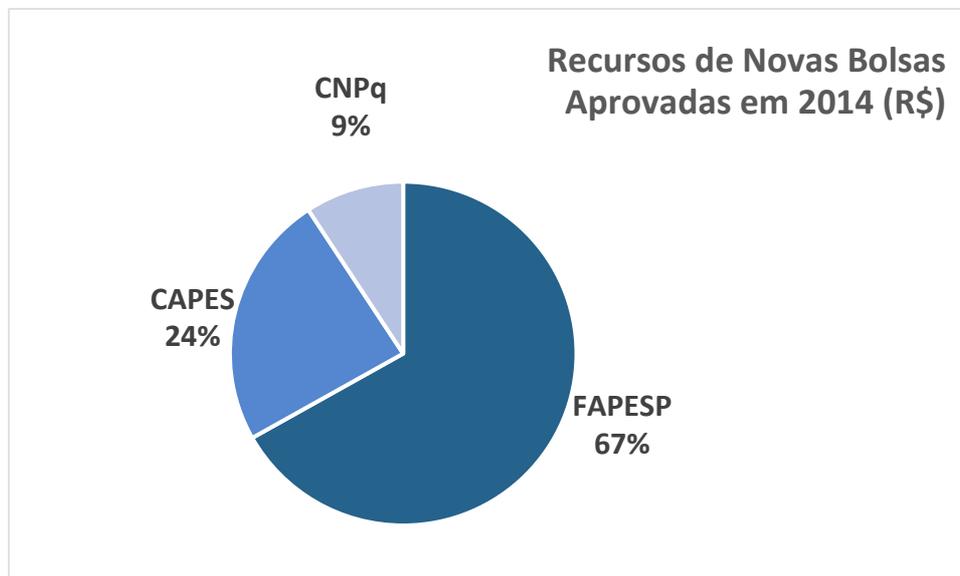


Figura 3. 17 Recursos obtidos pelos pesquisadores do LNBio com a aprovação de novas bolsas em 2014. Os valores consideram a vigência completa das bolsas, e incluem recursos de reserva técnica.

3.5.5 Educação Não-Formal



Figura 3. 18 Jornal Folha de São Paulo repercute iniciativa

Em 2014 teve continuidade o projeto em educação não formal, que busca aumentar o interesse de crianças e adolescentes carentes de Campinas por ciência e pelo aprendizado, uma forma de alfabetização em biotecnologia. Com

o apoio do LNBio e do CNPEM, e o auxílio inicial da *Science House Foundation*, de Nova York, que doou um conjunto de microscópios digitais, um minilaboratório de ciências foi montado numa das sedes da Associação Anhumas-QueroQuero, que oferece atividades e apoio a cerca de 300 crianças e adolescentes de regiões desfavorecidas da cidade. Recursos adicionais estão sendo prospectados em conjunto com a ONG.

Uma Pesquisadora do LNBio passa algumas horas por mês na atividade que já é parte da rotina semanal da ONG. As crianças aprendem um pouco sobre o modo de pensar do cientista, o uso das ferramentas disponíveis para investigação e sobre a comunicação do que é observado. Os participantes tiram fotos com os microscópios digitais, registrando plantas, insetos, a própria pele e cabelos, as células que saem junto com a saliva. Isso gera conversas produtivas sobre DNA, câncer, gravidez, drogas e questões sobre o meio ambiente. Junto aos educadores da ONG, os alunos são incentivados a escrever sobre o que estão aprendendo, e isso vem gerando resultados expressivos, uma vez que muitos têm sérias dificuldades com a escrita, problemas de disciplina e falta de interesse pela escola. Uma mudança nesses quadros é apontada pelos registros das próprias escolas que essas crianças frequentam.

Em fevereiro de 2014, o projeto foi apresentado pela Pesquisadora num evento promovido pela Google, na Califórnia, o *Solve for X*. Este evento anual reúne pessoas de diversas áreas que sugerem soluções visionárias para os problemas do planeta, como reuso de lixo nuclear para gerar energia até a criação de retinas artificiais.

Vídeos e notícias sobre esta iniciativa estão documentados no site: WWW.LNBIO.CNPEM.BR/EDUCATION, e também no site da ONG: WWW.AAQQ.ORG.BR. Materiais para divulgação e em uma apostila com sugestões de atividades estão em elaboração.

Gestão Tecnológica e da Inovação

O ano de 2014 foi muito importante para a gestão da inovação do LNBio e do próprio CNPEM. Aprovados e instituídos em 29/08/2013 e amplamente divulgados em 2014, a **Política de Inovação** e o **Regulamento de Propriedade Intelectual e de Transferência de Tecnologia** foram e são dois marcos da inovação do centro. Pode-se afirmar que todo o ciclo de discussões demandado pela iniciativa de se formatar e formalizar uma política para este setor criou uma maturidade à instituição, que em meio a criação de seu planejamento estratégico e plano diretor (2013-2016), possibilitou uma ênfase do quesito inovação tecnológica.

Adicionalmente, a publicidade em todo o campus da nova Política e do novo regulamento permitiu uma uniformização da linguagem e uma melhoria na comunicação referentes à geração de conhecimento e sua transformação em tecnologias e bens de consumo. Pontos importantíssimos para uma gestão da inovação bem sucedida. Em uma visão menos concreta e, portanto, de abordagem subjetiva, podemos inferir que as discussões provocadas iniciaram um processo mais acelerado de amadurecimento do campus em relação à cultura de inovação e à cultura de propriedade intelectual. Após um ano da aprovação destes documentos podemos enxergar um melhor entendimento de cada pesquisador e gestor do CNPEM sobre o seu papel no processo inovativo, outro ponto de suma importância para uma gestão tecnológica de sucesso. Este entendimento permite inclusive uma maior mobilização e engajamento dos profissionais voltados à ciência em prol deste fim, deixando de lado visões que impediam sua participação neste processo.

Não há dúvidas que ainda se trata de um processo lento, com resultados esperados para médio e longo prazos. Entretanto, já é possível contabilizar os efeitos desta mudança organizacional nos resultados de pesquisa e desenvolvimento do centro. O LNBio, por exemplo, possui o planejamento de em 2015 realizar a maior apropriação intelectual de sua história. Só nos três primeiros meses do ano serão 3 patentes de invenção e dois programas de computador, todos derivados de um esforço anterior. Esforço impulsionado por inúmeras medidas, mas também pelos ditames da política de inovação. Há um

nítido entendimento de que receber 50% dos royalties derivados de suas invenções e tecnologias comercializadas se traduz em um estímulo ao pesquisador/inventor do CNPEM. Estímulo este, que pode ser considerado o ponto mais importante para o sucesso de uma instituição de pesquisa no campo da inovação tecnológica. Um pesquisador desestimulado a inovar, foca 100% de seus esforços intelectuais na publicação de seus conhecimentos, impedindo a gestão mais adequada da inovação.

Outro destaque da gestão da inovação no ano de 2014 foi a assinatura do contrato com a EMBRAPPII. O CNPEM passou a ser uma Unidade EMBRAPPII a partir de novembro de 2014, podendo investir 1/3 dos custos financeiros do projeto e outros 1/3 com investimentos não-financeiros. Desta vez, um grande impulsionador para a empresa inovadora que quiser fechar parcerias com o CNPEM, pois passará a investir apenas o 1/3 restante, diminuindo consideravelmente os riscos do seu projeto.

O *modus operandi* da EMBRAPPII impele o CNPEM a prospectar. Ou seja, as metas impostas para as unidades EMBRAPPII criam a necessidade de se instituir um caráter mais pró-ativo na prospecção de parcerias e tecnologias. Prova da maior postura incisiva provocada pela EMBRAPPII pode ser observada no LNBio que, já em dezembro de 2014, conseguiu concretizar uma parceria com a empresa Brasil Kirin, usufruindo das vantagens de ser uma unidade EMBRAPPII no setor de biomassa. Uma parceria de alicerce sólido, usando as competências em biotecnologia presentes no LNBio para o tratamento e beneficiamento da biomassa amilácea processada na empresa, e com grandes perspectivas de inserção de novos produtos ou processos no mercado em cerca de 2 a 3 anos.

Este cenário, criado por iniciativas de 2013 e 2014, gera em 2015 e nos próximos anos um sentimento de otimismo para a inovação tecnológica em todo o campus. Ao possuir as ferramentas adequadas para um bom método gerencial da inovação, aliado a obrigação de uma maior pró-atividade na busca de projetos, o LNBio prevê a intensificação de seu perfil inovador, apresentando resultados mais contundentes, sem deixar de lado sua razão

fundamental e base para sua existência: a ciência de excelência e o atendimento de qualidade à comunidade acadêmica.

4. Laboratório Nacional de Ciência e Tecnologia do Bioetanol

4.1 O CTBE em 2014

Durante o ano de 2014, o CTBE deu importantes passos no avanço do seu processo de consolidação, contribuindo ativamente com os Quatro Eixos de Atuação do CNPEM.

No Eixo 1, as primeiras instalações foram inseridas no Portal de Usuários da Instituição. São elas: a Planta-Piloto de Desenvolvimento de Processos e o Laboratório de Desenvolvimento de Processos (PPDP e LDP). Essa experiência contribuiu para que no ano de 2015 outras instalações estejam previstas para inserção no Portal de Usuários, sendo elas: Laboratórios de Metabolômica, de Análise de Macromoléculas, de Sequenciamento de Alto Desempenho e de Desenvolvimento de Bioprocessos, além da Biorrefinaria Virtual de Cana-de-açúcar.

O projeto "Rota tecnológica para produção de etanol 2G de bagaço de cana", em parceria com as empresas DOW e DSM, teve início em 2014. Contando com cerca de R\$ 25 milhões, dentro da linha PAISS do BNDES, o projeto prevê a formulação de um projeto conceitual para o estabelecimento de uma unidade autônoma de produção de etanol de segunda geração integrada à primeira, com aproveitamento integral do bagaço e parte da palha de cana-de-açúcar. Outro projeto que se destaca é desenvolvido em parceria com a BP, intitulado "Fermentação contínua multiestágio com recuperação, reativação e reciclo de fermento para obtenção de vinhos com alto teor alcoólico". Os resultados mostraram que o novo processo contribuirá para o aumento da produtividade de até 9g etanol/ L.h, o dobro dos valores atuais. Encomendado pelo BNDES, destaca-se um estudo sobre a avaliação técnico-econômica e ambiental da integração da produção de etanol de milho em usinas de cana-de-açúcar por meio da Biorrefinaria Virtual de cana-de-açúcar (BVC). Os resultados desse trabalho serão utilizados na formulação de políticas públicas. De modo a estabelecer um novo conceito de mecanização agrícola, o projeto de mecanização de baixo impacto teve progressos significativos. A tecnologia de colheita atingiu o estágio de especificação técnica necessária para a empresa parceira, a Máquinas Agrícolas Jacto S.A., iniciar o desenvolvimento da

colhedora comercial em 2015. Já os resultados dos experimentos de campo com plantio de precisão mostraram uma economia direta da ordem de 65% do custo de mudas. Como destaque, pode-se mencionar a publicação do artigo “Payback time for soil carbon and sugarcane ethanol” na revista Nature Climate Change (fator de impacto: 15.295). O artigo é derivado de um projeto desenvolvido pelo CTBE em colaboração com a Colorado State University e fornece informações que têm potencial para serem utilizadas em estudos de pegada de carbono de produtos do setor e inventários de emissões de gases do efeito estufa locais, regionais e nacionais. Atendendo ao Eixo 4, um curso teórico-prático sobre o processo de produção do etanol de segunda geração foi formulado e ministrado aos professores do Centro Paula Souza / FATEC. Essa iniciativa de capacitação propiciou a produção de apostilas e vídeos do processo, que estão disponíveis à toda comunidade no Canal do CTBE no YouTube (www.youtube.com/BioetanolCTBE). Participando dos quatro Eixos de atuação do CNPEM, a implantação do Laboratório de Alto Desempenho em Sequenciamento e Robótica possibilitou o atendimento a pesquisas internas e em parcerias. Durante esse período, o Laboratório foi também preparado para que em 2015 iniciasse o atendimento a usuários externos e fossem implantadas iniciativas de capacitação e treinamento. Neste ano, houve a Consolidação da Central Analítica para Biomassa e Derivados, servindo a um amplo espectro de projetos, internos, em parceria e externos e, assim, contribuindo para os quatro Eixos do CNPEM.

Além disso, no ano de 2014, ampliamos o número de pós-doutorandos, que passou de 23 em 2013 para 36 em 2014, representando um aumento de cerca de 56%.

Em maio, o website do CTBE passou por uma ampla reestruturação de sistema, funcionalidades e layout. O portal eletrônico do CTBE (ctbe.cnpem.br) foi redesenhado para melhor representar o cenário atual do Laboratório, com destaque para os quatro Eixos de Atuação do CNPEM. Requisitos de usabilidade web e SEO (search engine optimization) foram fortemente melhorados. A reestruturação do website será concluída no primeiro semestre de 2015.

4.2 Instalações Abertas a Usuários Externos

Em 2014, as duas primeiras instalações do CTBE foram inseridas no Portal de Usuários do CNPEM, e abertas a usuários externos, a PPDP e parte do LDP. Portanto, somente foram contabilizados para o cálculo de indicadores as propostas que passaram por esse sistema, que permite um maior acompanhamento e rastreabilidade. No ano de 2014, houve a participação de quatro usuários externos que utilizaram a PPDP por 216 horas, além de 231 horas dedicadas ao desenvolvimento de projetos internos e 5.871 horas em projetos com empresas. Já no LDP, no ano de 2014 foram dedicadas 324 horas para projetos internos, 360 horas para projetos em parceria com a indústria, além de 108 horas para uma proposta recebida via Portal de Usuários.



Figura 4.1: Vista panorâmica da Planta Piloto para Desenvolvimento de Processos do CTBE

No entanto, houve outras propostas que foram executadas em instalações que ainda não fazem parte do Portal de Usuários. Estas passam por análise e aprovação em reunião da Diretoria Interna do CTBE. No primeiro semestre, três usuários externos vinculados a *Universidad Nacional del Litoral*, na Argentina e a Unicamp utilizaram o Laboratório de Desenvolvimento de Bioprocessos e o Laboratório de Análises no Estado Sólido, somando 446 horas de utilização. Já no segundo semestre, dois usuários externos vinculados a unidades da Embrapa Agroenergia e Embrapa Meio Ambiente utilizaram a Biorrefinaria Virtual de Cana-de-açúcar por 90 horas, com a finalidade de treinamento e construção de cenários industriais.

Este primeiro ano em que as instalações do CTBE estiveram abertas a usuários externos de modo oficial possibilitou um acompanhamento da operacionalização do sistema e também da demanda existente, sendo uma experiência piloto, que servirá de base para a inclusão de outras instalações no Portal de Usuários do CNPEM. Cinco novas instalações serão inseridas no Portal em 2015, disponibilizando sua estrutura para usuários externos. São elas: O Laboratório de Metabolômica, o Laboratório de Análise de Macromoléculas e, o Laboratório de Sequenciamento de Alto Desempenho, o Laboratório de Desenvolvimento de Bioprocessos e a Biorrefinaria Virtual de Cana-de-açúcar.

O Laboratório de Metabolômica possui diferentes plataformas analíticas para quantificação de metabólitos e lipídeos em amostras biológicas complexas. Os equipamentos existentes englobam: espectrômetro de massas com captura de íons modelo LTQ XL, acoplado ao sistema de cromatografia líquida de ultra-performance modelo Acela (Thermo Scientific) e espectrômetro de massas por tempo de voo Pegasus IV/HT (Leco) acoplado a um sistema de cromatografia gasosa (Agilent). O laboratório também conta com um cromatógrafo de ions ICS-3000 com detector de pulso amperométrico (Thermo Scientific Dionex) para análises de carboidratos (mono-, oligo- e polissacarídeos).

O Laboratório de Análise de Macromoléculas dedica-se à produção e caracterização bioquímica e biofísica de proteínas relacionadas à degradação da biomassa vegetal. Ele possui sistemas Aktas Purifier (GE) para purificação e análises de macromoléculas e NanoDrop (Thermo Scientific) para determinação da concentração de proteínas e DNA. Para estudos biofísicos, um equipamento de espalhamento dinâmico de luz (DLS modelo Malvern Zetasizer MPT-Z) determina o coeficiente de difusão e o raio hidrodinâmico de proteínas em solução e investiga a homogeneidade estrutural. Ele também é capaz de analisar o parâmetro de potencial zeta de proteínas, DNA e peptídeos e, com um espectropolarímetro (Jasco J-810), determina a composição de estrutura secundária de macromoléculas. Este laboratório conta ainda com espectrofluorímetros, Cary Eclipse (Varian-USA) e SpectraMax M2 MultiMode Microplate Reader para caracterização de fluorescência intrínseca e extrínseca, fosforescência, bio e quimioluminescência de macromoléculas.

O Laboratório de Alto Desempenho em Sequenciamento e Robótica se encontra em plena operação e contempla os sequenciadores de nova geração Illumina MiSeq e HiSeq 2500 e os equipamentos para experimentos de alto desempenho, como por exemplo, o analisador genético Colony Picker QPIX e o sistema automático de pipetagem epMotion. A instalação deverá ser aberta à comunidade científica ainda no primeiro semestre de 2015.



Figura 4.2: Laboratórios de Alto Desempenho em Sequenciamento e Robótica (à esquerda) e Metabolômica (à direita).

As instalações que serão incluídas no Portal de Usuários em 2015 já apresentam procura por usuários do Brasil e do exterior. Exemplo disso é o Laboratório de Metabolômica, que no segundo semestre de 2014 atendeu cinco usuários externos, das instituições: ESALQ/USP, UFV e *Universidad de los Andes*, na Colômbia. A expectativa é que, mesmo em estágio inicial de operação, tais *facilities* despertem interesse em usuários externos para desenvolverem seus projetos com o auxílio do CTBE.

4.3 Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Internos

A agenda de pesquisa interna do CTBE está dedicada às áreas agrícola, industrial, avaliação tecnológica, sustentabilidade e pesquisa básica do ciclo biomassa/bioprodutos, em sintonia com as necessidades do mercado. Em 2014, 29 pesquisadores, 16 especialistas e 36 bolsistas de pós-graduação desenvolveram estudos científicos e de desenvolvimento tecnológico dentro das cinco divisões de pesquisa do Laboratório.

Projetos Desenvolvidos pela Divisão de Biologia Funcional, Biotecnologia e Biofísica – PPB



Biologia Funcional, Biotecnologia e Biofísica

Tem por objetivo desvendar os mecanismos genéticos, bioquímicos e fisiológicos envolvidos no crescimento e desenvolvimento de plantas e de microrganismos, assim como a sua conversão em combustíveis líquidos, materiais, insumos químicos e outros bioprodutos de alto valor agregado. Em 2014, 15 principais projetos foram desenvolvidos pelos profissionais dessa divisão.

Bases bioquímicas e genéticas da variabilidade do metabolismo de sacarose em cultivares brasileiros de cana-de-açúcar

Combina diferentes tecnologias (perfil de metabólitos primários, atividade de enzimas e expressão de genes) para compreender os mecanismos de acúmulo de sacarose nos colmos de cana-de-açúcar. Espera-se que esta abordagem, inovadora no Brasil, forneça informações sobre o valor de variação natural existente nos parâmetros analisados e sobre o potencial ainda existente para selecionar novas variedades com alto teor de sacarose por melhoramento vegetal clássico.

Resultados no Período: Nos meses de maio e junho de 2014, a coordenadora do projeto recebeu treinamento no grupo de Regulação de Sistemas do MPIMP (Max Planck) para otimizar os procedimentos básicos dos ensaios de atividade enzimática já consagrados em espécies modelo para cana-de-açúcar. Além disso, diversos testes para quantificar a atividade de enzimas importantes do metabolismo primário (glicose-6-fosfato desidrogenase - G6PDH, fosfoglicomutase - PGM, sacarose-fosfato sintase - SPS e triose-fosfato isomerase - TPI) em tecidos de cana-de-açúcar foram iniciados.

Instituições Parceiras: Centro de Cana do Instituto Agronômico de Campinas (IAC/APTA) e Instituto Max Planck de Fisiologia Molecular de Plantas (MPIMP, Alemanha).

Análise comparativa de parâmetros fisiológicos e dos padrões transcricionais de diferentes estágios de desenvolvimento da folha +1 de cana-de-açúcar

Identificar genes possivelmente envolvidos no estabelecimento de altas taxas de fotossíntese ao comparar os expressos em segmentos da folha de cana-de-açúcar com menor e maior taxa fotossintética. Isso permitirá manipular genes que possibilitem uma maior assimilação de carbono, resultando em variedades com maior acúmulo de biomassa e açúcares. O comportamento desses segmentos ao longo da folha também será analisado durante o cultivo com diferentes concentrações de nitrogênio, fornecendo informações sobre o efeito geral deste sobre a fotossíntese.

Resultados no Período: Análises fisiológicas de diferentes segmentos ao longo da folha +1 de cana-de-açúcar foram concluídas. Estas compreendem as medições de parâmetros fotossintéticos e fluorescência da clorofila a, avaliação do conteúdo de N e discriminação isotópica de carbono em cada segmento.

Foi verificado, por meio dos dados de fotossíntese e de clorofila a, que existe diferença na capacidade bioquímica da fotossíntese entre os segmentos, mas não na capacidade de captação de luz. Essa diferenciação bioquímica é baseada, primariamente, na capacidade de carboxilação da fosfoenolpiruvato carboxilase, primeira enzima responsável pela fixação de carbono em plantas com bioquímica fotossintética C4, como a cana-de-açúcar.

Adicionalmente, verificou-se diferenças significativas na discriminação isotópica de carbono e acúmulo de nitrogênio ao longo da lâmina foliar, evidência de que cada segmento possui um metabolismo diferente, e que a fotossíntese C4 é mais eficiente nas porções mais distais da folha. Neste período, as análises dos dados de RNAseq, foram iniciadas para a identificação de genes diferencialmente expressos nos segmentos bioquimicamente diferentes. Essas

análises já estão em fase final e o manuscrito correspondente está em processo de edição.

Instituições Parceiras: ESALQ/USP (Análise de Proteômica) e Unicamp.

Recursos Financeiros: FAPESP – Auxílio à Pesquisa Regular.

Estudos genômicos comparativos da expressão gênica global de fungos filamentosos crescidos em bagaço e colmo de cana-de-açúcar

Analisar a expressão gênica global (RNAseq) de A. niger e T. reesei crescidos em meio de cultura com bagaço e colmo de cana-de-açúcar. Adicionalmente, busca-se identificar as enzimas secretadas por estes fungos que quebram os açúcares complexos presente na parede celular vegetal, nestas condições de crescimento. Tal conhecimento pode refletir em novas perspectivas para o desenvolvimento de coquetéis enzimáticos, possibilitando a produção de etanol de segunda geração em escala industrial.

Resultados no Período: Os dados do secretoma foram analisados e se verificou que, pelo menos dentro das primeiras 24 horas do processo de degradação, os fungos adotam estratégias distintas para a desconstruir os polissacarídeos da parede vegetal. Embora aparentemente ambos degradem a biomassa na mesma extensão, *T. reesei* parece ser mais eficiente pois secreta menor variedade e quantidade de enzimas. Entretanto, sugere-se um uso combinado de ambos os fungos para desenvolvimento de um coquetel enzimático para bagaço da cana-de-açúcar. Um artigo científico com os dados gerados no projeto foi submetido para publicação.

Instituições Parceiras: LNBio, LNLS e Instituto de Biologia da USP.

Recursos Financeiros: FAPESP – Auxílio à Pesquisa Regular.

Estudos genômicos de espécies envolvidas na cadeia produtiva do bioetanol e/ou outras fontes de bioenergia

Gerar dados de informação molecular para a comunidade científica internacional.

Resultados no Período: Em 2014 o CTBE disponibilizou 3358 sequências de proteínas, provenientes do projeto de sequenciamento da bactéria *Komagataeibacter rhaeticus* AF1 e outras informações serão ainda geradas. O trabalho deu origem a uma publicação¹.

A *Komagataeibacter rhaeticus*, apresenta alto potencial de produção de celulose. O sequenciamento do seu genoma ajudará na identificação dos genes e mecanismos envolvidos na produção de celulose.

O CTBE também recebeu os primeiros dados de sequenciamento de nova geração de vários cultivares de cana-de-açúcar e do programa de liberação da tecnologia de "Virtual Long Reads" da Illumina, dando início à geração de um catálogo de genes e à sequência rascunho do genoma de cana-de-açúcar que serão liberados ao público posteriormente. A elaboração de um catálogo de todos os genes da cana-de-açúcar e suas funções, juntamente com sua liberação ao público, permitirá selecionar genes-alvos para estudos mais aprofundados de fisiologia da planta. Este esforço complementa as sequências atuais publicamente disponíveis.

Instituições Parceiras: Illumina e USP.

Criação de hemicelulases multifuncionais para estudo e aplicação em biorrefinarias de biomassa lignocelulósicas

Utilizar técnicas de Biologia Molecular na Engenharia de Enzimas para estudo e desenvolvimento de novas hemicelulases multifuncionais (quimeras), com aplicações biotecnológicas.

Resultados no Período: Otimização da enzima quimera XAXB (patente nacional - BR 10 2013 018051-3), criada dentro do âmbito do projeto, em 2013. Essa enzima possui duas funções enzimáticas (xilanase/xilosidade) inexistentes na natureza. Suas propriedades catalíticas foram melhoradas (temperatura, e cinética) e estão em execução testes de viabilidade e de

¹ Dos Santos RA, Berretta AA, Barud Hda S, Ribeiro SJ, González-García LN; Zucchi TD, Goldman GH, Riaño-Pachón DM. Draft Genome Sequence of *Komagataeibacter rhaeticus* Strain AF1, a High Producer of Cellulose, Isolated from Kombucha Tea. *Genome Announc.* 2014 Jul 24;2(4). pii: e00731-14. doi: 10.1128/genomeA.00731-14. PubMed PMID: 25059874; PubMed Central PMCID: PMC4110232.

produção, utilizando meios de cultivo mais baratos. A enzima também foi testada para hidrólise de xilo-oligômeros provenientes do licor da cana-de-açúcar pré-tratada.

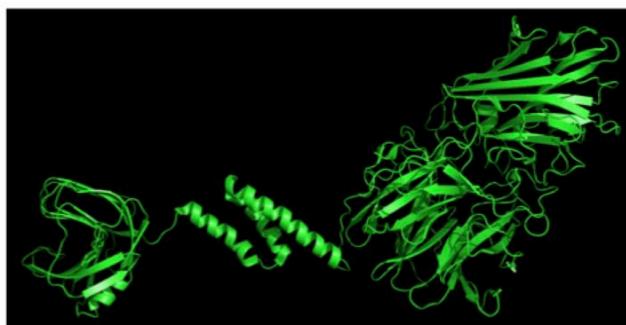


Figura 4.3: Estrutura tridimensional da enzima quimera XAXB, patenteada pelo CTBE.

Também foram iniciados ensaios de aplicação desta quimera na hidrólise do licor rico em xilo-oligômeros. Este, uma vez hidrolisado enzimaticamente pela quimera, estará enriquecido em monossacarídeos (xilose) e será utilizado para a produção do xilitol via processo fermentativo utilizando a levedura *Scheffersomyces stipitis* (*Pichia stipitis*). Adicionalmente, neste ano houve o Depósito de Pedido de Patente Internacional da enzima quimera, via PCT (PCT/BR2014/000218), reivindicando a prioridade do pedido brasileiro.

Instituições Parceiras: LNBio e Unicamp.

Recursos Financeiros: FAPESP (projetos 13/10443-7 e 11/14200-6) e CNPq – Edital Universal.

Estudos bioquímicos de potenciais hidrolases extremofílicas aplicadas ao bioprocessamento de etanol de segunda geração

Explorar e caracterizar leveduras e hidrolases psicofílicas de bactérias isoladas da Antártica, que atuam em temperaturas baixas e condições bioquímicas adversas como pHs variados, resistência a altas concentração de

açúcares e inibidores provenientes do pré-tratamento da biomassa de cana-de-açúcar. A maioria dos coquetéis enzimáticos para etanol 2G atuam sobre a biomassa vegetal a cerca de 50 °C em pH 4,8 durante 24 a 48 horas. Subsequentemente, o hidrolisado é fermentado a álcool por leveduras cultivadas a cerca de 32 °C, aumentando os custos com a etapa de resfriamento.

Resultados no Período: Nestes primeiros seis meses de projeto foram recebidas as primeiras amostras de solo da Antártica. Consórcios microbianos foram montados e se isolou leveduras e bactérias degradadoras que serão estudadas. Também estão sendo concluídos estudos para a aplicação de uma nova beta-glicosidase GH1 psicrófila de *Exiguobacterium antarcticum* (Filo Firmicutes, isolada da Antártica) que apresenta uma ampla faixa de temperatura para o seu crescimento (de -5 a 42 °C). Neste momento, estão sendo finalizadas as caracterizações bioquímicas (instalações do CTBE), biofísicas (instalações do CTBE e LEC do LNBIO), e SAXs para cristalização em colaboração com LNBio e LNLS (RoboLab e MXs).

Instituições Parceiras: LNBio, LNLS e USP.

Secreção de Glicoproteínas heterólogas em *Aspergillus*: efeito do padrão de glicosilação em parâmetros funcionais de glicosil hidrolases

Otimizar cepas de fungos filamentosos para a produção de enzimas com interesse biotecnológico, com destaque para as “Carbohydrate-Active Enzymes” ou CAZymes, que envolvem glicosil hidrolases, enzimas acessórias, esterases, liases e transferases. Também se espera estudar os padrões de glicosilação de CAZymes através de glicoproteômica.

Resultados no Período: O fungo filamentoso *Aspergillus nidulans* está sendo utilizado como modelo para estudar e manipular genes envolvidos no mecanismo de “unfolded protein response” (UPR). Este mecanismo é responsável por recuperar a célula frente ao estresse de retículo endoplasmático, provocado muitas vezes pela expressão heteróloga de genes alvo, resultando na baixa produção de enzimas de interesse.

Cepas de *A. nidulans*, submetidas ao tratamento com agentes que induzem stress de retículo endoplasmático (RE), como ditioneitol (DTT) e tunicamicina (Tm), foram analisadas por PCR quantitativo (qPCR) ao longo de 8 horas após a adição das drogas. Em 2 horas de tratamento com DTT e Tm, foi detectada a super-expressão de genes marcadores de UPR, como *bipA*, e após 8 horas foi detectado um declínio na quantidade desses transcritos, sugerindo que a célula tenha controlado o stress de RE. Assim, amostras de RNAm foram extraídas de *A. nidulans* na ausência e presença destas drogas por 2 e 8 horas, e submetidas a sequenciamento por RNA-seq (Illumina). Foram detectados 1905 e 1172 genes diferencialmente expressos (“up”- ou “down-regulated”) na presença de DTT por 2h e 8h, respectivamente. Da mesma forma foram detectados 72 e 412 genes diferencialmente expressos na presença de Tm após 2h e 8h, respectivamente. Atualmente estamos analisando profundamente estes dados para selecionar genes alvo para a manipulação genética de *A. nidulans* com o objetivo de aumentar a produção de proteínas heterólogas.

Dentro do segundo objetivo do projeto, o protocolo de análise de glicoproteínas por enriquecimento em concanavalina A foi otimizado. Com essa metodologia bem estabelecida, foi realizada a glicoproteômica do secretoma de *Aspergillus nidulans* quando cultivado em glicose, xilose e bagaço de cana de açúcar. A análise em Orbitrap identificou um total de 265 proteínas, sendo 204 sítios de N-glicosilação distribuídos em 103 proteínas (39%). CAZymes (Carbohydrate-Active Enzymes) representam 67% do secretoma de *A. nidulans*.

Assumindo os 204 sítios de N-glicosilação, analisamos os aminoácidos adjacentes (-6,+6) a estes sítios e observamos uma predominância de aminoácidos hidrofóbicos e uma preferência pelo motivo N-x-T. Análise dos carboidratos das glicosilações em MALDI/TOF-MS revelaram uma predominância de Hex5HexNAc2. Além disso, a partir dos dados de proteômica selecionamos 4 proteínas altamente secretadas em meio contendo bagaço de cana de açúcar e xilano, para expressão homóloga em *A. nidulans*.

Por fim, também foi conduzido estudos de engenharia de proteínas para entender os padrões de clivagem de xiloglucano (intimamente ligado a

celulose). Neste contexto, foi feita a caracterização de duas enzimas glicosil hidrolases da família 12 (GH12) que foram selecionadas como modelo de estudo provenientes de dois fungos filamentosos, *Aspergillus terreus* e *Aspergillus clavatus*, denominadas AtEglD (promíscua) e AclaXegA (específica para xiloglucano), respectivamente. A partir dos genes selvagens foram construídos mutantes com o objetivo de estudar os determinantes estruturais responsáveis pela alta especificidade de algumas enzimas GH12. Neste momento estamos conduzindo experimentos de purificação e caracterização dos mutantes. Um artigo científico foi gerado².

Instituições Parceiras: *Complex Carbohydrate Research Center* em Athens, Estados Unidos (análises de glicômica) e *Oklahoma State University*.

Recursos Financeiros: FAPESP – Jovens Pesquisadores em Centros Emergentes.

Componentes desordenados de lignoceluloses: caracterização por espectroscopia de infravermelho associada à dinâmica de troca isotópica

Ampliar a compreensão da organização supramolecular dos componentes desordenados (não cristalinos) da biomassa lignocelulósica. Estes são considerados os mais reativos quimicamente e, por isso, são parte-chave nos processos de conversão de biomassa. A caracterização e a compreensão dos componentes desordenados da biomassa permitirão uma melhor avaliação dos fenômenos atuantes no processamento de biomassa lignocelulósica.

Resultados no Período: Foi desenvolvida uma metodologia analítica inovadora, baseada em espectroscopia vibracional no infra-vermelho associada à dinâmica de troca isotópica. Um amplo conjunto de biomassas está em processo de caracterização com a nova metodologia desenvolvida. Um artigo científico descrevendo tal metodologia está em fase de preparação.

Recursos Financeiros: FAPESP.

² Segato, F.; Damásio, A.R.L.; de Lucas, R.C.; Squina, F.M.; Prade, R.A. *Genomics Review of Holocellulose Deconstruction by Aspergilli. Microbiology and Molecular Biology Reviews*, 78(4). 2014.

Regulação do Crescimento pela via "Target Of Rapamycin"(TOR) em Plantas

Dissecar a via de sinalização TOR envolvida na regulação do crescimento e, conseqüentemente, do acúmulo de biomassa em plantas com sistema fotossintético tipo C3 (Arabidopsis thaliana) e C4 (capim moha, cana-de-açúcar e sorgo), visando a otimização de uma rota biotecnológica para partição de carbono em plantas. A elucidação dos componentes desta via permitirão o desenho de moléculas que poderão atuar como moduladoras do crescimento e produção de biomassa que terão potencial para aumento da produtividade de cana-de-açúcar.

Resultados no Período: A temática se insere em um projeto de cooperação internacional em vigência no programa CAPES-COFECUB (Brasil-França) intitulado "Interaction of the Target Of Rapamycin (TOR) kinase with bZIP transcription factors: implications for the control of plant growth by energetic and metabolic cues". Resultados preliminares indicam um papel fundamental desta via em plantas C4. Ainda em 2014, a líder do grupo de pesquisa, Camila Caldana, foi nomeada e contemplada com financiamento como Grupo Associado à Sociedade Max Planck (Alemanha).

Instituições Parceiras: Sociedade Max Planck, Unicamp e INRA-Versailles.

Recursos Financeiros: CAPES-COFECUB e FAPESP – modalidade Jovem Pesquisador.

O uso de marcadores metabólicos como ferramenta para programas de melhoramento genético em cana-de-açúcar

Desenvolver diagnósticos metabólicos que possam encurtar o processo de seleção de variedades de cana-de-açúcar frente ao melhoramento genético tradicional. Caso seja comprovado a eficiência do diagnóstico, os resultados deste projeto irão contribuir significativamente com os programas de melhoramento em cana-de-açúcar, reduzindo custos e tempo de lançamento de novos cultivares comerciais.

Resultados no Período: Estudos iniciais³ indicam que perfis metabólicos podem ser ferramentas poderosas na discriminação de genótipos de cana-de-açúcar.

Instituições Parceiras: Sociedade Max Planck, ESALQ/USP, CBMEG/Unicamp, IAC e Ridesa.

Recursos Financeiros: CNPq – Programa Ciências sem Fronteiras.

Desenvolvimento de uma biblioteca de enzimas envolvidas na conversão biomassa vegetal

Combinar estratégias de triagem em larga escala e biologia sintética, visando o desenvolvimento de enzimas e rotas biotecnológicas para a conversão de biomassa vegetal em bioprodutos. O projeto utiliza as instalações do Laboratório de Sequenciamento de Ácidos Nucleicos e de High-throughput screening (CTBE), Espectrometria de Massas e Robolab (LNBio) e Linhas de Luz SAXS, MX1 e MX2 (LNLS), para desenvolver uma coleção de enzimas (continuamente atualizada) derivadas de micro-organismos isolados, metagenomas e genes (artificiais) sintéticos. Em relação aos estudos de metagenômica, que basicamente compreendem a análise do conteúdo genômico de amostras ambientais de maneira independente de cultivo, diversas amostras ambientais são utilizadas como alvo de estudos, entre elas: solo, trato digestivo de insetos e ruminantes. Uma das implicações deste projeto é oferecer à comunidade um conjunto ferramentas específicas para impulsionar estudos de fisiologia vegetal e de engenharia de bioprocessos, assim como alocar enzimas no seu principal potencial e aplicação biotecnológica industrial.

Resultados no Período: Descobriu-se enzimas e domínios de ligação a carboidrato, decorrentes dos estudos de metagenômica, bem como avanços no desenvolvimento de enzimas e coquetéis enzimáticos no âmbito do conceito de

³ ABDELNUR, P.V.; CALDANA, C.; MARTINS, M.C.M. *Metabolomics applied to bioenergy. Chemical and Biological Technologies in Agriculture 2014, 1:22.*

biorrefinarias de cana-de-açúcar^{4,5}. Em 2014, foram publicados 9 artigos científicos e uma patente no PCT⁶.

Instituições Parceiras: LNBio, LNLS, IFSC/USP, FEA/USP, IB/UNICAMP, IBILCE/UNESP e CCNH/UFABC, Oklahoma State University (EUA), Manchester University, University of Newcastle e Energy Biosciences Institute, Berkeley (Estados Unidos).

Recursos Financeiros: FAPESP⁷, CNPq e FINEP.

Novas abordagens visando o melhoramento funcional das enzimas sacarificadoras de fungos

Comparar e contrastar as respostas de dois dos mais importantes fungos filamentosos ao crescimento no bagaço pré-tratado da cana-de-açúcar (A. niger e T. reesei). Serão investigadas as diferentes estratégias adotadas por estas diferentes espécies para degradar a lignocelulose, principalmente no que diz respeito às proteínas não-hidrolíticas que aumentam a atividade das enzimas coletivamente chamadas glicosil hidrolases (GHs), i.e., celulasas e hemicelulasas. Este trabalho deve refletir em novas perspectivas para o desenvolvimento de coquetéis enzimáticos, possibilitando a produção de etanol de segunda geração em escala industrial.

⁴ DAMÁSIO, A. R. L.; RUBIO, M. V.; OLIVEIRA, L. C.; SEGATO, F.; DIAS, B. A.; CITADINI, A. P.; et al. Understanding the function of conserved variations in the catalytic loops of fungal glycoside hydrolase family 12. *Biotechnology and bioengineering*. Vol. 111, Ed. 8, 1491-1505. 2014.

⁵ FERNANDO, S.; DAMÁSIO, A. R. L.; SQUINA, F. M.; PRADE, R. A. Genomics Review of Holocellulose Deconstruction by *Aspergilli*. *Microbiol. Mol. Biol. Rev.* Vol. 78, Ed.4, 588-613. 2014.

⁶ RIBEIRO, D. A.; PIMENTA, M. T.; CAMASSOLA, M.; PRADELLA, J. G. C.; DELABONA, P. S.; ROCHA, G. J. M.; REIS, L.; ROSELEI, C. F.; DILLON, A. J. P.; RULLER, R.; SQUINA, FM. Method using *Penicillium echinulatum* filamentous fungus for producing enzymes for use in enzymatic hydrolysis of lignocellulosic biomass. 2014, Brasil. Patente: Privilégio de Inovação. Número do registro: WO/2014/059502, data de depósito: 13/01/2014, Instituição de registro: WIPO - World Intellectual Property Organization.

⁷ Processos: FAPESP - Jovem Pesquisador 08/58037-9, finalizado em abril de 2014; FAPESP - Auxílio Regular 14/50371-8, iniciado em junho de 2014; CNPq - Universal 475022/2011-4, finalizado em janeiro de 2014 e FINEP - Encomenda Paiss 0450/12.

Resultados no Período: As análises de RNA-seq e proteômica já foram realizadas. No momento, os dados estão sendo analisados para preparo de um artigo científico. As análises de proteômica foram realizadas em parceria com o LNBio e com o Instituto de Biologia da USP-SP.

Instituições Parceiras (instrumento extra-oficial): LNBio, Universidade de Nottingham e USP.

Synthetic Biology for Bioethanol Production by *Saccharomyces cerevisiae* from Sugarcane (2nd generation of biofuel production)

Melhorar geneticamente as cepas industriais para a produção de bioetanol de segunda geração por meio de uma série de metodologias. Tais métodos incluem abordagens de biologia de sistemas (estudo das interações entre os "componentes" de um sistema biológico, como RNA, proteína, metabólitos, entre outros, visando entender as interconexões entre estes componentes, possibilitando a compreensão do organismo como um todo), biologia sintética e engenharia genética. Os dados obtidos a partir deste trabalho poderão resultar em uma levedura que fermente melhor os açúcares provenientes da parede vegetal.

Resultados no Período: Duas pós-doutorandas iniciaram atividades no projeto que está em fase inicial. Um artigo científico já está sendo preparado. Até o momento, alguns transportadores de açúcares interessantes foram estudados e foi identificado um transportador de celobiose em *A. nidulans*.

Instituições Parceiras (instrumento extra-oficial): Georg-August-Universität, Göttingen e USP de Ribeirão Preto.

Recursos Financeiros: CNPq – Ciência sem Fronteiras.

Identificação de leveduras fermentadoras de xilose isoladas a partir do trato intestinal de insetos que parasitam a cana-de-açúcar

Identificar leveduras metabolizadoras de pentoses.

Resultados no Período: Foi identificada uma nova espécie de levedura, com alto potencial biotecnológico, que produz uma xilanase, enzima que quebra cadeias de polissacarídeos de pentose, com atividade superior a qualquer outra já descrita. O projeto resultou em 3 publicações científicas⁸, entre o fim de 2013 e início de 2014. Para saber mais, acesse esta notícia: <http://ctbe.cnpem.br/nova-especie-levedura-acelera-producao-etanol-2g/>

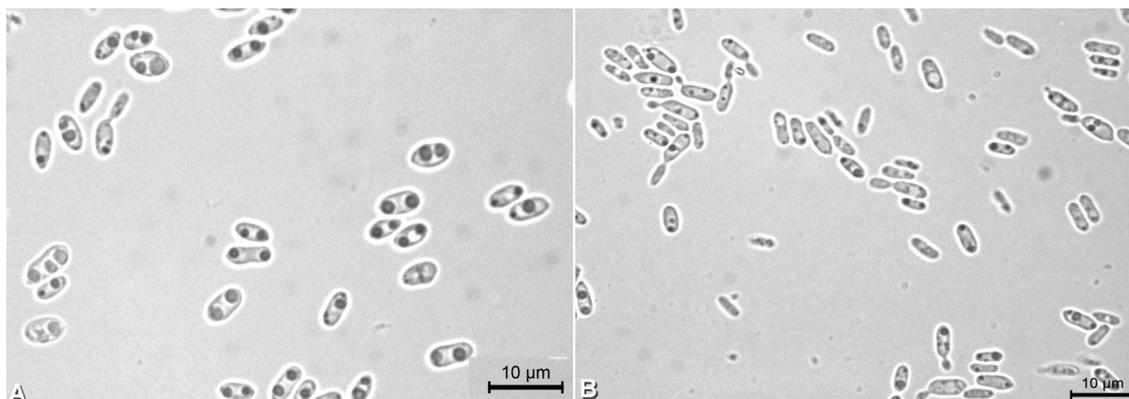


Figura 4.1: Imagem microscópica da nova espécie de levedura com alto potencial biotecnológico identificada no CTBE.

Instituição Parceira: USP.

Recursos Financeiros: Fapesp.

A Vida Microbiana na Criosfera Antártica: Mudanças Climáticas e Bioprospecção (MICROSFERA) no âmbito do Programa Antártico Brasileiro – PROANTAR

Fornecer amostras e isolados microbianos para isolamento e prospecção de micro-organismos de amostras de solo coletados na Antártica.

Resultados no Período: foram feitas coletas em diferentes regiões da Antártica marinha e continental, incluindo amostras de solo, biofilmes, musgos, geleiras, pinguineiras (agrupamentos de pinguins) entre outras. Destas, foram isoladas bactérias do gênero *Bacillus* sp (identificados por sequenciamento) e

⁸ OLIVEIRA, J. V. C. ; BORGES, T. A. ; SANTOS, R. A. C. ; FREITAS, L. F. D. ; ROSA, C. A. ; GOLDMAN, G. H. ; RIANO-PACHON, D. M. . *Pseudozyma brasiliensis* sp. nov., a novel xylanolytic *Ustilaginomycetous* yeast species isolated from an insect pest of sugarcane roots. *International Journal of Systematic and Evolutionary Microbiology (Print)*, v. 64, p. 2159-2168, 2014.

degradadoras de biomassas pré-tratada. Além disso, foram isoladas e identificadas novas leveduras do Gênero *Pichia* fermentadoras de xilose e glicose. O sequenciamento completo do genoma destes microrganismos foi realizado no CTBE, seguido por testes e avaliação de fermentação.

Instituições Parceiras: USP, Unesp, LNLS e LNBio.

Recursos Financeiros: CNPq.

Projetos Desenvolvidos pela Divisão de Avaliação Integrada de Biorrefinarias – PAT



Avaliação Integrada de Biorrefinarias

Trabalha no desenvolvimento de uma ferramenta de simulação computacional chamada Biorrefinaria Virtual de Cana-de-açúcar para avaliar a integração de novas tecnologias na cadeia produtiva de cana. Em 2014, 10 projetos foram desenvolvidos pelos profissionais dessa divisão.

Simulação da fase agrícola

Desenvolvimento de uma ferramenta capaz de modelar o sistema agrícola de produção de cana-de-açúcar. Tal modelo permite avaliar os impactos técnicos, econômicos, ambientais e sociais de diferentes sistemas de produção de cana e outras biomassas. Esse desenvolvimento é de grande valia para que empresas e órgão de fomento possam avaliar o impacto de inovações tecnológicas geradas dentro e fora do CTBE, além de identificar gargalos tecnológicos que devem ser melhorados na pesquisa científica e tecnológica referente à etapa agrícola.

Resultados no período: Estimou-se os custos de produção da cana-de-açúcar para diferentes sistemas de plantio e colheita (via modelo agrícola desenvolvido - CanaSoft) a avaliação de diferentes culturas de rotação e

sistemas de preparo para' o plantio e a comparação entre os sistemas de recolhimento de palha.

Ainda em 2014, o modelo CanaSoft ganhou funções para análises de sensibilidade e de risco, a partir da interface do modelo com o software @Risk. Esta funcionalidade permite identificar as variáveis mais importantes que afetam o custo de produção de cana-de-açúcar, assim como informar as incertezas nos custos calculados, auxiliando na tomada de decisão ligada aos riscos envolvidos em cada alternativa tecnológica. Também houve o aperfeiçoamento da interface do modelo CanaSoft com o software de avaliação ambiental SimaPro, passando a exportar automaticamente os inventários de ciclo de vida gerados no modelo para o SimaPro. Este procedimento agiliza a operação e evita erros no processo de transferência das informações de um ambiente para outro. Os parâmetros de custos de produção da cana foram atualizados com informações das novas safras (2013/2014) e diferentes culturas de rotação da cana-de-açúcar (crotalária, amendoim, milho e soja) foram incluídas ao modelo CanaSoft.

Recursos Financeiros: CNPq e FAPESP.

Simulação da biorrefinaria virtual de cana-de-açúcar

Avaliar diferentes rotas ou tecnologias no contexto de biorrefinaria, possibilitando o entendimento do potencial destas alternativas e a identificação dos gargalos tecnológicos que devem ser superados para otimização dos indicadores técnicos, econômicos, ambientais e sociais. Espera-se, desse modo, identificar as rotas ou alternativas tecnológicas de melhor viabilidade técnico-econômica e ambiental para orientar pesquisas ou, ainda, tomadas de decisões de investidores no contexto de biorrefinaria. Além disso, é uma ferramenta útil na avaliação do estágio de desenvolvimento de diversas tecnologias.

Resultados no período: Foi realizada a avaliação técnica preliminar da rota termoquímica, por meio da simulação de um gaseificador produzindo gás de síntese para fins de geração de energia elétrica, utilizando dados da literatura.

Na rota bioquímica, foi um estudo desenvolvido sobre a influência das condições de hidrólise enzimática e sobre as características das enzimas, por meio de experimentos acoplados ao processo de simulação e à avaliação técnico-econômica da produção integrada de etanol de primeira e segunda gerações.

Além disso, foi concluído um trabalho sobre o potencial em termos técnicos, econômicos e ambientais da produção de combustíveis renováveis para aviação, integrado a uma planta de etanol de primeira geração, considerando três rotas alternativas propostas por empresas detentoras das tecnologias.

Deu-se continuidade às avaliações energéticas, econômicas e ambientais relacionadas à inclusão da biodigestão e usos alternativos do biogás em biorrefinarias. Por fim, foi realizada na plataforma de simulação EMSO, uma modelagem matemática da biodigestão da vinhaça, com boa representatividade do processo. Esse trabalho gerou um artigo científico no periódico *Applied Energy*⁹.

Instituições Parceiras: Unicamp e USP.

Recursos Financeiros: CNPq, CAPES e FAPESP.

Simulação de uso dos produtos

Desenvolver um modelo capaz de avaliar as etapas de distribuição e uso dos produtos de refinaria. Esta primeira etapa do trabalho dará ênfase ao etanol. Seus resultados permitirão a comparação entre os impactos técnicos, econômicos, ambientais e sociais de diferentes sistemas de transporte do etanol (por exemplo, rodoviário, ferroviário, duto-viário, cabotagem, etc.) e as emissões de diferentes formas de uso (por exemplo em carros “flex fuel” ou dedicados; em um veículo específico ou na média da frota nacional), comparando apropriadamente tais impactos frente aos combustíveis fósseis.

⁹ Moraes, B.S.; Junqueira, T.L.; Pavanello, L.G.; Cavalett, O.; Mantelatto, P.E.; Bonomi, A.; Zaiat, M.; (2014). Anaerobic digestion of vinasse from sugarcane biorefineries in Brazil from energy, environmental, and economic perspectives: profit or expense? *Applied Energy*, 113: 825-835. DOI: 10.1016/j.apenergy.2013.07.018.

Resultados no período: Elaborou-se as estruturas de cálculo e inclusão de fatores de emissão para o uso do etanol hidratado e anidro (como gasolina C) em veículos brasileiros.

Instituição Parceira: Unicamp.

Metodologias de avaliação para incorporação na BVC

Aprimorar o banco de dados de equipamentos para cálculo do investimento relativo a diferentes rotas e tecnologias, com ênfase na obtenção de dados para detalhamento de custos operacionais. Revisar a metodologia de avaliação econômica. Aprimorar os inventários de ciclo de vida da fase industrial da cana-de-açúcar e construir um para o sorgo sacarino. Desenvolver indicadores de impacto social da produção de cana-de-açúcar nos trabalhadores da cadeia produtiva. Avaliar indicadores socioeconômicos e ambientais em rotas de produção de bioetanol de primeira e segunda gerações empregando a metodologia insumo-produto. Elaborar um modelo para otimização de indicadores de sustentabilidade para o recolhimento de palha. Avaliar técnico-economicamente as alternativas de produção de butanol a partir da rota alcoolquímica; e finalmente, a incorporação de atribuição de incertezas para vários parâmetros dentro da BVC. Os resultados deste projeto permitirão comparar os impactos de sustentabilidade dos produtos derivados da biomassa de cana-de-açúcar (e outras matérias primas) com os combustíveis fósseis de forma mais precisa e, provavelmente, defender a bioenergia e os biomateriais de possíveis críticas quanto aos seus impactos na sustentabilidade.

Resultados no período: Quanto à metodologia econômica, um dos resultados mais relevantes deste projeto foi o aprimoramento de um banco de dados de equipamentos para cálculo do investimento e de custos operacionais relativos a diferentes rotas tecnológicas, com ênfase na obtenção de dados para detalhamento de custos operacionais. Com relação à metodologia ambiental, foi realizado o detalhamento dos inventários de ciclo de vida da fase industrial de processamento da cana-de-açúcar, incluindo equipamentos e tratamento de água.

Foi construído um inventário de ciclo de vida para sorgo sacarino e milho. Também se criou uma abordagem metodológica para avaliação de impactos sociais nos trabalhadores da produção de cana-de-açúcar a partir da combinação entre a Análise de Ciclo de Vida Social (ACV-S) e Insumo-Produto. Trabalhos envolvendo estes avanços metodológicos foram apresentados em importantes congressos para sua validação pela comunidade nacional e internacional. Dois artigos científicos foram publicados no período¹⁰. Além disso, foi elaborado um modelo baseado em simulações e planejamento composto central para otimização de indicadores de sustentabilidade para o recolhimento de palha de cana-de-açúcar considerando diferentes sistemas de recolhimento. Outros resultados no semestre incluem as avaliações das alternativas de produção de butanol focadas na avaliação técnica, econômica e ambiental da conversão catalítica de etanol em n-butanol e coprodutos. Foi também realizada a incorporação de atribuição de incertezas para vários parâmetros dentro da BVC, a fim de realizar uma abordagem estocástica, além da avaliação determinística.

Instituições Parceiras: Bonsucro, UNEP/SETAC, IEA (Task39) e UTFPR.

Recursos Financeiros: CNPq e FAPESP.

Simulação da biorrefinaria de cana-de-açúcar de 1ª geração na plataforma EMSO.

Objetiva o desenvolvimento de uma “Usina Virtual de 1ª Geração” na plataforma de simulação EMSO, desenvolvida nacionalmente. Esta usina virtual permitirá comparar e otimizar diferentes rotas tecnológicas empregadas na produção de açúcar, etanol e bioeletricidade. Como resultados esperados deste projeto podemos citar: a disponibilização de modelos, com foco em biorrefinaria, na Biblioteca de Modelos do EMSO; o desenvolvimento de um

¹⁰ - Dias, M.O.S.; Pereira, L.G.; Junqueira, T.L.; Pavanello, L.G.; Chagas, M.F.; Cavalett, O.; Maciel Filho, R.; Bonomi, A.; (2014). Butanol production in a sugarcane biorefinery using ethanol as feedstock. Part I: Integration to a first generation sugarcane distillery. *Chemical Engineering Research and Design*, 1–11. doi:10.1016/j.cherd.2014.04.030.

- Pereira, L.G.; Dias, M.O.S.; Junqueira, T.L.; Pavanello, L.G.; Chagas, M.F.; Cavalett, O.; Maciel Filho, R.; Bonomi, A.; (2014). Butanol production in a sugarcane biorefinery using ethanol as feedstock. Part II: integration to a second generation sugarcane distillery. *Chemical Engineering Research and Design*. doi:10.1016/j.cherd.2014.04.032.

banco de propriedades termodinâmicas e a simulação e otimização de uma usina de 1ª geração (avaliações econômicas, ambientais e sociais futuras). A biblioteca de modelos gerada ficará disponível para a comunidade científica e industrial.

Resultados no Período: Foram geradas as primeiras versões de modelos simplificados das etapas de uma biorrefinaria de primeira geração para o simulador EMSO. Os relatórios técnicos e científicos foram aprovados pela FAPESP e finalizou-se o cronograma técnico e financeiro para o primeiro semestre de 2015.

Instituições Parceiras: UFSCar, UNICAMP, UFABC e USP.

Recursos Financeiros: Fapesp.

Aproveitamento da Fração C5 da Biomassa Lignocelulósica Residual para Obtenção de Compostos Químicos de Alto Valor Agregado (rede C5 Agrega)

Avaliar os cenários de utilização de C5 e comparação com rotas industriais existentes, juntamente com a Divisão de Processamento de Biomassa (PIN). Os impactos relevantes são as possibilidades de troca ou substituição de matérias-primas de origem petroquímica por matérias-primas renováveis e a valorização da biomassa residual.

Resultados no Período: Os resultados esperados no âmbito da parceria CTBE e EMBRAPA é a avaliação do potencial industrial e econômico dos produtos e processos originário da corrente C5 numa biorrefinaria de 2ª Geração.

Instituições Parceiras (instrumento extra-oficial): Embrapa (coordenado pela Embrapa Agroenergia e com a participação de: Embrapa Cerrados, Embrapa Agroindústria Tropical e Embrapa Instrumentação Agropecuária) e Universidade de São Paulo.

Recursos Financeiros: Embrapa Agroenergia (custeio de viagens).

Avaliação do Ciclo de Vida da cana-de-açúcar e seus derivados (ACV Cana)

Avaliar o desempenho ambiental da cana-de-açúcar e seus derivados produzidos no Brasil, em regiões tradicionais e de expansão da cultura, com especial atenção aos balanços de gases de efeito estufa (GEE) e energético. No que tange a participação do CTBE/PAT no projeto os resultados são as simulações industriais, e respectivos inventários, de três cenários que caracterizam a produção industrial para as regiões estudadas. Estes resultados serão utilizados para a Avaliação de Ciclo de Vida (ACV) dos produtos estudados (etanol, açúcar e eletricidade), sendo o estudo final disponível para a comunidade científica e industrial.

Resultados no Período: Foram definidos os cenários a serem estudados com a Embrapa. Dois usuários externos, vinculados à EMBRAPA, utilizaram a BVC por 90 horas cada com atividades associadas a este projeto.

Instituições Parceiras (instrumento extra-oficial): Embrapa Agroenergia, Embrapa Meio Ambiente, Embrapa Tropical, Embrapa CNPMA, UFTPR, Espaço Eco e POLI/USP.

Recursos Financeiros: Embrapa (custeio de viagens).

Avaliação de rotas de produção de etanol focadas no aproveitamento de pentoses

Efetuar avaliações técnico-econômicas dos diferentes cenários de produção de etanol (primeira e segunda gerações) e eletricidade, bem como estimular a interação científica entre as instituições participantes.

Resultados no Período: Foram realizadas avaliações técnico-econômicas de diversas alternativas de produção de etanol de primeira geração e eletricidade bem como de produção de etanol de segunda geração. Foram realizadas também análises de sensibilidade para os principais parâmetros técnicos e econômicos. Os resultados possibilitaram observar as considerações e parâmetros de maior impacto na viabilidade técnico-econômica. Uma pesquisadora do EBI retornou ao CTBE neste período para receber suporte do

PAT no desenvolvimento de cenários adicionais e no detalhamento da metodologia utilizada.

Instituição Parceira (instrumento extra-oficial): *Energy Biosciences Institute (EBI).*

Aplicação da Análise de Ciclo de Vida Social na Cadeia da Cana-de-açúcar no Brasil

Desenvolver indicadores de impacto social para a cadeia de produção da cana-de-açúcar no Brasil, principalmente decorrente da mudança tecnológica, através de um método híbrido combinando a Avaliação Social do Ciclo de Vida (ACV-S) com a Análise de Insumo-Produto (AIP). Os resultados deste estudo poderão ser usados, por exemplo, na definição de políticas públicas, no fomento ou restrição para aplicação de novas tecnologias e/ou na identificação de práticas que levem a ganhos nos impactos sociais relacionados a cadeia da cana-de-açúcar no Brasil.

Resultados no Período: Foram realizadas avaliações de diferentes cenários na cadeia sucroenergética através de um método híbrido combinando a Avaliação Social do Ciclo de Vida (ACV-S) com a Análise de Insumo-Produto (AIP) para estimar o impacto social nos trabalhadores. Os resultados destas primeiras avaliações foram apresentados no 2nd *Brazilian Bioenergy Science and Technology Conference (BBEST)* em Campos do Jordão-SP.

Instituição Parceira (instrumento extra-oficial): Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR.

Recursos Financeiros: CNPq e CAPES.

Avaliação da inserção da rota alcoolquímica na biorrefinaria de cana-de-açúcar no Brasil

Avaliar diferentes rotas de conversão de etanol em outros combustíveis e produtos químicos, como o n-butanol, a partir do etanol. Os resultados podem ser utilizados para fornecer indicadores de viabilidade técnico, econômica e ambiental e podem auxiliar a direcionar o desenvolvimento de catalisadores e

de novas rotas tecnológicas para diversificação do portfólio de produtos da biorrefinaria.

Resultados no Período: Foram realizadas avaliações da rota de produção de butanol a partir de etanol via rota catalítica, considerando a integração em plantas de primeira geração e de primeira e segunda gerações integradas. Iniciaram-se estudos de análise de risco para avaliação das incertezas e determinação das variáveis de maior influência nos resultados.

Instituição Parceira (instrumento extra-oficial): Universidade Federal de São Paulo.

Projetos Desenvolvidos pela Divisão de Produção de Biomassa – PAG



Produção de Biomassa

Desenvolve processos e soluções focados na evolução dos aspectos econômicos e ambientais da mecanização agrícola de cana-de-açúcar, com ênfase nos custos de produção, conservação do solo e qualidade da matéria-prima e operações. Em 2014, 6 projetos foram desenvolvidos pelos profissionais dessa divisão.

Agricultura de Precisão (AP)

Identificar parâmetros de solo e planta determinantes ao manejo sustentável da cana-de-açúcar para a produção de energia, por meio de recursos da agricultura de precisão.

Resultados no período: o uso da AP permitiu identificar problemas de manejo de solo e fertilizantes que estão afetando a produtividade na Usina da Pedra. Os principais problemas identificados foram: o plantio raso da cana, para evitar a operação de quebra lombo (facilita o arranquio de soqueiras pela colhedora

de cana) principalmente em áreas declivosas, causando uma drástica redução da produtividade. Os resultados obtidos contribuíram para que a Usina Santa Fé, em Nova Europa (SP), participasse como parceira deste projeto, fornecendo área, mão de obra e equipamentos. Nesta usina foi realizado o levantamento de atributos de solo, recomendada a correção e a adubação à taxa variada e medida a condutividade elétrica aparente do solo (ECa), utilizando sensores *on-the-go*.

Instituições Parceiras: Usina da Pedra e Usina Santa Fé.

Manutenção da palha em superfície do solo e seus impactos nos atributos do solo e na produtividade do canavial

Quantificar os impactos da remoção de palha de cana-de-açúcar para fins energéticos nos atributos do solo e na produtividade e sustentabilidade do canavial na região centro sul do Brasil.

Resultados no período: Este projeto está no segundo ano de execução e os primeiros resultados indicam que a remoção da palha para fins industriais em solos de baixa fertilidade reduz a produtividade de cana-de-açúcar no ciclo subsequente. Por outro lado, em solos de alta fertilidade a remoção da palha não impactou a produtividade da cultura.



Figura 4.2: Avaliação da quantidade de palha que pode ser removida do campo para fins industriais sem comprometer a produção agrícola.

O estudo indica que a quantidade de palha que precisa ser mantida no campo visando melhorar a sustentabilidade será diferente em função da região climática, sendo que solos mais arenosos necessitarão de maiores quantidades de palha, e conseqüentemente menos resíduo poderá ser utilizado para a produção de bioenergia (bioeletricidade ou etanol de segunda geração). O projeto será conduzido até setembro de 2016 e apresentará resultados de dois anos consecutivos.

Instituições Parceiras: Usinas Iracema e Quatá (pertencentes aos grupos São Martinho e Zilor, respectivamente) e UNICAMP.

Recursos financeiros: CNPq e FAPESP – bolsa de doutorado.

Produção de fertilizante organomineral fosfatado bioativo de eficiência aumentada

Prospecção e seleção de microrganismos com propriedades bioativadoras, nativos do sistema solo-planta, e adição destes a fertilizantes organominerais fosfatados, os quais terão suas características físicas e químicas melhoradas. Na produção do fertilizante, serão utilizados subprodutos orgânicos provenientes da indústria sucroenergética, destinando à agricultura parte de seus resíduos antes tidos como passivo ambiental. Por ser uma fonte finita na natureza, o uso sustentável de fósforo gerará eficiência do uso racional desse nutriente, assim como na correta destinação de torta de filtro, um dos mais abundantes resíduos da indústria sucroenergética.

Resultados no período: Foram realizadas prospecção e identificação de organismos de interesse agrônômico para futura inoculação em fertilizante organomineral derivado de torta de filtro enriquecida com fósforo.

Recursos financeiros: CNPq.

Emissão de N_2O do solo e eficiência do uso de Nitrogênio pela planta em diferentes formas de aplicação de N-fertilizante em cana-de-açúcar.
Avaliar a emissão de N_2O do solo associada à eficiência do uso de N-fertilizante pela cana-de-açúcar em diferentes formas de aplicação de N. A

aplicação aprimorada de N-fertilizante à cultura, com impactos positivos no uso de nitrogênio pela planta e consequente redução das emissões de GEE, seria de grande importância no cálculo das emissões globais de GEE na produção de energia. Além disso, as metodologias que estão em teste são de fácil adoção pelo setor produtor, pois apresentam baixo custo.

Resultados no período: Inicialmente, a coleta de amostras de gases foi realizada. Ainda não se tem uma ideia da magnitude das emissões entre os tratamentos.



Figura 4.6: Uso de sensores para diagnóstico do estado nutricional da cana-de-açúcar para aplicação de N-fertilizante de forma sustentável e taxa variada, de acordo com a demanda da cultura e não de uma média de produtividade esperada de todo o talhão

Aproveitamento agrônomo e industrial da palha da cana-de-açúcar relacionado à heterogeneidade do resíduo

Caracterizar as diferentes frações da palha da cana-de-açúcar (ponteiro e folhas secas) e verificar a contribuição de cada fração na sustentabilidade do canavial e no rendimento industrial para a geração de energia elétrica e etanol de segunda geração.

Resultados no Período: Foram coletadas centenas de amostras de palha em canaviais localizados nas principais regiões produtoras de cana na região

centro-sul do Brasil. Estas amostras de ponteiros e folhas secas foram encaminhadas para análises químicas para fins agrônômicos na ESALQ-USP, e concomitantemente estão sendo submetidas a análises de poder calorífero e rendimento industrial de glicose para a produção de etanol de segunda geração. Os primeiros resultados indicam que os ponteiros, parte da palha rica em nutrientes e com alta umidade, devem necessariamente ser mantidos no solo visando à reciclagem de nutrientes. Por outro lado, as folhas secas exibem melhores indicadores industriais e preferencialmente podem ser utilizados na indústria, tanto para a produção de energia, quanto para a produção de etanol de segunda geração.

Instituição Parceira (instrumento extra-oficial): USP.

Recursos Financeiros: CNPq.

Uso da discriminação isotópica para avaliar a contribuição da parte aérea e das raízes em aportar carbono para o solo

Avaliar a contribuição da parte aérea e do sistema radicular de plantas produtoras de bioenergia no Brasil e Estados Unidos.

Resultados no Período: A parte aérea de cana-de-açúcar e do milho, principais matérias-primas para a produção de etanol no mundo, é a principal fonte de carbono para o solo. O projeto mostra que a remoção total deste resíduo do campo irá resultar em redução dos estoques de carbono e aumento das emissões de gases do efeito estufa para atmosfera. Por outro lado, a remoção parcial da palha de cana-de-açúcar pode ser uma alternativa viável para o setor sucroenergético no Brasil e que estudos de campo precisam ser conduzidos visando confirmar estes resultados. Projeto em fase final de redação de dois artigos científicos.

Instituição Parceira (instrumento extra-oficial): *Energy Biosciences Institute* (EBI), localizado na Universidade de Illinois de Urbana-Champaign.

Recursos Financeiros: FAPESP – Bolsa de Pesquisa no Exterior.

Projetos Desenvolvidos pela Divisão de Processamento de Biomassa – PIN



Processamento de Biomassa

Realiza P,D&I orientados à conversão de biomassa em combustíveis, novos materiais e compostos químicos para diversos setores industriais. Em 2014, 17 projetos foram desenvolvidos pelos profissionais dessa divisão.

Deslignificação organossolve combinada com processos físico-mecânicos

Consolidar os processos de tratamento físico-químico do bagaço de cana-de-açúcar, a fim de separar o mais seletivamente possível os principais constituintes desta biomassa (celulose, hemiceluloses e ligninas). Esta consolidação inclui o estudo do efeito das variáveis destes processos sobre o rendimento de celulose, sobre as estruturas das ligninas obtidas e sobre a formação dos inibidores (indesejáveis para o processo), de modo a esclarecer potencialidades e limitações. Como etapa subsequente, compreender o efeito de diferentes processos físico-mecânicos associados aos tratamentos físico-químicos para avaliar os incrementos obtidos nos rendimentos de glicose a partir da hidrólise ácida e enzimática. Com o incremento nos rendimentos de hidrólise enzimática este processo combinado pode ajudar a viabilizar o processo de produção de etanol celulósico (etanol 2G).

Resultados no Período: obteve-se um incremento no rendimento de glicose por hidrólise enzimática (superior a 90%) em função dos tratamentos físico-mecânicos estudados. O projeto está em seu último ano de vigência. Até o momento, foram publicados quatro artigos em revistas indexadas e apresentados trabalhos em congressos nacionais e internacionais¹¹.

¹¹ Santucci, B.S.; Curvelo, A.A.S.; Pimenta, M.T.B. Evaluation of physico-mechanical treatments on sugarcane bagasse cellulose hydrolysis. In: 13th EWLP 2014 – 13th European Workshop on Lignocellulosics and Pulp, 2014, Sevilla, Espanha. Anais do 13th EWLP - 13th European Workshop on Lignocellulosics and Pulp, 2014.

Recursos Financeiros: FAPESP – modalidade Jovens Pesquisadores em Centros Emergentes.

Plataforma para produção de complexo celulolítico aplicado na hidrólise enzimática de bagaço de cana-de-açúcar e produção de etanol de 2ª geração

*Desenvolvimento de complexo enzimático celulolítico utilizando fungo filamentoso *Trichoderma harzianum* P11P49, por fermentação submersa, a ser utilizado na hidrólise enzimática de materiais lignocelulósicos. Dessa forma, pretende-se desenvolver um processo competitivo de produção de coquetel enzimático celulolítico para a hidrólise enzimática (etanol de segunda geração).*

Resultados no período: Foi construída uma linhagem modificada por DNAr, por meio da clonagem de fator de transcrição *xyr 1* e *lae 1* e cultivo em biorreator, para avaliação dos fatores de transcrição *ace2*, *ace1* *cre1* com a finalidade de se elaborar linhagens para superexpressão de celulases e hemicelulases. Além disso, foram realizadas rodadas de mutação clássica (UV e EMS) para obtenção de linhagem hiperprodutora, correntemente avaliadas em ensaios em frascos agitados.

No segundo semestre, otimizou-se o meio de cultura para a produção de enzimas em frascos agitados para a linhagem selvagem com resultado 2,3 vezes superior ao cultivo 'standard'. Também se delineou protocolo de produção em biorreator de bancada para rompimento da barreira de 1,3 FPU/mL, utilizando-se processo sequencial de cultivo em glicerol/indução com

celulose usando o microrganismo selvagem atingindo-se cerca de 2,5 FPU/mL em 72-96h de cultivo. Alguns artigos foram publicados¹².

Recursos Financeiros: CNPq – R\$ 500.000, com prazo de execução de 36 meses.

Rotas para a biotransformação de carboidratos da cana-de-açúcar em monoésteres de cadeia longa para fins energéticos

Estabelecimento em escala de bancada e avaliação preliminar técnico-econômica da produção de lipídeos proveniente da bioconversão de carboidratos residuais do processamento da cana-de-açúcar utilizando levedura oleaginosas. Os óleos gerados por esse processo podem ser usados como fonte de energia, por meio da produção de biodiesel, além de ser possível também utilizá-los nas indústrias alimentícia e farmacêuticas.

Resultados no período: Os principais resultados obtidos no primeiro semestre de 2014 incluem a seleção de leveduras oleaginosas baseada em velocidade de produção e rendimento de carboidratos a lipídeos, a otimização do meio de cultura e o desenvolvimento de protocolo a alta densidade celular em fermentador de laboratório. No segundo semestre, efetuou-se balanço de massa e energia de unidade produtora de lipídio no contexto de uma usina de primeira geração. Em 2015, será realizada a análise econômica, além da

¹² Braga CMP, Da Silva-Delabona P, Da Silva-Lima DJ, Paixão DAA, Pradella JGC, Farinas CS. Addition Of Feruloyl Esterase and Xylanase Produced On-Site Improves Sugarcane Bagasse Hydrolysis. *Bioresource Technology*. 2014 Oct 170: 316-24. doi: 10.1016/j.biortech.2014.07.115. PUBMED PMID: 25151076.

Horta MAC, Vicentini R, Delabona, PS, Laborda P, Crucello A, Freitas S, Kuroshu RM, Polikarpov I, Pradella JGC, Souza AP. Transcriptome Profile of *Trichoderma harzianum* IOC-3844 Induced by Sugarcane Bagasse. *Plos One*. 2014 Feb 9(2) p.e88689. doi: 10.1371/journal.pone.0088689.

Machado DL, Neto JM, Pradella JGC, Bonomi A, Rabelo SC, Da Costa AC. Adsorption Characteristics of Cellulase and β -glucosidase on Avicel, Pretreated Sugarcane Bagasse and Lignin. *Biotechnology and Applied Biochemistry*. 2014 Oct v.1, p. n/a-n/a. doi: 10.1002/bab.1307. PUBMED PMID: 25322902.

defesa de doutoramento do aluno vinculado ao projeto. Um artigo e uma patente foram publicadas¹³.

Recursos Financeiros: FAPESP.

Desenvolvimento de uma plataforma de expressão, baseada em *E. coli*, para a produção de enzimas envolvidas na hidrólise de biomassas lignocelulósicas

Desenvolver um processo de produção de enzimas recombinantes em Escherichia coli a fim de se enriquecer coquetéis enzimáticos para a sacarificação do bagaço. Tais proteínas acessórias objetivam a melhoria da eficiência de coquetéis fúngicos.

Resultados no período: Foi realizada a cinética de crescimento de cepas modificadas de *E. coli* para diferentes finalidades (secreção extracelular e estabilização plasmidial sem antibiótico); a caracterização do metabolismo em diferentes fontes de carbono; o desenvolvimento de uma nova técnica de cultivo para a obtenção de misturas enzimáticas (co-cultura de clones); a implantação do aparato de controle no LBHB para o cultivo em alta densidade celular; e o protocolo de aumento de escala até 200 L. Dois artigos foram publicados em revistas indexadas. Este projeto está sendo desenvolvido na instalação de bioprocessos do CTBE e utilizará a planta piloto na fase de escalonamento. O projeto está no seu quarto ano de vigência.

Recursos Financeiros: FAPESP – modalidade Auxílio a Jovens Pesquisadores em Centros Emergentes.

Microbial cell factories and processes development for sugarcane hemicellulosic hydrolysate valorization

Capacitar a equipe na análise de fluxos metabólicos e no uso de ferramentas de engenharia metabólica para a obtenção de microrganismos utilizados em

¹³ Artigo científico: Vieira JPF, Ienczak JL, Rossell CEV, Pradella JGC, Franco TT. Microbial lipid production: screening with yeasts grown on Brazilian molasses. *Biotechnology Letters* 2014 Dec 36(12) 2433-42. doi: 10.1007/s10529-014-1624-0. PUBMED PMID: 25129045. Patente: BR 10 2013 033410 3, depositada em 2013.

processos industriais. Para atingir esse objetivo, analisam-se os casos de estudo na produção de butanol utilizando Clostridium e ácido fumárico utilizando E. coli, utilizando hidrolisado hemicelulósico como o substrato-alvo. Portanto, este projeto cria uma nova área de atuação no CTBE e contribui com a geração de oportunidades para a indústria sucroalcooleira e para o etanol de segunda geração, pois o processo utiliza uma fração de açúcar não metabolizada pela cepa de levedura em uso na indústria, e, assim, não compete com o etanol, resultando em outro produto importante para a indústria química e de combustíveis (butanol e ácido fumárico), agregando valor ao processo como um todo.

Resultados no Período: Neste primeiro ano de execução do projeto foram geradas algumas estratégias de otimização do metabolismo de *Clostridia* com análise da proteção destas estratégias para posterior publicação.

Instituição Parceira: Universidade do Minho.

Recursos Financeiros: CNPq – modalidade Pesquisador visitante Especial do Programa Ciência sem Fronteiras.

Extração de ácido acético a partir do licor de pré-tratamento do bagaço de cana-de-açúcar

Estudar a extração/recuperação do ácido acético, componente inibitório mais expressivo no licor de pré-tratamento da biomassa de cana-de-açúcar, para reduzir a recalcitrância do material e maximizar a hidrólise e a consequente fermentação dos açúcares para a produção de etanol 2G.

Resultados no Período: As atividades foram iniciadas em agosto de 2014. Futuramente, pretende-se obter, experimentalmente, dados de equilíbrios líquido-líquido para diferentes subsistemas envolvidos na extração líquido-líquido. Os dados obtidos nestes estudos serão utilizados para determinação dos coeficientes de atividades e os melhores solventes selecionados serão empregados nos estudos de extração líquido-líquido utilizando licores de pré-tratamento obtidos em processos já pré-estabelecidos no CTBE. Ao final, será avaliada a fermentabilidade dos licores antes e após cada etapa de extração para assim mensurar as interferências deste inibidor no

rendimento fermentativo. Outro ponto importante será a avaliação da viabilidade de extrair e recuperar o ácido acético, agregando valor à cadeia de etanol celulósico.

Instituições Parceiras: Unicamp.

Recursos Financeiros: Capes.

Evolução induzida para o melhoramento de cepas de *Scheffersomyces stipitis* seguida de fermentação com reciclo celular a partir do hidrolisado de bagaço de cana-de-açúcar

Realizar o melhoramento de Scheffersomyces stipitis NRRL Y-7124, por meio de evolução induzida e reciclo de células para aumento da produtividade. Como consequência, visa estabelecer um protocolo padrão de fermentação de C5 com levedura selvagem. Os resultados obtidos permitirão utilizar este protocolo como referência para o estudo de leveduras melhoradas/modificadas geneticamente para a produção de etanol a partir de pentoses.

Resultados no Período: Foram testados dois distintos protocolos de mutagênese (química e física) para a levedura e executadas fermentações preliminares para o reciclo de *S. stipitis* em meio sintético, nas temperaturas de 30 e 25°C separadamente, além de diferentes porcentagens de xilose e glicose no mosto da fermentação.

Instituições Parceiras: Unicamp.

Recursos Financeiros: Fapesp.

Desenvolvimento de coquetel enzimático otimizado para a hidrólise de bagaço de cana-de-açúcar.

Obter uma formulação de coquetel enzimático otimizado e mais eficiente, de forma a contribuir com a tecnologia de produção de etanol de segunda geração.

Resultados Esperados: Validação de uma metodologia de hidrólise em pequena escala, permitindo a realização de dezenas de reações em paralelo, e o uso de ferramentas estatísticas para a obtenção de formulação de coquetéis.

Parte dos resultados foi apresentada em um congresso internacional e um artigo já foi submetido. Projeto concluído.

Instituição Parceira: UNICAMP – trabalho de mestrado.

Recursos Financeiros: FAPESP.

Estudos de adsorção/dessorção de enzimas lignocelulolíticas em lignina visando ao desenvolvimento de processos de reciclo de enzimas

Entender o mecanismo de adsorção de enzimas em lignina e propor processos de dessorção. Projeto gerará informações para se desenvolver o processo de reciclo de enzimas.

Resultados no Período: Modelagem preliminar da adsorção de celulasas em ligninas.

Instituição Parceira: UNICAMP – trabalho de doutorado.

Recursos Financeiros: CAPES.

Avaliação da viabilidade de aplicação do etanol como agente na precipitação de enzimas presentes no coquetel de *Trichoderma harzianum*.

Avaliar a aplicação do etanol para a etapa de concentração de coquetel enzimático fúngico. Com isso, o estudo apresenta dados de recuperação primária do coquetel enzimático, etapa ainda necessária devido às baixas concentrações proteicas dos coquetéis não comerciais, utilizando um reagente produzido na própria usina.

Resultados no Período: O projeto encerrou-se tendo gerado uma dissertação de mestrado e um artigo científico aceito para publicação. Os resultados indicam que a concentração de coquetel de *T. harzianum* pode ser realizada com etanol a 80% V/V com recuperação de aproximadamente 100% da atividade celulásica. A recuperação de atividades específicas, tais como xilanase (90%) e b-glicosidase (80%), pode ser obtida com etanol 60% V/V. O projeto também deu origem a uma reportagem jornalística no Portal

G1/Globo.com, intitulada “Laboratório de Campinas desenvolve processo para baratear bioetanol”.

Instituição Parceira: UNICAMP – trabalho de mestrado.

Recursos Financeiros: CNPq – Edital Universal.

Desenvolvimento de um processo integrado de pré-tratamento e hidrólise para produção de etanol de 2ª geração avaliando diferentes granulometrias do bagaço de cana

Avaliar a influência do tamanho de partícula nas etapas de pré-tratamento com ácido sulfúrico diluído e hidrólise enzimática do bagaço de cana. Os resultados mostraram que nenhuma das etapas sofre influência estatisticamente significativa em relação ao tamanho de partícula, uma vez que os valores obtidos de solubilização das macromoléculas e rendimentos foram semelhantes para as diferentes granulometrias, avaliadas em uma mesma condição. Este resultado proporciona impacto significativo na minimização de custos referente ao processamento da biomassa. O projeto foi encerrado tendo gerado uma dissertação de mestrado e um artigo científico publicado em congresso¹⁴. Com os dados obtidos, pretende-se submeter um artigo para publicação em revista indexada.

Instituição Parceira: Unicamp.

Recursos Financeiros: FAPESP.

Cinética de hidrólise ácida do licor obtido após pré-tratamento hidrotérmico.

Avaliar a cinética da pós-hidrólise ácida do hidrolisado hemicelulósico obtido a partir do pré-tratamento hidrotérmico do bagaço da cana-de-açúcar considerando ácidos dicarboxílicos (maleico e oxálico) e comparar os resultados aos obtidos usando ácido sulfúrico em termos de seletividade e fator

¹⁴ CESARIO, A. L. L. ; COSTA, A. C. ; RABELO, S. C. Effect of particle size on dilute acid pretreatment and enzymatic hydrolysis of sugarcane bagasse. *Chemical Engineering Transactions*, v. 37, p. 409-414, 2014.

de severidade. Além disso, os licores obtidos serão avaliados quanto a fermentabilidade pelo uso da levedura da espécie Scheffersomyces stipitis (NRRL Y-7124), espécie tolerante a altas concentrações de ácido acético e outros componentes inibitórios presentes em hidrolisados ácidos.

Resultados no Período: Projeto em estágio inicial.

Instituição Parceira: UNICAMP.

Recursos Financeiros: FAPESP.

New Cellulosic Derivatives from Sugarcane Bagasse

Produzir e caracterizar nanofibrilas de celulose e de whiskers de bagaço de cana, além de modificar a superfície das fibras do bagaço de cana e utilizar os substratos modificados em diferentes aplicações. Atualmente, a indústria brasileira exporta a celulose e importa derivados de celulose de alto valor agregado. Assim, o desenvolvimento de processos para a obtenção de produtos derivados de celulose de alto valor agregado é uma oportunidade para o país de deter a tecnologia e comercializar estes produtos que possuem maior valorização de mercado.

Resultados no Período: Em setembro de 2014 foi finalizado o primeiro ano de atividades do bolsista de pós-doutorado que concluiu parte das derivatizações propostas para os “whiskers” de bagaço de cana. Um bolsista de doutorado sanduíche está no Institut Polytechnique de Grenoble, França desde agosto de 2014 estudando a produção de “whiskers” a partir de bagaço de cana por métodos alternativos.

Instituições Parceiras (instrumento extra-oficial): USP e *Institut Polytechnique de Grenoble*.

Recursos Financeiros: CNPq – Programa Ciência sem Fronteiras (Processo número 402969/2012-0)

Aproveitamento da fração de pentoses da biomassa lignocelulósica de cana-de-açúcar para obtenção de ácido succínico

Produzir ácido succínico a partir de uma rota biotecnológica, utilizando um subproduto das indústrias de açúcar e álcool, o bagaço de cana-de-açúcar. Neste contexto, será avaliada a produção desse ácido por bactéria pré-selecionada e serão investigadas diferentes estratégias de cultivo em hidrolisado de bagaço de cana rico em pentoses, uma vez que há poucos estudos desta produção a partir de açúcares C5. O ácido succínico tem uma larga utilização como bloco químico para aplicações na indústria alimentícia e farmacêutica, além de ser base para o fornecimento de uma série de substâncias intermediárias e produtos finais importantes na indústria química, principalmente de biopolímeros a partir de succinato.

Resultados no Período: Foram executados experimentos da cultura do microrganismo produtor do bloco químico de interesse, como subsídio para o conhecimento do catabolismo das pentoses, mecanismos de consumo, e determinação de parâmetros de processo relacionados à cinética de pentoses.

Instituição Parceira (instrumento extra-oficial): EMBRAPA.

Recursos Financeiros: FAPESP.

Biodiversidade para produção de etanol de segunda geração

Estudar a potencialidade do uso de fungos filamentosos isolados do bioma Amazonas, o desenvolvimento do processo de produção e ampliação de escala e o acesso do potencial de uso do complexo enzimático obtido.

Resultados no Período: No primeiro semestre foi estabelecido o método de cultivo padrão e otimizado o meio e as condições de cultivo (pH e temperatura) para produção de celulases por *Lasiodiplodia theobromae* isolada pela UFPA em frascos agitados. Também ocorreu a efetivação de experimentos iniciais em biorreator de bancada com meio de cultura padrão. Além disso, foi realizada uma visita técnica de três integrantes do projeto ao laboratório localizado na Universidade Federal do Pará para o acompanhamento dos cultivos dos fungos selecionados, dos métodos utilizados para dosagem de atividades enzimáticas, com o objetivo de alinhar em realço a metodologia utilizada no CTBE, do processo de obtenção do extrato enzimático concentrado e para o planejamento dos ensaios de aumento de escala em biorreatores, sendo

possível discutir sobre os empecilhos obtidos em relação à agitação, aeração e cisalhamento perante os resultados preliminares já obtidos.

Os resultados obtidos no segundo semestre apontam que o fungo selecionado *Lasiodiplodia theobromae* MIBA-0016 não se mostrou bom produtor de complexo exo- endo-celulolítico nas condições testadas, entretanto, pode ser explorado para atividades de enzimas acessórias como β -glicosidases, pectinases e enzimas do complexo hemicelulolíticos de alta significância para suplementação de coquetéis enzimáticos para produção de etanol 2G.

A seleção de novas linhagens fúngicas de alto potencial celulásico está sendo realizado pela UFPA, utilizando-se serragem de madeira nobre como substrato além da microbiota existente no trato gastrointestinal de um molusco xilofágico. A etapa de ampliação de escala das condições otimizadas de pré-tratamento hidróxido de sódio com e sem antraquinona foi concluída com êxito, gerando dados de balanço de massa para a avaliação econômica do processo.

O segundo semestre contou também com o 2^o Workshop do projeto (UFPA-Belem-PA) para discussão e apresentação dos resultados obtidos até o presente momento e definição das próximas etapas, além da apresentação dos resultados referentes à otimização do pré-tratamento hidróxido de sódio com e sem antraquinona-etapa laboratorial no 2nd BBEST (*Bioenergy Science and Technology*).

O projeto contou com atuação de uma bolsista de desenvolvimento técnico durante 6 meses e conta com uma bolsista de Doutorado para a realização da etapa de ampliação de escala do processo de pré-tratamento alcalino, hidrólise enzimática, fermentação alcoólica com reciclo da melhor condição selecionada e balanço de massa e energia.

Instituição Parceira: Universidade Federal do Pará – UFPA

Produção de substâncias esteroides por rota biotecnológica, limpa e inovadora

Estabelecer a cadeia de produção de esteroides derivados da diosgenina, uma sapogenina esteroidal que serve de composto de partida para a produção de

diversos medicamentos. O CTBE atua nas etapas de processamento e extração deste princípio ativo por meio de rotas biotecnológicas. O domínio desta nova tecnologia pode levar o Brasil ao grupo de países que utilizam processos mais limpos na produção de esteroides. Projeto coordenado pelo LNBio.

Resultados no Período: Os protocolos padrões estabelecidos para os processos foram executados em escala de laboratório (20 L) e posteriormente em escala piloto (350 L). Além disso, foram realizados ensaios de hidrólise no reator POPE apenas para geração de material, em condições que foram estabelecidas anteriormente.

Instituições Parceiras: LNBio e IAC.

Recursos Financeiros: MCTI

Biocatalysis for Tackling Lignin Recalcitrance and Valorisation

Compreender a degradação enzimática da lignina que poderá resultar em novos produtos e aplicações nos processos de deslignificação. O projeto aborda diretamente as atuais limitações na biodegradação da lignina e processos de biotransformação gerando soluções tecnológicas e econômicas.

Resultados no Período: Com início em junho de 2014, ainda não apresenta resultados concretos, uma vez que não encontrou-se bolsistas para início das atividades experimentais. Este projeto conta com 2 bolsistas de pós-doutorado pelo período de 18 meses (cada bolsa) e duas bolsas de doutorado-sanduíche em Portugal pelo período de 12 meses (cada bolsa).

Resultados no Período: USP e Universidade Nova de Lisboa.

Recursos Financeiros: CNPq – Programa Ciência sem Fronteiras (Processo 400212/2014-5).

Projetos Desenvolvidos pela Divisão de Avaliação da Sustentabilidade da Produção de Biomassa e Bioenergia – PSE



Avaliação da Sustentabilidade da Produção de Biomassa e Bioenergia

Avalia a sustentabilidade do atual processo produtivo, considerando as alterações em curso. Tal análise contempla as inovações tecnológicas e a expansão do setor canavieiro. Em 2014, 12 projetos foram desenvolvidos pelos profissionais dessa divisão.

Dinâmica espaço-temporal do carbono do solo e emissões de óxido nitroso na cultura da cana-de-açúcar no Brasil – convergência entre modelos específicos de espaço e tempo

Desenvolver um sistema de modelagem ambiental que permitirá comparar técnicas de reforma convencional, cultivo mínimo e plantio direto na cultura de cana; a substituição da queima por colheita mecanizada sem queima, com manutenção de quantidades diferentes de palhada sobre o solo; a aplicação de fertilizantes nitrogenados, calcário e resíduos agroindustriais como a vinhaça e a torta de filtro; e a expansão da cana-de-açúcar sobre pastagens, culturas anuais e perenes. Para isso, serão utilizados os principais modelos computacionais para a simulação dos estoques de carbono e emissões de óxido nitroso do solo: CENTURY, Daycent, APSIM e RothC. Além disso, será implementado o sistema GEFSOC (Global Environmental Facility - Soil Organic Carbon) de integração entre modelagem e geoprocessamento. A integração entre geoprocessamento e modelos ambientais é útil à avaliação do impacto local e regional de práticas de mitigação de gases do efeito estufa incluindo cenários de mudança de uso da terra, de manejo do solo e da cultura agrícola.

Resultados no Período: Foi criada uma base de dados de solo, clima e uso da terra no período de 1940-2000 para testes do sistema GEFSOC. Também foram realizados testes iniciais do sistema de modelagem na região de Ribeirão Preto, com dados de saída de carbono do solo e carbono da biomassa em diversos compartimentos. Um dos destaques deste projeto foi a publicação do artigo intitulado “*Payback time for soil carbono and sugarcane ethanol*” na

revista *Nature Climate Change*¹⁵. O artigo foi tema de matéria jornalística no Portal Agência Fapesp (http://agencia.fapesp.br/carbono_emitido_por_conversao_de_pasto_em_canavial_e_compensado_em_ate_tres_anos/19235/), entregue via e-mail diariamente para mais de 100 mil usuários.



Figura 4.7: Matéria jornalística sobre artigo científico do CTBE publicado na revista na revista *Nature Climate Change*

Recursos Financeiros: FAPESP – Jovem Pesquisador em Centro Emergente e faz parte do Programa BIOEN.

Banco de dados em Sustentabilidade

Criar um banco de dados para o armazenamento de todas as informações utilizadas pelo PSE. Também busca viabilizar análises mais amplas dos vários aspectos da sustentabilidade da produção de etanol de cana. O projeto busca caminhar para a criação de um portal web com dados sobre a cultura da cana e bioetanol, que seja de fácil acesso para a comunidade científica brasileira e internacional, para agentes do setor sucroalcooleiro e formuladores de políticas para os setores energético e ambiental.

- **Resultados no Período:** Foi redefinido o modelo conceitual do banco de dados; as informações relacionadas aos mapas e tabelas utilizados pelo PSE foram inseridas no banco de dados Postgre SQL. Foi também desenvolvido um programa de busca de dados geográficos em Java.

¹⁵ Mello, F.C.F., Cerri, C.E.P., Davies, C.A., Holbrook, M., Paustian, K., Maia, S.M.F., Galdos, M.V., Bernoux, M., Cerri, C.C. Payback time for soil carbon and sugarcane ethanol. *Nature Climate Change*, 2014 (June), 1–5. doi:10.1038/NCLIMATE2239.

Impactos das condições climáticas na produtividade da cana-de-açúcar *Investigar se através de índices diversos (ou a junção desses), é possível verificar, quantificar e/ou estimar a ocorrência e duração dos eventos de seca na cultura da cana-de-açúcar. Para isso é necessário: 1) desenvolver uma metodologia para quantificar as perdas na produtividade causadas pela seca em tempo real; 2) aprimorar modelos de estimativa de produtividade da cana provendo dados robustos relativos à penalização; 3) Gerar dados para um sistema de gestão e monitoramento da cana-de-açúcar que está sendo criado pelo CTBE. O projeto visa, dessa forma, o desenvolvimento de metodologias que possibilitem aos agricultores e tomadores de decisão monitorarem em tempo real a cultura da cana-de-açúcar e indicar se está havendo prejuízos pela seca e quantificar as perdas na produtividade. Isto iria favorecer não só agricultores, mas também daria suporte às políticas públicas.*

Resultados no Período: O projeto está em seu início, e até agora foi realizada a montagem do banco de imagens.

Instituições Parceiras: ESALQ/USP e Unicamp.

Recursos Financeiros: FAPESP.

Desenvolvimento de metodologia para mapeamento sistemático de cana-de-açúcar utilizando imagens de satélites

Desenvolver uma metodologia científica e operacional, baseada em imagens de satélite, para o mapeamento preciso e sistemático da cana-de-açúcar. Essa metodologia utiliza dados de sensoriamento remoto de diferentes sensores e deve resultar em estimativas e mapas confiáveis, gerados de maneira sistemática e com baixo custo. Os resultados (mapas) serão incorporados ao portal do Laboratório Nacional de Ciência e Tecnologia do Bioetanol (CTBE) (<http://ctbe.cnpem.br/>) dentro de um sistema que está sendo desenvolvido para o monitoramento da cana-de-açúcar no Brasil (expansão, seca e vigor vegetativo).

Resultados no Período: Foi realizada a revisão de literatura do projeto que iniciou recentemente.

Instituições Parceiras: Unicamp.

Recursos Financeiros: CNPq – Edital Universal.

Integrated Sustainability Assessment of Bioethanol Production from Sugarcane in Brazil

Aprimorar as metodologias e a avaliação de aspectos importantes da sustentabilidade da agroindústria canavieira, com ênfase na obtenção de informações para uma avaliação integrada. As metodologias serão aplicadas em três estudos de caso sobre a produção de etanol de cana-de-açúcar no Brasil. O projeto contribuirá com a melhoria dos modelos computacionais em uso, a fim de ampliar o alcance e as suas sinergias ao considerar os aspectos de sustentabilidade. A construção de uma base de dados georreferenciados integrada (pelo CTBE) permitirá a combinação de todos os parâmetros e indicadores, de forma a obter uma resposta integrada da sustentabilidade do etanol de cana-de-açúcar brasileiro.

Resultados no Período: Com relação uso da terra, criou-se um banco de dados contendo variáveis geofísicas para as três áreas estudadas. Esse será utilizado para alocação dos resultados d BLUM - *Brazilian Land Use Model* ou Modelo da Terra para a Agropecuária Brasileira. Este é um modelo econômico dinâmico de equilíbrio parcial, multi-regional e multi-mercados para o setor agropecuário brasileiro, que tem como objetivo mensurar a mudança no uso da terra e estimar a expansão das principais atividades do setor para os próximos dez a vinte anos.

Na temática de recursos hídricos, foram realizadas simulações usando o modelo SWAT (*Soil Water & Assessment Tool*) para a bacia de Monte Mor, com avaliação dos resultados por meio do uso de diferentes fontes de dados de chuva. Também houve uma consulta para obtenção dos parâmetros sensíveis do modelo para o estudo e um ajuste na entrada de dados de uso da terra, o que fez com que fosse necessário um maior número de mapeamentos do que o previsto no início do projeto.

De modo a avaliar os impactos no solo, a ferramenta EXACT foi aplicada para o cálculo de emissões de gases do efeito estufa causadas por mudança direta

de uso da terra devido à expansão da cana-de-açúcar na micro-região de Presidente Prudente.

Para se analisar os impactos à biodiversidade, foi realizado um estudo que avaliou se a cana-de-açúcar nos últimos dez anos expandiu sobre os biomas Mata Atlântica e Cerrado e se houve expansão sobre as áreas consideradas como prioritárias pelo Ministério do Meio Ambiente, de acordo com o decreto n. 5092/04.

Por fim, para se realizar o levantamento de impactos sócio-econômicos foram realizadas pesquisas de campo para identificação de fatores socioeconômicos regionais, definição metodológica do modelo econômico macro e micro regional e resultados parciais que apontam para impactos distintos do avanço da cana-de-açúcar para cada região.

Instituição Parceira: Unicamp.

Recursos Financeiros: FAPESP – Projeto BIOEN BE-BASIC.

Sustentabilidade da irrigação no setor sucroenergético

Desenvolver uma ferramenta, composta por um conjunto de modelos, que fomenta a tomada de decisão e gestão e planejamento da irrigação no setor sucroenergético brasileiro de modo sustentável. Assim, torna-se uma alternativa para a integração dos instrumentos de gestão da Política Nacional de Recursos Hídricos, visando subsidiar pedido de outorga.

Resultados no Período: Foi adquirida a maior parte dos equipamentos de campo para a montagem dos experimentos. Concomitantemente, iniciou-se a programação do modelo de crescimento vegetal e balanço hídrico na plataforma VBNet. No final do segundo semestre, foi realizada a montagem de dois experimentos de campo com o intuito de fornecer dados para a calibração do modelo.

Instituições Parceiras: USP, UNICAMP, APTA, IAC.

Recursos Financeiros: CNPq.

Analisar o conhecimento existente a respeito da avaliação dos impactos sobre a biodiversidade, identificar metodologias e indicadores e desenvolver metodologias para identificar sinergias entre os diferentes aspectos da sustentabilidade. Também irá avaliar integradamente a sustentabilidade: desenvolvimento de uma base de dados integrada, no CTBE, que permita a combinação de todos os parâmetros e indicadores, que serão geo-referenciados.

Resultados no Período: Foi realizada a visita de um pesquisador do CTBE ao *Oak Ridge National Laboratory*. Além disso, foi elaborado um manuscrito para submissão em periódico, intitulado: "Soil organic carbon measurement protocols: A USA and Brazil comparison and recommendation".

Instituições Parceiras: UNICAMP e Oak Ridge National Laboratory

Recursos Financeiros: Fapesp.

Impacts of sugarcane production in Brazil

Estruturar a linha de pesquisa em modelagem ambiental no CTBE, por meio de intercâmbio de pesquisadores e alunos para capacitação e elaboração de projetos de pesquisa. A principal meta científica é avaliar os impactos da mudança do uso da terra e manejo dos resíduos culturais relacionados com a produção de cana no Brasil, usando modelagem de processos biogeoquímicos para identificar a quantidade ideal de palha que pode ser removida de forma sustentável para a produção de bioenergia. Tal análise considera: conservação do solo; sequestro de carbono do solo; ciclagem de nutrientes; redução das perdas de N a partir da decomposição da palha; supressão de plantas daninhas; retenção de água no solo / infiltração; e outros impactos. Assim, o projeto contribui no uso de ferramentas computacionais para avaliação de práticas sustentáveis na produção de bioenergia.

Resultados no Período: Publicação de um artigo científico¹⁶ e visita de trabalho à *University of Aberdeen* e à *Microsoft Cambridge* para elaboração do projeto de pesquisa.

¹⁶ DEL GROSSO, S.; SMITH, P.; Galdos, M. V.; HASTINGS, A.; PARTON, W. Sustainable energy crop production. *Current Opinion in Environmental Sustainability*, v. 9, p. 20-25, 2014.

Instituição Parceira (instrumento extra-oficial): *University of Aberdeen.*

Recursos Financeiros: Biotechnology and Biological Sciences Research Council (BBSRC) – Brazil Partnering Award

Sugarcane and ethanol water footprint under rainfed and irrigation
Quantificar a água utilizada para a produção da cana-de-açúcar e do etanol sob condições de irrigação e sequeiro por meio da metodologia de pegada hídrica. Os resultados do projeto possibilitarão o avanço do conhecimento e o aumento da eficiência do uso da água em uma área produtora de cana-de-açúcar. Além disso, serão conhecidos os possíveis usos de diversas fontes de adubação e defensivos nos recursos hídricos.

Resultados no Período: compilação de bases de dados de experimentos passados conduzidos sob irrigação por gotejo subsuperficial para confecção de dois artigos científicos.

Instituição Parceira (instrumento extra-oficial): *University of Texas, APTA e EMBRAPA.*

Recursos Financeiros: CNPq.

Pegada Hídrica da Cana-de-açúcar, etanol e açúcar em áreas irrigadas do Brasil

Quantificar os volumes de água necessários para produção de cana-de-açúcar, etanol e açúcar nos diferentes sistemas de cultivo irrigados em condições edafoclimáticas características do Brasil. Os resultados desse projeto possibilitarão o avanço do conhecimento sobre a eficiência no uso da água em uma área produtora de cana.

Resultados no Período: Projeto em fase inicial

Instituição Parceira (instrumento extra-oficial): EMBRAPA.

Recursos Financeiros: EMBRAPA.

Space-based remote sensing for land use and land cover mapping;
towards sustainable expansion of the bioethanol sector in Brazil

Melhorar as metodologias de mapeamento de uso da terra existente para o Brasil, utilizando a integração de dados com base em critérios de assimilação amplamente aplicáveis. Serão utilizadas diferentes frequências, resoluções espaciais e temporais objetivando reduzir a incerteza e conseguir maior integração com as geo-informações disponíveis. O resultado final deste projeto será uma recomendação para extrapolação e aplicação das técnicas de sensoriamento remoto para o desenvolvimento de um sistema de monitoramento nacional de mudança uso da terra no Brasil.

Resultados no Período: Foram realizadas visitas em campo para coleta de dados e a montagem do banco de imagens.

Instituições Parceiras (instrumento extra-oficial): Unicamp, EMBRAPA, Delft University of Technology e Utrecht University.

Recursos Financeiros: Fapesp – Bioen BE-Basic.

SustenAgro

Desenvolver uma nova metodologia para a avaliação da sustentabilidade dos sistemas de produção de cana-de-açúcar e soja. O projeto prevê o levantamento de dados dos sistemas de produção mais representativos dessas culturas nas regiões e microrregiões do Centro Sul do Brasil. Espera-se com o resultado deste projeto fornecer estratégias e ferramentas que possibilitem orientar políticas públicas para corrigir o percurso e possibilitar que tanto agricultor quanto a indústria retomem o crescimento de modo sustentável.

Resultados no Período: A seleção de parâmetros (indicadores), dentro das dimensões ambiental, social e econômica, foi levantada a partir de dados secundários (literatura especializada, banco de dados consagrados, outros projetos da Embrapa que tratam do mesmo tema) e da consulta aos especialistas das áreas correlatas da Sustentabilidade, por meio de rodadas de consulta remota e rodadas presenciais, reuniões técnicas, workshops e painéis de especialistas.

Instituições Parceiras (instrumento extra-oficial): EMBRAPA, Unicamp, APTA, Ufscar, IEA, CTI/MCTI.

Recursos Financeiros: EMBRAPA

4.4 Parcerias Tecnológicas e Institucionais

Eli Lilly – Desenvolvimento de plataforma tecnológica multifuncional visando obtenção de energia e nutrientes de biomassa para etanol e nutrição de animais

Equipe desenvolve uma plataforma tecnológica multifuncional que otimizará a disponibilidade de energia e nutrientes extraídos da biomassa fibrosa (lignina, celulose e hemicelulose) para aplicação na produção de bioetanol e nutrição de ruminantes. Tal tecnologia permitirá atender à necessidade de liberação e utilização mais econômica e eficiente dos açúcares contidos na biomassa fibrosa, como no bagaço de cana-de-açúcar, e estes serão utilizados para a produção de bioetanol de 2ª geração ou como fonte de nutrientes para bovinos de corte ou leite.

Status: O projeto teve início em setembro de 2013. Ao longo do primeiro semestre de 2014 foram finalizadas as contratações dos membros da equipe executora (um pesquisador em bioinformática, dois analistas de desenvolvimento tecnológico e um técnico de nível médio). Além disso, foi colocada em operação a sala de sequenciamento de ácidos nucleicos do CTBE, cuja adequação física foi realizada com recursos provenientes do projeto. Um treinamento teórico-prático sobre a tecnologia de sequenciamento de nova geração foi dado à equipe, contribuindo para a ampliação da área de atuação do grupo de biologia molecular do CTBE. Também foram desenvolvidos e aperfeiçoados diversos novos protocolos e técnicas de biologia molecular. Um conjunto de biorreatores paralelos foram especificados e adquiridos para o desenvolvimento do processo de produção das enzimas. Além disto, iniciou-se o processo de certificação da Planta Piloto do CTBE para permitir o trabalho com OGM classe 1 de risco em nível de contenção. Além da adequação civil, foram escritos e validados procedimentos para todas as etapas de trabalho necessárias para a execução de um cultivo microbiano. Por

fim, a documentação de solicitação foi encaminhada à CTNBio que analisou favoravelmente à extensão do certificado de biossegurança nº113/99 para a Planta Piloto. Ainda sobre esta questão, encontram-se em andamento as seguintes atividades:

Validação dos procedimentos de descontaminação do fermentador in situ;

Programa de monitoramento dos efluentes biológicos gerados na planta;

Programa de monitoramento de contaminação ambiental para registro da qualidade do ar prévia ao início dos trabalhos com OGM.

Financiamento: Finep (PAISS) e Eli Lilly.

BNDES, EMBRAPA, Pecege/Esalq e USP – A produção de etanol pela integração do milho-safrinha às usinas de cana-de-açúcar: avaliação ambiental, econômica e sugestões de política

BVC é utilizada para a avaliação técnico-econômica e ambiental da integração da produção de etanol de milho em usinas de cana-de-açúcar.

Status: Avaliações técnicas, econômicas e ambientais dos diferentes cenários de usinas flex analisados foram realizadas. O trabalho completo foi publicado na revista do BNDES¹⁷.

Apoio Logístico: BNDES.

Outras Informações: Os resultados gerados serão utilizados na formulação de políticas públicas pelo BNDES. Além do Banco, participam da iniciativa: EMBRAPA, Pecege/Esalq e USP.

BNDES – Estimativa de custo de produção e preço mínimo de venda do etanol 2G

¹⁷ Milanez, A.Y.; Nyko, D.; Valente, M.S.; Xavier, C.E.O.; Chagas, M.F.; Gouveia, V.L.R.; Matsuura, M.I.S.F.; Donke, A.C.G.; Cavalett, O.; Kulay, L.A.; Ramos, N.P.; Morandi, M.A.B.; Bonomi, A. A produção de etanol a partir da integração do milho safrinha a usinas de cana: avaliação ambiental, econômica e sugestões de política. Revista do BNDES, Vol.41, Junho, 2014.

Realizar a estimativa do custo de produção e preço mínimo de venda do etanol de segunda geração através da BVC, considerando diferentes cenários tecnológicos e horizontes temporais (curto, médio e longo prazo). Com base nesse levantamento, o BNDES estudará a proposição de mecanismos de políticas públicas que incentivem a produção e o consumo do etanol 2G no Brasil, contribuindo para que se concretizem os ganhos potenciais de aumento de produtividade e rentabilidade de forma mais acelerada.

Status: Em 2014, foram discutidas as premissas dos cenários a serem analisados, com base em questionários enviados a mais de 20 empresas do setor e em entrevistas com as 15 mais relevantes para o estudo em questão. Novas funcionalidades foram acrescentadas à BVC, como a inserção da Cana Energia no Canasoft e nas simulações industriais, novos cenários industriais de etanol 2G, além de atualizações no banco de investimento e análises econômicas destas novas inserções. Os resultados foram apresentados às empresas do setor para validação.

Apoio Logístico: BNDES

Outras informações: O refinamento dos resultados e escrita do artigo se encontram em fase de execução com previsão de publicação em Junho de 2015. O BNDES custeia o projeto no que se refere às viagens realizadas.

BRASKEM – Avaliação de investimento necessário para a produção de um álcool superior a partir da cana-de-açúcar

Estimar investimento e custos operacionais de uma planta de produção álcoois superiores, baseada no processamento de cana-de-açúcar, utilizando a ferramenta Biorrefinaria Virtual de Cana-de-Açúcar.

Status: O projeto foi finalizado com a entrega, para a empresa contratante, da estimativa de investimento e custos operacionais de uma planta de produção álcoois superiores, baseada no processamento de cana-de-açúcar. Com os resultados da análise, a empresa poderá definir a atratividade do processo produtivo, assim como identificar gargalos para continuidade da pesquisa.

Financiamento: Braskem – prestação de serviço

Petrobras – Modelagem e simulação de biorrefinarias de produção de etanol 1G/2G

Construir modelos matemáticos e implementá-los em um simulador de processos EMSO. As simulações possibilitarão o uso na otimização e no controle dos processos da empresa.

Status: No ano de 2014 foram realizados ajustes no planejamento das atividades técnicas, reuniões de acompanhamento e contratações dos engenheiros envolvidos com a modelagem dos processos. Foram desenvolvidos modelos de várias operações unitárias e áreas da biorrefinaria utilizando a linguagem de modelagem do EMSO. Os avanços nas atividades do projeto foram sumarizados em dois relatórios internos, porém a disponibilização destas informações não é prevista.

Financiamento: Petrobras.

Outras Informações: Este é um projeto coordenado pela UFSCar em parceria com a COPPE e UFRGS, e conta com recursos da Petrobras para o seu desenvolvimento.

Odebrecht Agroindustrial – Uso da Biorrefinaria Virtual de Cana-de-açúcar para avaliação técnica, econômica e ambiental da produção de etanol de segunda geração

Avaliar os impactos econômicos e ambientais de diversos cenários de produção de etanol de segunda geração a partir da biomassa da cana-de-açúcar. Tal avaliação fornecerá informações adicionais para a empresa Odebrecht Agroindustrial realizar a construção de uma planta de produção de etanol de segunda geração, a qual poderá servir como base para novos desenvolvimentos na produção de etanol e outros produtos.

Status: No ano de 2014, foram realizados estudos para identificação das variáveis mais relevantes relacionadas à viabilidade do processo de produção de etanol de segunda geração.

Financiamento: BNDES – Prestação de serviço à empresa *Odebrecht Agroindustrial*.

DOW – Development of new products from sugar cane

Desenvolver um processo de obtenção de bloco químico de interesse comercial por rota biológica.

Status: No período de janeiro a junho de 2014, tiveram início as atividades do projeto que tratam do uso de açúcares da cana-de-açúcar de primeira e segunda geração para a biossíntese de produtos químicos. Nesta fase do projeto, houve a implementação da infraestrutura dedicada, além da contratação de recursos humanos (3 técnicos, 1 engenheiro químico e 1 biólogo), validação de metodologia analítica e de procedimentos operacionais. Como atividade nesta fase, destacam-se também os procedimentos de cultura do microrganismo envolvido na biossíntese do produto.

Os resultados do primeiro semestre englobam análises técnico-econômicas, com o objetivo de avaliar o custo de oportunidade de diferentes substratos utilizados na obtenção do produto desejado, e a contribuição efetiva na definição dos processos de “downstream” para a obtenção do produto final.

Pode-se destacar, no segundo semestre, a confirmação de um composto capaz de elevar a produtividade do produto alvo do projeto (com potencial de patente) além do estabelecimento de investigação do potencial de microrganismo em consumir diferentes fontes de carbono e estudo dos mecanismos envolvidos na degradação destas fontes (também com potencial de patente).

Financiamento: DOW e FINEP (PAISS).

Outras Informações: Um sub-projeto em desenvolvimento pela equipe de ciência básica do CTBE se chama: “Melhoramento do microrganismo produtor de químicos”.

BP – Fermentação contínua multiestágio com recuperação, reativação e reciclo de fermento para obtenção de vinhos com alto teor alcoólico.

Projeto em fase de operação na unidade piloto e os resultados confirmam que a tecnologia em desenvolvimento contribuirá significativamente para a eficiência global da usina, baseado em resultados experimentais. A principal vantagem é o aumento da produtividade da fermentação alcóolica para até 9,0

g etanol/ L.h, aproximadamente o dobro dos valores industriais atuais. Isso impactará principalmente na redução de geração de vinhaça, consumo de vapor e equipamentos menores. Essa nova tecnologia será extensível para a produção de etanol a partir de outras biomassas, por exemplo, o bagaço de cana de açúcar.

Status: O projeto finalizou a fase de desenvolvimento em laboratório e entrou na de escalonamento de processos para a unidade piloto que visa testar, validar e demonstrar a tecnologia desenvolvida. Os resultados alcançados em laboratório mostraram que o novo processo contribuirá significativamente para a melhoria da eficiência global de uma usina atual através do aumento de produtividade de até 9 g etanol/ L. h, aproximadamente o dobro dos valores atuais. Esse ganho é principalmente devido à elevação do teor alcoólico do vinho final da fermentação, dos atuais 8,5°GL para até 15°GL, em consequência há redução de geração de vinhaça (efluente do processo) em até 60% e redução na demanda de vapor na destilação. Além disso, o teor alcoólico é o dobro do industrial e a produção de vinhaça é reduzida de 12 L/L para 5,5L/L. Os principais parâmetros foram avaliados e testados para a construção do protocolo padrão de operação para a demonstração em escala piloto. Dessa forma, as atividades do primeiro semestre de 2014 envolveram experimentos em laboratório, em paralelo com a finalização da montagem mecânica, elétrica e de automação e comissionamento da nova instalação na PPDP. Também foram construídos modelos e estimativa de parâmetros da etapa de fermentação alcoólica contínua baseados em dados experimentais obtidos em laboratório. A partir desses resultados foi proposto um método para construção de um modelo para a unidade piloto. O modelo e os resultados da unidade piloto são necessários para o projeto da unidade industrial da tecnologia desenvolvida.



Figura 4.8: Unidade implantada na Planta Piloto do CTBE para realização dos experimentos sobre fermentação contínua multiestágio.

Financiamento: BP

Outras Informações: A perspectiva é que o modelo, a partir dos dados operacionais da piloto, seja utilizado no projeto da unidade industrial da tecnologia desenvolvida em parceria com a BP.

Rhodia/Solvay – Obtenção de intermediários químicos a partir de macromoléculas provenientes do bagaço de cana-de-açúcar
Desenvolver rotas químicas para a produção de blocos químicos a partir das frações macromoleculares do bagaço de cana-de-açúcar. Com os resultados promissores aumentam as chances da implantação de uma planta industrial no Brasil. Novos empregos serão gerados e o país passará a produzir produtos que atualmente são importados, ou seja, há a redução da dependência de importação. Ainda, serão utilizadas rotas que empregam matéria prima de fonte renovável em substituição às atuais rotas petroquímicas.

Status: O projeto está em seu terceiro ano de vigência, com o cronograma cumprido conforme planejado e com três prestações de contas aprovadas pelo BNDES. Em 2014 foi concluída a etapa de “downstream” para a obtenção de dois blocos químicos em escala de laboratório, com início da operação em unidade piloto. Também se realizou uma avaliação do desenvolvimento de tecnologia para produção destes blocos químicos.

Recursos Financeiros: BNDES – FUNTEC. O montante de recursos aprovado foi de R\$ 7.747.042,19.

Outras Informações: Em função dos resultados promissores obtidos, foi solicitada a aditivação do prazo de utilização dos recursos por mais 10 meses, concordada entre o CTBE e a empresa parceira Rhodia/Solvay, com a

anuência do BNDES. Esta prorrogação permite que a etapa de “downstream” dos processos em desenvolvimento seja melhor detalhada, aumentando as chances de sucesso do projeto.

BNDES, DOW e DSM – Rota tecnológica para produção de etanol 2G de bagaço de cana

Desenvolver uma rota tecnológica para a produção de etanol de bagaço de cana-de-açúcar usando complexo enzimático celulolítico e linhagem de microrganismo para consumo de pentoses e hexoses obtidos na hidrólise enzimática. O desenvolvimento do processo compreende uma fase em escala de laboratório seguido de escalonamento até Planta Piloto do CTBE.

Status: Os principais resultados obtidos no ano são a definição da concepção geral do processo; a pré-análise tecnológica e econômica e o início de experimentos em laboratório. Para estes definiu-se: as principais rotas de pré-tratamento e de operações unitárias a serem empregadas nos processos, o tipo de reator e hidrólise e seu modo de operação e os resultados preliminares de fermentação alcoólica a partir das hexoses e pentoses geradas durante o processamento da biomassa.

Financiamento: BNDES – Programa PAISS, com prazo de operação de 30 meses.

Outras Informações: Pretende-se ao final do projeto a obtenção de dados de cinética, balanços de massa e energia validados na PPDP do CTBE a partir dos quais será elaborado projeto conceitual para unidade autônoma de produção de etanol de segunda geração integrada à unidade de primeira geração com aproveitamento integral do bagaço e parte da palha de cana-de-açúcar.

São Martinho, Zilor e Cerradinho Bio – Efeito do plantio direto e do manejo da palha da cana-de-açúcar nos atributos do solo e no desenvolvimento do canavial

Obter indicadores agronômicos e ambientais da adoção de práticas conservacionistas de manejo da cultura da cana-de-açúcar, tais como o plantio

direto na palha, a implantação de rotação de cultivos com leguminosas na reforma do canavial, a adoção de estratégias de controle e redução do tráfego e o manejo da palha do canavial.

Status: As primeiras colheitas deste experimento foram realizadas no final do primeiro semestre de 2014. Nesse período também foram instalados os tratamentos de controle de tráfego e níveis de palha, os quais deverão apresentar resultados mais conclusivos em 2015.

Os resultados indicaram que a adoção do manejo conservacionista baseado em plantio direto e rotação de cultivos com leguminosas resultou em um aumento médio de 12 toneladas de cana-de-açúcar por hectare cultivado. Somado a isso, a adoção destas praticas reduziram o custo de produção da biomassa de cana-de-açúcar e devem impactar positivamente na rentabilidade da atividade sucroenergética no Brasil.

Financiamento: BNDES e CNPq – Edital Ciências sem Fronteiras.

Outras Informações: A condução deste experimento conta com o apoio do renomado pesquisador australiano Allan Garside, vinculado à James Cook University, Austrália. Para a realização deste projeto também foram estabelecidas parcerias de pesquisas com os grupos sucroenergéticos São Martinho, Zilor e Cerradinho Bio, onde atualmente os experimentos de campo têm sido conduzidos.

Jacto, Usinas Cerradinho Bio, São Martinho, Grupo Zilor, Odebrecht agroindustrial e Usina Guaíra – A eliminação de tráfego e o plantio direto com precisão podem aumentar a produtividade e a longevidade do canavial?

Avaliar como a eliminação do tráfego em 87% da superfície do solo e o uso do plantio de precisão com diferentes espaçamentos entre linha e entre plantas influenciam a produtividade e a longevidade do canavial. Com isso, espera-se uma economia de 50% do custo de mudas no plantio da cultura, além de um aumento de produtividade de 20% em biomassa produzida.

Status: Foi realizada a colheita da primeira soqueira das cinco áreas experimentais, ratificando o bom desempenho do plantio de precisão de 0,75m

quando cultivado em solo não restritivo. Analisando a soma de dois cortes, essa configuração de plantio proporcionou 45 toneladas extras de cana.

Financiamento: BNDES – âmbito FUNTEC.

Máquinas Agrícolas Jacto S.A. – Mecanização de Baixo Impacto para a Cultura da Cana-de-Açúcar

Desenvolver tecnologias alternativas para reduzir o tráfego de máquinas sobre o solo e executar os processos de plantio e colheita da cana-de-açúcar que eliminem os principais gargalos da tecnologia atual que comprometem a sustentabilidade da produção de etanol. Os impactos esperados são relacionados a seguir:

- Ganhos de produtividade e conservação do solo pela redução em 80% do tráfego intenso de máquinas sobre a área plantada;
- Ganhos de produtividade resultante da viabilização de técnicas de manejo e configurações de plantio de precisão não permitidas pela tecnologia de mecanização existente comercialmente, incluindo a redução de emissões resultantes da viabilização da técnica de plantio direto em cana-de-açúcar;
- Redução em 50% das perdas de colheita em relação ao processo de colheita australiana existente comercialmente que são da ordem de 10% da produção;
- Redução em 50% do custo de colheita pela viabilização de processo de colheita de linhas múltiplas.

Status: Este macroprojeto relacionado à Mecanização de Baixo Impacto para a Cultura da Cana-de-Açúcar possui vários subprojetos, melhor descritos a seguir.

Estrutura de Tráfego Controlado (ETC): Um dos resultados relacionados à ETC é o desenvolvimento do sistema de controle computadorizado das funções de direção, suspensão e movimentação do carro porta-ferramentas da ETC. Outro resultado é a formulação do projeto e a fabricação de estrutura para avaliação do comportamento estrutural e do equilíbrio da ETC. A estrutura permite simular as diversas condições de cargas geradas pelas 8 posições diferentes que adotam as frentes de colheita durante a operação.



Figura 4.9: Estrutura para simulação das condições de carga atuantes na ETC.

Processo de Colheita: No primeiro trimestre de 2014, a frente de colheita de esteiras montada em trator invertido iniciou testes de campo na Usina Costa Pinto de Piracicaba (SP). Uma nova configuração de cortador de base flutuante foi testada com resultados satisfatórios em termos de desempenho de alimentação dos colmos de cana-de-açúcar. Também foi projetado, construído e testado com sucesso um protótipo de cortador de base duplo.



Figura 4.10: Cortador de base duplo instalado na frente de colheita de esteira.

Foi projetada uma nova frente de colheita “em manta” para acoplamento ao engate de três pontos do trator que se encontra atualmente em fase de testes de pátio, o que pode ser visualizado na Figura 4.3.

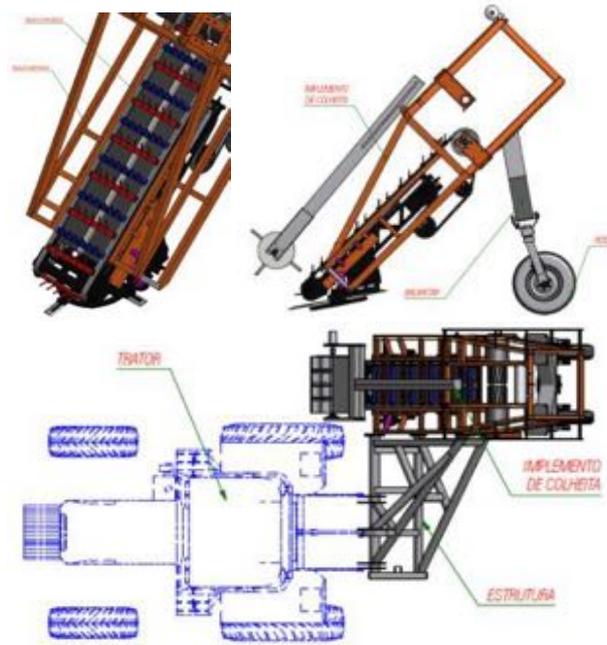


Figura 4.31: Implemento de colheita “em manta” acoplado ao trator

O lançador inercial ilustrado na Figura 4.4(a) sofreu aprimoramentos durante os ensaios no Laboratório de Protótipos Agrícolas em duas de suas três funções principais: redução da dispersão no transporte de rebolos e na correlação da massa lançada com o registro de pressão hidráulica do acionamento para geração de mapas de produtividade Figura 4.5(b).

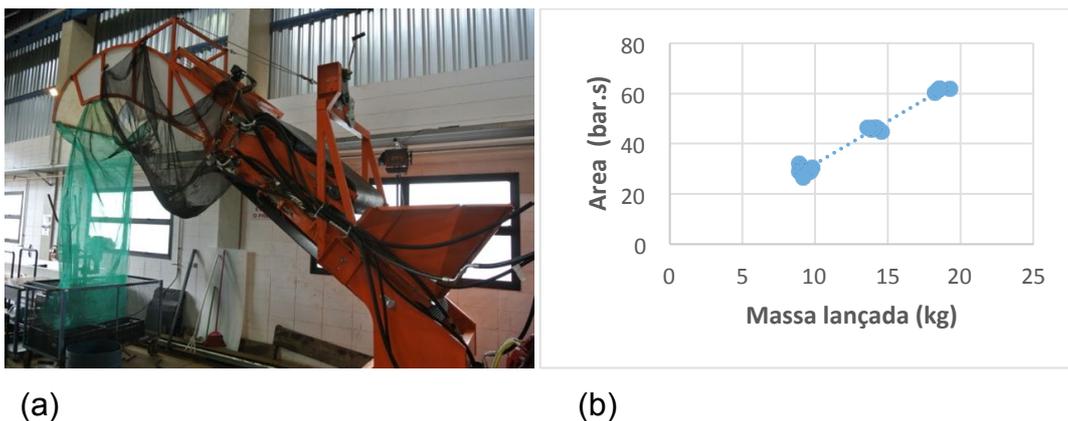


Figura 4.12: Lançador inercial em fase de desenvolvimento experimental.

Processo de Plantio: Houve atividades de desenvolvimento do processo mecânico de colocação com precisão dos rebolos dentro do solo e deu-se

continuidade aos experimentos agronômicos de avaliação de desempenho desse sistema de plantio.

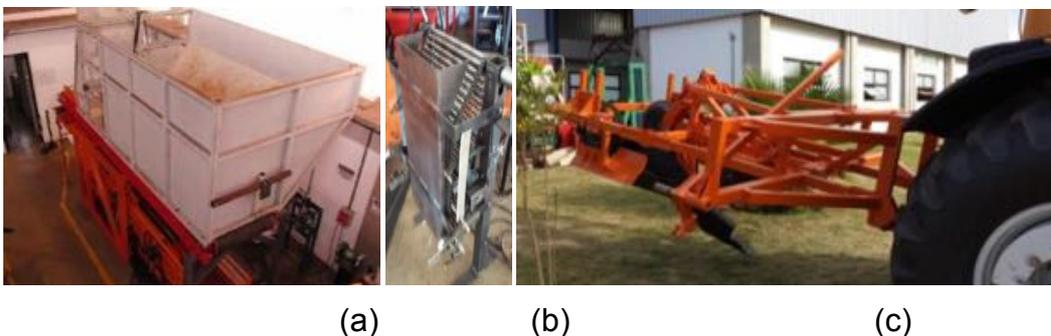


Figura 4.13: Protótipos para execução do processo de plantio de precisão

(a). Desagregador – Ordenador de Rebolos

(b). Dosador Acumulador de Rebolos

(c). Sulcador com Preparo de Solo Localizado

Em 2014 teve continuidade a avaliação da produção de biomassa nos experimentos de campo instalados em cinco usinas localizadas na região Centro Sul do Brasil. O plantio de precisão mostra uma tendência muito promissora em termos de produtividade de biomassa na maioria das condições avaliadas. No segundo trimestre de 2014 foram obtidos os primeiros resultados de segunda safra na usina Guaíra.

Outras informações: O projeto foi manchete em diversos jornais e revistas nacionais do setor do agronegócio e açúcar e etanol, como Valor, Isto É Dinheiro Rural, RPA News e Canal Bioenergia.



Figura 4.14: Reportagens jornalísticas sobre a mecanização de baixo impacto e a Estrutura de Tráfego Controlado do CTBE.

BP – Assessing Water Resources in Data Limited Regions and Changing Land Use

Desenvolver uma metodologia de baixo custo que permita a avaliação da situação da dinâmica dos recursos hídricos em regiões com pouca informação e disponibilidade de dados. Em particular, o projeto vai integrar os dados já existentes de satélite, modelagem e informações georreferenciadas para avaliar a dinâmica da quantidade e qualidade da água, devido à mudança de uso e cobertura do solo. A metodologia a ser desenvolvida deverá ser útil na prospecção de áreas de expansão aptas à produção de cana-de-açúcar em sequeiro (sem o uso da irrigação) e também à sinalização do uso da irrigação em áreas marginais.

Status: Montagem do banco de imagens MODIS e processamento dessas imagens. No primeiro semestre do ano, ocorreu a montagem do banco de dados a partir de bases públicas com informações de elementos meteorológicos e informações hidrológicas referentes a Bacia do Paraná (área de estudo). No segundo semestre, houve o desenvolvimento do produto de mapeamento sistemático da cana-de-açúcar.

Financiamento: BP.

Microsoft Research – Using Azure to run an integration of process-based environmental models and geographic information systems

Fazer uso de computação em nuvem para integrar a modelagem baseada em processos a um Sistema de Informação Geográfica para executar simulações de estoques de carbono do solo em diferentes cenários de mudança de uso do solo e manejo da cultura. O sistema utiliza o modelo de CENTURY (sistema dinâmico) em combinação com um processo de controle de funcionamento do tipo MPI em PERL, bem como uma base de dados relacional de base implementada no MySQL. O uso de computação em nuvem em pesquisa científica tem ampliado as possibilidades de processamento de dados em estudos de avaliação ambiental, potencializando a utilização de modelos computacionais e análises regionais.

Os resultados do primeiro semestre são a instalação do sistema e a geração das máquinas virtuais que estão executando a modelagem com base nos dados de clima, solo e uso da terra. Os primeiros resultados são referentes à região de Ribeirão Preto, SP, com testes nos municípios de Luiz Antônio, Guatapar e Santa Rita do Passa Quatro. No ms de julho, houve a participao do coordenador do projeto, o pesquisador Marcelo Galdos, no Microsoft Research Faculty Summit, alm de perodo como pesquisador visitante na sede da Microsoft Research em Redmond, Washington, EUA. Os proximos passos so a ampliao da rea avaliada para o Estado de So, e em seguida para a regio Centro-Sul.

Financiamento: Microsoft Research.

4.5 Iniciativas de Capacitao e Treinamento

4.5.1 Seminrios e Palestras

Os pesquisadores do CTBE apresentaram seminrios e palestras em diversas eventos, dentre os quais destacam-se a seguir, com o respectivo ttulo da apresentao, instituio/nome do evento e local:

- Genome studies of species involved in the bioethanol productive chain. German-Latin American Conference on Knowledge and Technology Transfer & Biotechnology and Life Sciences. Potsdam, Alemanha.

- Dielectric barrier discharge plasma on water to decrease recalcitrance of Lignocellulosic biomass. 36th Symposium on Biotechnology for Fuels and Chemicals. Florida, Estados Unidos.
- Assessing the impact of land use change and crop management on carbon stocks and greenhouse gas emissions in sugarcane production in Brazil. Berkeley Bioeconomy Conference. Universidade da Califórnia. Berkeley, Estados Unidos.
- Spatiotemporal Dynamics of Carbon Stocks and Greenhouse Gas Emissions in Sugarcane Production in Brazil. 4th Pan-American Congress on Plants and Bioenergy. University of Guelph. Canada.
- Evaluation of integrated first and second generation ethanol production plants in different regions of Brazil. Fourth International Conference on Lignocellulosic Ethanol (4ICLE). Landshut-Munich, Alemanha.
- Data analysis workflow for experiments in sugarcane precision agriculture. 10th IEEE International Conference on e-Science. Guarujá, Brasil.
- Nanostructural variability of sugarcane lignocellulose and its impact on bioconversion. 3rd Symposium on Biotechnology Applied to Lignocelluloses. Concepción, Chile.
- Rendimientos de la caña-de-azúcar en diferentes espaciamientos de siembra. IX Congresso Latino America de Técnicos Açucareiros (ATALAC 2014). San Jose, Costa Rica.
- Carbon metabolism in bioenergy crops. Max Planck Institute of Molecular Plant Physiology. Potsdam, Alemanha.
- Brazilian national research organization: from health care to bioethanol. Institut Polytechnique de Grenoble. Grenoble, França.

4.5.2 Eventos de Capacitação

- Treinamento em tópicos relacionados aos Laboratórios de Metabolômica e Biologia Computacional e Evolutiva

Duração: 3 meses | **Participantes:** um estudante de mestrado da *Universidad de Los Andes*.

- Minicurso “Produção de Etanol de Segunda Geração” na 4ª Semana Acadêmica de Engenharia Química da Universidade Tecnológica Federal do Paraná, em Ponta Grossa,

Duração: 8 horas, nos dias 23 e 24 de setembro de 2014 | **Participantes:** 16 estudantes e professores da instituição.

- Curso de pegada ecológica e avaliação do ciclo de vida de sistemas de bioenergia na Universidade de Concepción, na cidade de Concepción, no Chile.

Duração: 20 horas entre 26 e 30 de maio | **Participantes:** 12

- Curso “Introdução Básica ao Aspen Plus e Cenários Industriais na BVC”

Duração: 12 horas | **Participantes:** 10.

- Curso “*Energy Capacity Building*”, organizado pelo British Council, na Universidade Escola de Engenharia de São Carlos, São Carlos, SP,

Duração: 20 horas em fevereiro de 2014 | **Participantes:** 20

- Minicurso de avaliação de biorrefinarias de cana-de-açúcar

Participantes: 20 alunos do curso de Pós Graduação em Agronomia da UNESP de Jaboticabal.

- Treinamento sobre uso da metodologia de caracterização de biomassa vegetal realizada no CTBE.

Participantes: 1 usuário externo

- Cursos “Producción de bioetanol de primera generación” e “Experiencias de producción de bioetanol de segunda generación - técnicas de pretratamientos” no *Laboratorio Tecnológico del Uruguay (LATU)*, em Montevideú, Uruguai.

Duração: 8 horas, nos dias 10 a 12 de novembro de 2014 | **Participantes:** 14 estudantes e professores da instituição.

- Curso de capacitação para professores do Centro Paula Souza/FATEC acerca das etapas de produção do etanol de segunda geração.

Duração: 16 horas de atividades teóricas/técnicas e 8 horas práticas, nos dias 15, 16 e 17 de setembro de 2014 | **Participantes:** 40 professores de cursos técnicos ligados à cadeia sucroenergética.

Observação: Este curso incluiu aulas teórico-práticas na própria FATEC, e também no CTBE, onde inclusive os professores puderam acompanhar e conhecer presencialmente as etapas e equipamentos que fazem parte do processo de produção. De forma a tornar o curso mais efetivo e prático, uma apostila e um conjunto de vídeos que ilustram os processos em laboratório foram elaborados pela Assessoria de Comunicação do CNPEM. Esses vídeos ficaram disponíveis aos professores e também no website do CTBE e Canal no YouTube (www.youtube.com/BioetanolCTBE). O curso recebeu um retorno bastante positivo dos professores, sendo que o Centro Paula Souza já se mostrou interessado em repassar o conteúdo ministrado aos alunos e em estabelecer novas parcerias com o CTBE para iniciativas futuras de capacitação.

Além das atividades supracitadas, os pesquisadores do CTBE colaboram com a capacitação de profissionais por meio de aulas em Instituições de Ensino e Pesquisa, como, por exemplo, no programa de Pós-graduação da Universidade Federal de São Carlos (UFSCAR).

4.5.3 Eventos Científicos

3º Workshop do Projeto Temático FAPESP “Simulação da biorrefinaria de cana-de-açúcar de 1ª geração na plataforma EMSO”

Data: 15 e 16 de maio, nas dependências da FEQ/Unicamp | **Informações Adicionais:** O workshop contou com a presença de alunos, professores e pesquisadores das instituições: Unicamp, USP, UFABC, UFSCar e CTBE.

2nd Brazilian Bioenergy Science and Technology Conference (BBEST)

Data: 20 a 24 de outubro, em Campos do Jordão. | **Informações Adicionais:** Coordenador de Divisão de Pesquisa do CTBE dirigiu o comitê organizador deste evento internacional trianual sobre bioenergia que contou com a participação de vários pesquisadores do CTBE. Nesta Conferência, organizada por importantes pesquisadores ao redor do mundo, foi possível discutir o estado-da-arte no campo da bioenergia, assim como os últimos avanços científicos e tecnológicos, que podem direcionar políticas e negócios para o desenvolvimento do setor. Pesquisadores do CTBE apresentaram palestras ou

compuseram mesas-redondas relacionadas à sustentabilidade, aos impactos da expansão da cana-de-açúcar, a políticas públicas, a um estudo de caso da Planta de Piloto de Desenvolvimento de Processos do CTBE, à avaliação de rotas tecnológicas pelo uso da Biorrefinaria Virtual do CTBE, à análise do ciclo de vida, à engenharia genética de microrganismos e à utilização das “ômicas” na descoberta de biocatalizadores. Outros pesquisadores, colaboradores e bolsistas também apresentaram seus projetos em formato de pôster. Na Feira de Exibição da Conferência, foi cedido espaço para que o CTBE montasse um estande para representação e divulgação de suas atividades, onde foi possível a interação com os frequentadores do congresso, havendo interesse tanto de RH qualificado em fazer parte do time do CTBE, quanto de pesquisadores buscando o estabelecimento de novas parcerias. Merece destaque também o trabalho de Lauren Maine Santos Menandro, aluna de mestrado do Instituto Agrônomo de Campinas (IAC) que é co-orientada no CTBE. Ela recebeu o prêmio de melhor pôster na categoria estudante de mestrado. Sua pesquisa experimental visa caracterizar os diferentes compartimentos da palha e estimar a quantidade ideal deste material que deve ser deixada no campo para que ocorra a devida proteção do solo e reciclagem de nutrientes. Colaboradores do CTBE também venceram o Prêmio *BE-Basic International Design Competition for Students*, que escolheu um Plano de Negócios Inovador baseado na produção sustentável de produtos provenientes de biomassa. Victor Coelho Geraldo e Jessica Marcon Bressanin desenvolveram no CTBE um plano de negócios para a produção de Ácido Poliláctico (PLA) em uma usina de etanol de primeira geração, a partir dos açúcares presentes no caldo da cana.



Figura 4.15: Estande do CTBE na feira de negócios do evento BBEST 2014, em Campos do Jordão

Congresso Latinoamericano de Microbiologia, intitulado “OMICS: exploring the microbial world”

Data: 06 de novembro de 2014, em Cartagena, Colômbia | **Informações**

Adicionais: O pesquisador líder do grupo de Biologia Computacional, Evolutiva e de Sistemas foi convidado a coordenar uma sessão neste evento. Desta participaram outros dois pesquisadores do CTBE.

Workshop on Second Generation Bioethanol 2014

Data: 10 e 11 de novembro de 2014 | **Informações Adicionais:** O evento, que contou com o apoio da FAPESP, chegou a sua quinta edição anual e reuniu profissionais de diversos países para debater desafios relacionados à produção de biocombustíveis e outros bioprodutos desenvolvidos a partir de biomassas renováveis. As temáticas abordadas nesta edição contemplam biologia sintética de celulosomas, sistemas microbianos para biocombustíveis, biotecnologia de fungos filamentosos e relação entre estrutura de biomassa e bioconversão. Entre os destaques da programação foi a participação de Edward Bayer, pesquisador do *The Weizmann Institute of Science*, de Israel, um dos descobridores do conceito de celulosoma, complexo proteico presente em várias bactérias anaeróbias. As empresas GE, Illumina e Novozymes

patrocinaram o evento. Informações adicionais podem ser obtidas através link permanente do evento: pages.cnpem.br/2gbioethanol.



Figura 4.16: Foto oficial do evento "Second Generation Bioethanol 2014".

III Workshop on Sugarcane Physiology for Agronomic Applications

Data: 2 e 3 de dezembro de 2014 | **Informações Adicionais:** Contou com pesquisadores do Brasil e do Exterior. Sessões abordaram quatro tópicos principais, sendo estes: 1. Fisiologia de cana-de-açúcar no campo; 2. Interação cana-de-açúcar-ambiente; 3. Genômica em cana-de-açúcar; 4. Metabolismo, crescimento e desenvolvimento da cultura. Outras informações podem ser acessadas pelo endereço <http://pages.cnpem.br/sugarcane physiology/>.



Figura 4.17: Foto oficial do evento "III Workshop on Sugarcane Physiology for Agronomic Applications".

CNPEM-UK Meeting on Biocatalyst Discovery and Synthetic Biology

Data: 10 de dezembro de 2014 | **Informações Adicionais:** O evento, que contou com o apoio da FAPESP, reuniu profissionais de diversos países para debater o potencial de novas abordagens científicas, tais como metagenômica, triagem de alto rendimento, biologia sintética e de sistemas, visando a valorização de produtos agrícolas e florestais. Este encontro permitiu o início ou a continuidade de projetos de pesquisa em colaboração entre investigadores do CNPEM e do Reino Unido na área de biotecnologia industrial. Informações sobre o evento podem ser obtidas por meio do link permanente do evento: <http://pages.cnpem.br/ukmeeting/>.

4.5.4 Orientação e Supervisão

Os pesquisadores do CTBE, ao todo em suas cinco divisões, orientaram ou supervisionaram no ano de 2014:

- 27 alunos de iniciação científica,
- 28 alunos de mestrado e 42 de doutorado,
- 36 pós-doutorandos,
- 1 bolsista de treinamento técnico.

4.6 Infraestrutura, operação e melhorias técnicas

Atualmente, cinco Divisões de P,D&I fazem parte do Laboratório Nacional de Ciência e Tecnologia do Bioetanol – CTBE, além da Divisão de Gestão e Articulação (GEA). São elas: a Divisão de Processamento de Biomassa (PIN), a Divisão de Biologia Funcional, Biotecnologia e Biofísica (PPB); Divisão de Produção de Biomassa (PAG), Divisão de Avaliação Integrada de Biorrefinarias (PAT) e a Divisão de Avaliação da Sustentabilidade da Produção de Biomassa e Bioenergia (PSE). Além das Divisões científicas, também há o setor de Gestão e Articulação (GEA) que promove a Gestão do CTBE.

A Divisão de Processamento de Biomassa (PIN) abriga as “facilities” da Planta Piloto para Desenvolvimento de Processos, o Laboratório de Desenvolvimento de Processos e o Laboratório de Desenvolvimento de Bioprocessos. O PIN tem como um dos objetivos a realização de estudos e processos bioquímicos,

físico-químicos e protocolos analíticos em biomassas e seus produtos, além da produção de compostos, possibilitando também o escalonamento da produção de etanol e compostos derivados da biomassa.

A Divisão de Biologia Funcional, Biotecnologia e Biofísica (PPB) engloba nove laboratórios que contam com uma sofisticada infraestrutura de pesquisa em fisiologia vegetal, biologia molecular e computacional.

A Divisão de Produção de Biomassa (PAG) possui um Laboratório de Protótipos Agrícolas, onde desenvolve maquinários para mecanização de baixo impacto na cultura de cana-de-açúcar.

A Divisão de Avaliação Integrada de Biorrefinarias (PAT) desenvolve e coordena a Biorrefinaria Virtual de Cana-de-Açúcar, uma ferramenta de simulação computacional que permite avaliar tecnicamente a integração de novas tecnologias na cadeia produtiva de cana-de-açúcar, nos três eixos da sustentabilidade: econômico, ambiental e social.

A Divisão de Avaliação da Sustentabilidade da Produção de Biomassa e Bioenergia (PSE) utiliza diversos softwares e bancos de dados para a avaliação da sustentabilidade do atual processo produtivo da cadeia de etanol e também analisam as inovações tecnológicas, principalmente aquelas provenientes do próprio Laboratório Nacional.

A Divisão de Gestão e Articulação (GEA) passou por mudanças no ano de 2014. O Prof. Carlos Eduardo Vaz Rossell, também coordenador do PIN, assumiu como Diretor interino do CTBE em outubro de 2014. Uma das ações da GEA neste ano foi a Reestruturação da Estrutura Programática e do Organograma do CTBE, de forma a ficar mais alinhada com a proposta do CNPEM em se ter a visão orçamentária segmentada por linhas de pesquisa e objetivos do próprio Centro. Essa nova estrutura reduziu o número de subprojetos, o último nível de agrupamento de projetos, tendo sido possível uma redução de mais de 70%. Isso facilitará o acompanhamento e a gestão dos projetos, possibilitando uma visão mais prática dos projetos que compõem um mesmo subprojeto, além de seus recursos respectivos, destinados a um objetivo. Essa nova estrutura entrará em vigor em janeiro de 2015, e, dessa forma, será melhor detalhada nos próximos Relatórios.

4.6.1 Planta Piloto para Desenvolvimento de Processos - PPDP

Iniciou-se a operação contínua da unidade piloto, com comissionamento da nova instalação composta por novos equipamentos. Dentre eles temos 7 fermentadores, 3 centrífugas, 2 tanques e bombas; validação da esterilidade; realização de testes da automação; e contratação de técnicos para a operação por 24 horas corridos divididos em 3 turnos de dois técnicos e 1 dupla de folguistas. Destaca-se também o recebimento e a instalação do equipamento XDS PA de análise em tempo real por espectroscopia por infravermelho perto. A empresa fornecedora FOSS realizou os testes das fibras ópticas, treinamento de operação, construção e calibração de curvas para os principais analitos do processo (açúcares, etanol e células).

O protocolo de operação da unidade piloto foi desenvolvido e validado em escala de bancada em fermentadores de 2 L, em diversas condições, para obter a condição de maior robustez e produtividade. Nessa etapa foram realizados 108 experimentos. Esse protocolo corresponde aos experimentos em que se obtiveram melhores resultados de teor alcoólico, produtividade, rendimento e taxa de conversão, os quais são bastante promissores e estão além dos valores estimados do projeto conceitual.

Algumas modificações específicas realizadas em cada módulo componente da Planta Piloto estão descritas a seguir (os Módulos 2 e 5 foram certificados para trabalhos com solventes inflamáveis):

- Reator de Pré-tratamento Contínuo de Biomassa (Advancebio)

Foram feitas modificações no sistema de alimentação, ajustes e validação da automação, ficando assim a unidade em condições operacionais para realizar pré-tratamento por explosão a vapor catalisado (ácido ou base) ou autocatalítico, com o objetivo de atender projetos externos ou internos de tecnologia para etanol de segunda geração.



Figura 4.18: Vista geral do Reator de Pré-tratamento Contínuo de Biomassa (Advancebio), instalado na Planta Piloto do CTBE.

Foi detectado um problema na rosca de alimentação que dificulta a alimentação contínua do reator e aguardam-se resultados de testes com nova rosca no fabricante para posterior modificação no equipamento. Testes realizados no fabricante foram inconclusivos. Propostas de empresas e especialistas nacionais em transporte de sólidos estão sendo analisadas para correção do problema.

Também foi identificado um problema no silo de bagaço que alimenta a esteira alimentadora do reator AdvanceBio. O bagaço entra em contato com a corrente transportadora, travando o sistema. A solução foi endereçada internamente no CTBE e na oficina do CNPEM para isolar a corrente transportadora. O sistema está sendo instalado para ser testado.

Algumas modificações foram endereçadas no misturador de bagaço do reator POPE para uso como umidificador do bagaço para alimentação no Advancebio. Foram também realizados o projeto e a fabricação de chapas para isolamento das correntes transportadoras do silo alimentador de bagaço.

Além disso, ocorreu a instalação do sensor de nível nuclear e o isolamento com blocos de chumbo e realizado o levantamento radiométrico da área. Foi também instalado um controle de acesso na área do reator.

- Reator de Pré-tratamento Batelada de Biomassa (POPE)

Esta unidade se encontra em operação padronizada, incluindo o reator de pré-tratamento de biomassa, e periféricos de “downstreaming”. As instalações foram utilizadas para diversos projetos internos e com parceiros como: Rhodia-Esmeralda, Embrapa, Vale do Rio Doce.

Foi obtida a Certificação INMETRO de instrumentos e Controle de Eletricidade Estática para complementar o projeto de Classificação Elétrica de Áreas da PPDP 2 para operar processos que utilizam solventes inflamáveis.

O reator recebeu a instalação de um sensor de pH o que possibilitou seu uso como reator de hidrólise e tornando o equipamento multi-propósito.

- Peneira vibratória para classificação e limpeza de bagaço.

A peneira vibratória foi instalada e comissionada com telas apropriadas para tamanho da fibra de bagaço adequado para o reator AdvanceBio (< 6mm) e foi realizada a abertura das telas adquiridas limpam apenas fibras grandes.

- Extrusora do LNNano.

Foi ainda instalada extrusora para trabalhos de pesquisa do **LNNano** em área da PPDP.

- Módulo 6 - Fermentação

Foi realizado um projeto de redução de escala, fabricação e aquisição junto à fabricante nacional de centrífugas de bicos separadoras/clarificadoras com descarga contínua de sólidos para capacidade de 15L/h para viabilizar configuração de bioprocessos em modo contínuo, em adição aos modos batelada e batelada alimentada já disponíveis. Foram também adquiridos três equipamentos para o projeto de fermentação contínua VHG.

Neste ano, foi instalada uma sala limpa com pré-filtro com área para instalação das três centrífugas miniaturizadas para evitar contaminação na etapa de centrifugação de células.

Além disso, foram adquiridos e instalados cinco sensores NIR para monitoramento de processos em tempo real com realização de curva de calibração para uso durante o

projeto de fermentação contínua VHG. O sistema oferecido apresentou problema de comunicação de fábrica com o supervisor da Planta Piloto, sendo resolvido apenas no mês de novembro, após a empresa FOSS mudar o protocolo de comunicação e atualizar o programa. A partir de agora, bioprocessos e processos químicos em geral poderão ser monitorados em tempo real após obtenção de curvas de calibração.

Também para uso no mesmo projeto foram instalados medidor mássico de vazão de gases e cinco fermentadores NB com capacidade de 60L.

Módulo 3 - Unidade de Esterilização contínua UHTST

O medidor de densidade/brix à saída da unidade no produto final esterilizado foi adquirido e instalado durante o primeiro semestre de 2014. Além disso, essa unidade recebeu modificações no módulo de resfriamento evaporativo e nas bombas de alimentação e extração que foram substituídas por bombas nacionais com maior tempo de vida útil dos extratores.

4.6.2 Laboratório de Protótipos Agrícolas - LPA

Por meio de uso de recursos do projeto Jacto/BNDES e do contrato de gestão, foi finalizada a construção de laboratório de apoio e depósito de equipamentos para auxiliar as atividades desenvolvidas na casa-de-vegetação próxima do Laboratório de Protótipos Agrícolas.



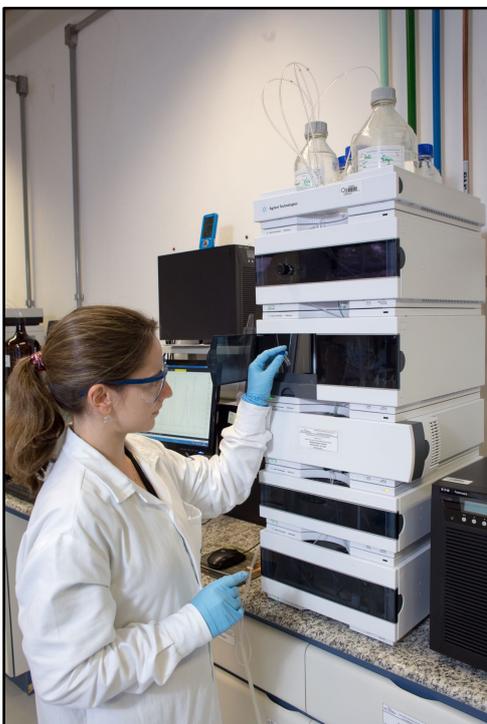
Figura 4.19: Laboratório de Protótipos Agrícolas (LPA).

Pesquisadores tem participando de discussões e planejamento para a ampliação dos laboratórios de análises de planta, casa-de-vegetação e laboratórios agronômicos de solo, planta e gases, assim como do tratamento e

processamento de resíduos orgânicos provenientes da indústria sucroenergética para produção de insumos agrícolas. Com recursos de projeto CNPq 403503/2013-2, foi adquirida uma série de equipamentos para processamento e fabricação de fertilizantes especiais utilizando como matéria prima resíduos orgânicos da indústria sucroenergética. Esses equipamentos estão sendo instalados no Laboratório Agrônômico localizado ao lado da casa-de-vegetação.

4.6.3 Laboratório de Desenvolvimento de Processos - LDP

No ano de 2014, o LDP seguiu em operação normal, atendendo a demandas de diversos projetos do CNPEM que podem ser assim divididos: atendimento a usuários externos (Portal de Usuários – Eixo 1), projetos internos (agências de fomento, colaboração com universidades e institutos de pesquisa – Eixo 2), parceria com indústrias e prestações de serviços (AIS – Eixo 3) e também treinamento para capacitação (Eixo 4).



O LDP abriga a Central Analítica para Biomassa e Derivados, constituída por um conjunto de Laboratórios com diversos equipamentos analíticos, e os Laboratórios de Processos Físico-Químicos, que reúnem os equipamentos para processamento físico e físico-químico da biomassa.

No que se refere ao Portal de Usuários, o LDP disponibiliza a infraestrutura do Laboratório de Fracionamento e Moagem, que atende a demanda do processamento físico da biomassa. No ano de 2014 foram dedicadas 144 horas para prestação de serviços, 162 horas para projetos com indústrias, 279 horas para projetos internos e 81 horas para propostas recebidas via Portal. Vide seção 4.2 para maiores informações sobre esta instalação.

A Central Analítica para Biomassa e Derivados que atua sob diretrizes comuns no LDP está operando de forma padronizada, servindo a este amplo espectro de projetos. Durante o ano de 2014 foram realizadas 19.600 análises totalizando aproximadamente 13.500 horas de trabalho de diferentes equipamentos analíticos. Cerca de 43% dos protocolos executados representam projetos internos (agências de fomento, colaboração com universidades e institutos de pesquisa), 56% representam as parcerias com indústrias e 2% o atendimento a usuários (extra Portal de Usuários).

Dentre os protocolos realizados como rotina na Central Analítica, pode-se destacar o procedimento de caracterização química de bagaço de cana-de-açúcar. Atualmente, não existe uma norma específica para a caracterização desta biomassa. A literatura especializada reporta normas específicas para a caracterização de outras biomassas que quando utilizadas para a caracterização do bagaço de cana acarretam em erros experimentais que dificultam a comparação dos resultados. Com esta motivação o NREL (National Renewable Energy Laboratory) propôs um interlaboratorial com o intuito de uniformizar e validar as metodologias analíticas para caracterização de bagaço de cana-de-açúcar, conforme mencionado no relatório anual de 2013. Além desta instituição norte-americana, outras oito instituições brasileiras (CTBE/CNPEM, CENPES/Petrobrás, IQSC/USP, EEL/USP, CTC, Embrapa Agroenergia, INMETRO, IPEN/CNEN) participaram deste trabalho. Esta atividade foi realizada no âmbito do Memorando de Entendimento “*Bilateral MOU – Brazil and United States – To advance the research and development of next generation biofuels technology*” para promover a colaboração em biocombustíveis, assinado pelo Brasil e Estados Unidos em março de 2007. Em novembro de 2009 foi assinado um Memorando de Entendimento entre NREL e CTBE, que deu início a esta colaboração. As técnicas de formação analítica foram identificadas durante as visitas recíprocas de pesquisadores norte-americanos e brasileiros para vários Laboratórios nestes países, líderes mundiais na produção de biocombustíveis. Como resultado desta colaboração bem sucedida, o *paper* intitulado “*Evaluation of Brazilian Sugarcane Bagasse Characterization: Inter-laboratory Comparison*” está em fase final de revisão para submissão no início do próximo ano. Estas metodologias foram validadas

e o CTBE oferece cursos de treinamento e capacitação (vide seção 4.5.2) para a comunidade científica especializada.

Durante as reuniões do grupo brasileiro (oito instituições acima mencionadas) para o alinhamento do conteúdo do “paper” foi identificada a necessidade da criação de uma norma brasileira que descreve esta metodologia, considerando que o Brasil é líder mundial na produção de bagaço de cana-de-açúcar. Este estudo foi encomendado pelo INMETRO junto à ABNT (Associação Brasileira de Normas Técnicas) e o CTBE está participando ativamente deste projeto, intitulado “Instalação da ABNT/CEE 213 - Comissão de Estudo Especial de Cana-de-Açúcar”.

4.6.4 Laboratório de Desenvolvimento de Bioprocessos - LDB

Neste Laboratório foi realizada sua adequação e novos equipamentos foram instalados, além do desenvolvimento de novas metodologias analíticas.



Figura 4.20: Reator para hidrólise da biomassa lignocelulósica presente no LDB.

O laboratório atendeu à demanda de projetos internos e projetos em parceria. Foram desenvolvidos experimentos do projeto em parceria com a empresa BP em fermentadores de bancada e em frascos; testes e validação de métodos analíticos de acompanhamento de processos; pesquisa e desenvolvimento do processo de fermentação alcoólica com licor de hidrólise a partir de bagaço de cana de açúcar; e experimentos para modelagem da etapa de tratamento de

fermento e experimentos iniciais de fermentação alcoólica com licor de hidrólise.

O Laboratório instalou um espectrômetro de massas adquirido pelo projeto de pesquisa Biodiversidade para produção de etanol de segunda geração – Vale/Fapesp utilizado para medida on-line dos gases de saída dos cultivos em biorreatores, visando controle ótimo de bioprocessos. O equipamento possui interface para efetivação de medida simultânea para até seis unidades.

Além disso, o Laboratório de Desenvolvimento de Bioprocessos (LDB) do CTBE foi reorganizado durante o período de Fevereiro e Julho de 2014, com a finalidade de atender aos projetos vigentes e de possibilitar a abertura desta instalação aos usuários externos futuramente. Em termos de infraestrutura, o LDB conta com sete laboratórios, sendo que dois laboratórios estão 100% dedicados a projetos com parceiros industriais em atendimento aos requisitos de sigilo e confidencialidade das atividades destes projetos. Os demais cinco laboratórios comportam cerca de trinta projetos relacionados aos seguintes temas: produção de enzimas, hidrólise enzimática de bagaço de cana de açúcar, fermentação alcoólica e obtenção de blocos químicos pela via bioquímica. Estes apresentam Certificado de qualidade em Biossegurança para o trabalho com OGMs da classe 1 de risco. Além dos laboratórios NB1, o CTBE conta com um laboratório certificado para o trabalho em nível de biossegurança 2 e operação em grande escala. Este laboratório foi projetado no conceito de sala limpa, onde podem ser desenvolvidos processos desde a escala de bancada até a piloto.

A instalação conta ainda com duas salas de apoio, almoxarifado, área para armazenamento de amostras e banco de células, área de esterilização de material e área para o descarte de resíduos. Os laboratórios e áreas de apoio contam com um colaborador responsável. A instalação conta com uma equipe técnica formada por técnicos de laboratório, especialistas com nível de mestrado e doutorado, engenheiros que dão suporte aos pesquisadores e aos usuários que utilizam esta instalação.

Além da reestruturação física dos laboratórios e das responsabilidades, foram preparados e revistos todos os procedimentos operacionais padrão de uso dos equipamentos existentes nesta instalação a fim de poder disponibilizar para

aos usuários quando se fizer necessário. Um manual de boas práticas laboratoriais do CTBE foi criado com o objetivo de orientar os usuários sobre as práticas de rotina e a conduta que está em uso nos laboratórios do CTBE.

Neste Laboratório, está sendo realizada pesquisa e desenvolvimento de um projeto em parceria com uma empresa do ramo químico, sendo financiado pelo FINEP no âmbito do programa PAISS. O projeto encontra-se em pleno andamento em uma das salas montada para a concretização deste projeto cujo acesso é restrito apenas aos colaboradores que compõem a equipe do projeto visando a garantir o sigilo e confidencialidade dos resultados obtidos.

Neste semestre, uma nova área de cultivo/fermentação foi montada através da instalação de 3 novos biorreatores com capacidade para 5 L, contendo sondas para o monitoramento de pH, oxigênio dissolvido e temperatura, além de o sistema de controle e aquisição de dados do processo através do software Biocommand. Esta nova área para desenvolvimento de bioprocessos permitirá a ampliação da capacidade de pesquisa interna, requerida pelos projetos financiados pelas agências de fomento, como também permitirá o atendimento de um maior número de usuários uma vez que os biorreatores são os equipamentos com a mais alta taxa de utilização desta instalação.

Foi iniciada a aquisição de um sistema de fermentação paralela da empresa Dargip (representada no Brasil pela Eppendorf), composto por um conjunto de 4 minibiorreatores contendo todos os equipamentos acessórios para a realização de 4 fermentações/cultivos paralelos em diferentes condições. Este tipo de equipamento tem vindo a ser usado internacionalmente em inúmeras tarefas que exigem otimização e seleção de organismos ou de condições de cultivo, com destaque para: Otimização de meio de cultura, Otimização de condições de fermentação, Identificação de inibidores, Seleção de linhagens/clones produtores, Microprodução, por exemplo, de proteínas.

Esta instalação recebeu a visita de auditores da Agência Nacional de Vigilância Sanitária (ANVISA), em Outubro de 2014, como parte das diretrizes da Lei de biossegurança que outorgou à ANVISA a atribuição de fiscalizar instalações que tenham o certificado de qualidade em Biossegurança. A instalação foi aprovada no parecer da auditoria.

4.6.5 Laboratório de Biologia, Biotecnologia e Biofísica – LBB

Laboratório de Análise de Biomassa no Estado Sólido

No ano de 2014, teve início o processo de mudança da instalação Gerador de Anodo Rotatório (GAR) do LNLS para o CTBE. No CTBE, a instalação será dedicada a rotinas de análises de difração de raios-x para caracterizar a estrutura fina e a orientação dos nanocristais de celulose, os quais compõem fração substancial (30-80%) da biomassa lignocelulósica. Os equipamentos já foram transportados para o CTBE e foi iniciada a adequação do laboratório que receberá os equipamentos.

Laboratório de Biologia Computacional e E-Science

No primeiro semestre de 2014, o laboratório participou da seleção e instalação de um novo servidor (PowerEdge Dell R620 com 48GB RAM, e 8×1.2 TB 10Krpm) para armazenamento de dados provenientes dos sequenciadores de nova geração, adquirido com recursos da FINEP. No início do segundo semestre, o laboratório participou da instalação do novo sistema de computação de alto desempenho para biologia computacional, este consiste de um chasis blade, um sistema de armazenamento em disco de 14TB e o primeiro nó de processamento com 768GB de memória RAM que será empregado para a montagem de (meta-)genomas e (meta-)transcriptomas. O grupo também iniciou a implementação de um sistema para o gerenciamento e compartilhamento das informações de sequenciamento com os usuários finais, o qual deve estar em produção no segundo semestre de 2014. Além disso, foi contratada uma pesquisadora em bioinformática para atuar em projetos desenvolvidos em parceria com empresas, aumentando a capacidade do grupo para atender a demanda de análises e interpretação de dados em larga escala, provenientes das tecnologias de sequenciamento de nova geração.

Além disso, o grupo de e-Science instituiu um padrão de desenvolvimento para seus bancos de dados, empregado na construção do (i) Banco de Dados de Experimentos Agrícolas (BD Agro) e do (ii) Banco de Dados de Cenários de Avaliação Tecnológica (BDCAT). A construção do BD Agro foi finalizada, com

seu detalhamento documentado em Memorando Técnico. O BD Agro está sendo alimentado com dados de experimentos agrícolas realizados pelo CTBE. Quanto ao BDCAT, foi produzida uma primeira versão funcional do banco; verificações, ajustes, e documentação em Memorando Técnico estão previstos para 2015. Adicionalmente, ao longo de 2014 foi continuada a alimentação da Plataforma LignoCel, que é o banco de dados de processamento de biomassa lignocelulósica.

Laboratório de Metabolômica

Durante 2014, o laboratório de metabolômica iniciou suas atividades, analisando mais de 2700 amostras, contemplando 14 projetos de pesquisa desenvolvidos no CNPEM, 4 projetos de parcerias com outros institutos de pesquisa e universidades brasileiras (usuários externos) e 1 projeto de universidade internacional. Além disso, houve treinamento avançado realizado na matriz da empresa Leco (St Joseph, MI, EUA), fabricante de espectrômetros de massas, com membros da equipe do CTBE, ampliando a capacitação para resolução de problemas de rotina e manutenção da máquina.

Laboratório de Microrganismos Classe de Risco 2 (NB2)

Com o aumento do grupo, ampliação das linhas de pesquisa e uso de novos microrganismos, o Programa de Pesquisa Básica do CTBE optou por montar um laboratório destinado à pesquisa com microrganismos classificados como classe de risco 2 (NB2). Assim, uma área de cerca de 30 m² foi reformada (sala 106C) e está sendo adaptada de forma a atender todas as exigências da Comissão Técnica Nacional de Biossegurança (CTNBio). Foram adquiridos novos equipamentos, tais como: uma geladeira, um micro-ondas, dois *shakers* grandes (com refrigeração), um *shaker* de bancada, um fluxo de segurança biológica (Filtro HEPA H14 de acordo com EN 1822: eficiência MPPS de 99.995% e DOP de 99.999%), um ultrafreezer -80°C, um termociclador, um *termomixer* com diferentes blocos, três estufas microbiológicas, uma autoclave, 2 *vortexes*, uma centrífuga de bancada grande e uma para microtubos. O Laboratório está, portanto, em fase de instalação inicial de seus equipamentos, o que pode ser observado na Figura 4.21.



Figura 4.21 Equipamentos do Laboratório NB2.

Laboratório de Sequenciamento de Ácidos Nucleicos

Durante o segundo semestre de 2014 foi finalizada a implantação do laboratório de sequenciamento de ácidos nucleicos do CTBE. Para isso, foi realizada a readequação física (com recursos da FINEP) de uma área do laboratório, que envolveu a colocação de divisórias, instalação elétrica, bancadas, “no-breaks”, banco de baterias e ar-condicionado. Após a finalização da reforma, os sequenciadores de ácidos nucleicos de nova geração Illumina

MiSeq, HiSeq 2500 e o equipamento de geração de clusters cBot (adquiridos com recursos da FINEP e contrato de gestão) foram instalados. Além disso, foi fornecido o treinamento teórico e prático necessário para a operação dos mesmos. Os sequenciadores MiSeq e HiSeq se encontram em plena operação, tendo sido validados para o sequenciamento de amostras de DNA e RNA de diferentes origens ao longo de 2014.

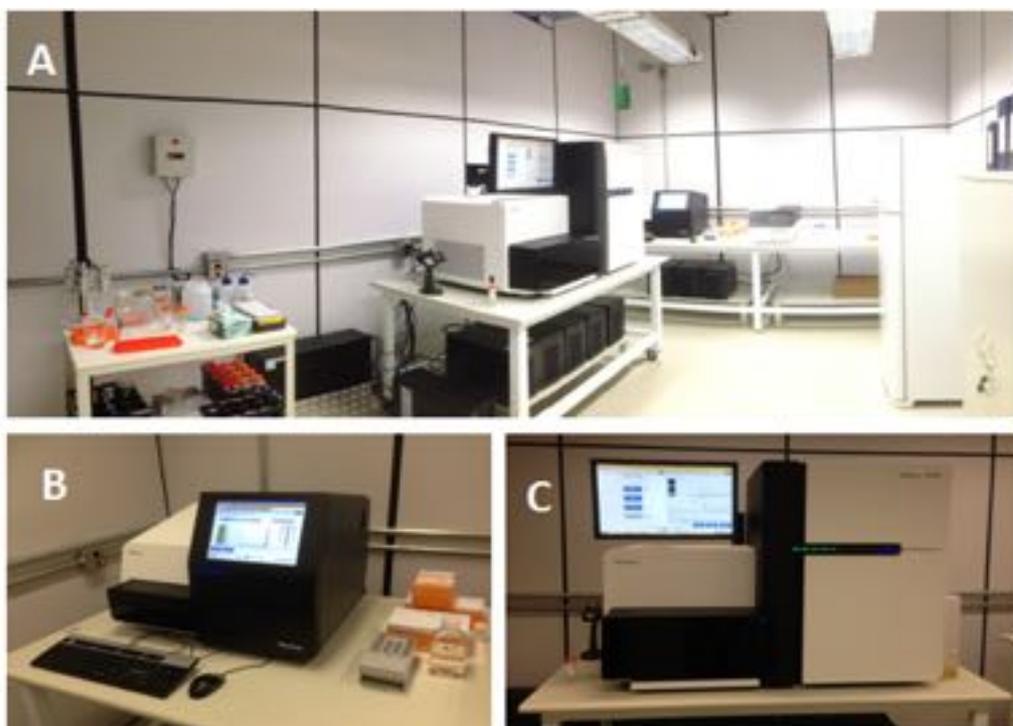


Figura 4.22: (A) Sala de Sequenciamento de Ácidos Nucleicos do CTBE. (B) Sequenciador Illumina MiSeq (C) Sequenciador Illumina HiSeq 2500.

4.6.6 Biorrefinaria Virtual de Cana-de-Açúcar - BVC

Durante o ano de 2014, a Divisão de Avaliação Integrada de Biorrefinarias (PAT) atuou no aprofundamento da construção da Biorrefinaria Virtual de Cana-de-açúcar (BVC). Na etapa de simulação industrial realizou-se a renovação da licença acadêmica do importante software de simulação Aspen Plus[®] (Aspentech) e obteve-se uma nova versão do mesmo. Iniciou-se a construção da planilha de comercialização e uso do etanol e a metodologia de Avaliação de Ciclo de Vida Social. Além disso, iniciou-se o desenvolvimento do Banco de Dados para Gerenciamento de Cenários de Avaliação Tecnológica

(BGCat) cujos benefícios serão a possibilidade de rápida disponibilização dos cenários e avaliações desenvolvidos no PAT e documentação da informação gerada na Divisão.

Prospecção Tecnológica

A área de pesquisa em produção de biocombustíveis e biomateriais derivados de biomassa tem avançado consideravelmente nos últimos quatro anos. Nos EUA e Brasil já estão em fase de operação unidades de demonstração e/ou produção de etanol de segunda geração que devem utilizar resíduos da produção de milho (EUA) e bagaço de cana-de-açúcar (Brasil). No Brasil, a GranBio foi pioneira em iniciar a operação da primeira usina para produção de etanol de segunda geração, do Hemisfério Sul em escala comercial, que ocorreu em setembro e investiu US\$ 190 milhões, sendo capaz de produzir até 82 milhões de litros/ano. Com investimentos da ordem R\$ 247 milhões, em novembro, a Raízen colocou em operação sua planta industrial para produção de etanol de segunda geração, com capacidade para produção de 40 milhões de litros/ano. O CTBE está alinhado com o cenário atual de produção de etanol de segunda geração, tecnologia que quando bem desenvolvida pode aumentar em até 50% a produção de etanol. Além do incremento no rendimento sem aumentar a área plantada e eliminação de resíduos, o etanol 2G contribui para a produção mesmo durante a entressafra. No entanto, o processo ainda é muito caro, principalmente pelo alto custo das enzimas utilizadas no processo, sendo que diversos projetos têm sido desenvolvidos e continuam sendo propostos no CTBE para prospecção, seleção, otimização, melhoramento e modificação de enzimas que possam apresentar maior eficiência no pré-tratamento ou na conversão dos açúcares. Outros projetos também vêm sendo desenvolvidos na otimização dos processos produtivos de etanol 2G, além de melhorias na produção do bioetanol de primeira geração, tanto relacionados a pesquisas na área de biomassa como de seu processamento e avaliação. Além da produção de etanol 2G, a produção de blocos químicos derivados da biomassa para a produção de bioplásticos e biocompósitos também é outro setor que cresce rapidamente. Os materiais derivados da biomassa são materiais sustentáveis que podem ser utilizados para a indústria, no entanto, a maioria dos produtos plásticos são derivados de petróleo. Os materiais

celulósicos, derivados de fibras vegetais, têm baixa densidade, são biodegradáveis e de baixo custo, além de possuírem alta rigidez e menor desgaste em comparação com resinas biodegradáveis. No caso da cana-de-açúcar, o bagaço e a palha, ricos em material lignocelulósico, poderiam ser utilizados para a produção de bioplásticos, e assim, biocompósitos. O CTBE está prospectando e acompanhando esses novos desenvolvimentos e estabelecendo parcerias com o setor privado para o desenvolvimento de projetos na área, como pesquisas relacionadas à produção de intermediários químicos. O CTBE também vem acompanhando as atualizações em outros institutos de pesquisa da área de energia. A convite do NREL (National Renewable Energy Laboratory), instituto referência mundial em energia renovável, no ano de 2014, o CTBE participou de interlaboratorial com outras instituições-referência mundiais com o objetivo de uniformizar e validar as metodologias analíticas para caracterização de bagaço de cana-de-açúcar. Os resultados estão sendo utilizados numa publicação que está sendo preparada acerca dessas metodologias.

Gestão da Inovação

No ano de 2014, o CTBE assinou 22 acordos e manteve mais de 30 em estágio de negociação adiantada, vários dos quais possuem acordo de confidencialidade assinado. Os vinte e dois acordos assinados incluem sete prestações de serviços, duas delas com a GE, outras com Braskem, Odebrecht, IBUS, Monsanto (em processo de assinatura) e FIA; quatro MoUs com o CNR, UCLA, University of Manchester e BDC York; três MTAs, com a DSM, Cerlev e Embrapa; três acordos de cooperação com as empresas Evangelista & Cia, Dow/DSM e Embrapa, um acordo de cooperação com a instituição de pesquisa Max Planck e outro com a Microsoft Research; um Acordo de Propriedade Intelectual com a Unicamp, individualmente; um contrato de concessão financeira com o BNDES, além de um contrato de licenciamento não exclusivo à empresa Optolink (em processo de assinatura), referente à patente BR1020130068640, resultante do Projeto: “Desenvolvimento de aplicação de sensores óptico termo-compensado em fermentação alcoólica”, desenvolvido em parceria com a Unicamp. Além disso, foram treinadas 71 pessoas, entre novos funcionários e parceiros do CTBE, em

confidencialidade, tema de extrema importância nas parcerias com a indústria. Foram realizadas reuniões com, no mínimo, 50 empresas dos setores de AIS para que suas demandas fossem explicitadas, identificando potenciais de cooperação e prossecução de novos projetos. Cerca de 60 empresas foram contatadas com o objetivo de se buscar novas oportunidades de colaboração dentro das áreas de atuação do CTBE, no âmbito específico da Embrapii. Além disso, a manutenção da participação das equipes em eventos nas áreas de atuação do CTBE foi importante para o desenvolvimento de contatos.

No total, a equipe de propriedade intelectual realizou 52 buscas de anterioridade, em bases de patentes públicas e privadas, a fim de se avaliar a liberdade para operar (“freedom to operate”) e o potencial de patenteabilidade de projetos em andamento, de propostas de projeto e de artigos a serem submetidos. Ademais, foram realizados 36 contatos de acompanhamento de projeto com os pesquisadores do CTBE.

Além disso, foram analisadas três opiniões escritas da autoridade responsável pela pesquisa internacional dos pedidos WO2014078924, WO2014059502 e WO2014019043, e apresentação de respostas a duas delas, referentes aos pedidos WO2014059502 e WO2014078924. Nesse último caso, o parecer dado pela autoridade de pesquisa internacional mediante a resposta apresentada foi completamente favorável à sua patenteabilidade. Realizou-se, também, o depósito de emendas para o pedido Sul Africano 2014/00479, o qual será concedido neste país.

Ainda, em 02/07/2014, foi realizado o depósito no PCT do pedido BR 10 2013 018051-3, que recebeu o número PCT/BR2014/000218, em 07/02/2014, foi realizado o depósito no PCT do pedido BR102014002986-2, que recebeu o número WO2014121362, e por fim em 12/03/2014 foi realizado o depósito PCT do pedido BR 102013005854-8, que recebeu o número WO2014138831.

Adicionalmente, o pedido de patente intitulado “Rolo Tombador-Levantador, Módulo de colheita e Processo de alimentação de colhedoras de colmos” foi redigido pelo CTBE e depositado no Brasil em 02/12/2014, recebendo o número BR 10 2014 030175 5. Esta patente já está licenciada para a empresa Jacto.

Com relação ao atendimento da MP 2186-16 - 2001, referente ao Conselho de Gestão do Patrimônio Genético (CGEN), foram elaborados os processos para 3

projetos do CTBE e a solicitação de autorização de acesso ao patrimônio genético para 2 deles via Plataforma Carlos Chagas (CNPq). Os Processos de número 010743/2014-6 e 010960/2014-7 foram autorizados.

ERRATA: Em 2013, uma patente foi depositada pelo CTBE após o fechamento do Relatório Anual, e, portanto, não contabilizou na contagem do número de patentes. Sendo assim, o CTBE depositou 10 e não 09 patentes no ano de 2013. A descrição da patente em questão vem a seguir:

Número: BR 10 2013 033410 3

Inventores: TELMA TEIXEIRA FRANCO, JOSÉ GERALDO DA CRUZ PRADELLA, JOÃO PAULO FERNANDES VIEIRA, JACIANE LUTZ IENCZAK e CARLOS EDUARDO VAZ ROSSELL

Depositada em 26/12/2013.

O processo reivindicado utiliza um microrganismo que usa uma fonte renovável mais barata de carbono para a produção de elevado teor de lipídeos, que pode ser aplicado para a produção de biodiesel. O processo é altamente promissor porque usa um microrganismo que, ao contrário do que é encontrado no mercado hoje em dia, pode crescer e acumular lipídeo em boas quantidades, utilizando uma fonte mais complexa e, portanto, mais agressiva de carbono em relação àqueles normalmente empregados, porém mais barata.

5. Laboratório Nacional de Nanotecnologia

5.1 O LNNano em 2014

Este ano foi caracterizado por um contexto adverso e, mesmo assim, por muitas realizações. No atendimento a usuários, foram atendidas 310 propostas externas, por todas as unidades do LNNano, destacando-se alguns setores que estão mostrando rápido crescimento: microscopias de sonda, com 37 propostas (uma de Karlsruhe, outra da PUC do Chile e 8 de outros estados), microfabricação, com 43 propostas (3 de outros estados) e a nova instalação de XPS no LMN, que em um semestre atendeu 23 propostas (4 de outros estados). A relação dos usuários inclui um número importante dos pesquisadores brasileiros mais destacados nas suas respectivas áreas e seus alunos, o que pode ser atribuído ao empenho do pessoal do LNNano em identificar e aproximar-se de pesquisadores importantes que, por qualquer razão, nunca foram ou deixaram de ser usuários das facilidades aqui existentes.

Na pesquisa interna foi obtida uma produção que atinge a meta estipulada no último aditivo do contrato de gestão e o faz em revistas de alto impacto, contando com contribuições de pesquisadores de todas as unidades do LNNano.

As atividades de inovação foram fortemente alavancadas pela oferta de novos serviços de alta complexidade tecnológica, que estão tornando o LNNano conhecido de muitos profissionais de empresas. Um resultado interessante é a grande diversificação no portfólio de empresas que contratam serviços no LNNano: passaram a constar várias empresas do setor farmacêutico, que nunca tinham usado o LNNano. Além disso, os projetos de P&D com empresas estão se ampliando em número e diversificando em escopo. Por exemplo, os projetos em FSW que eram praticamente todos vinculados ao setor de petróleo e gás agora alcançam também os setores de açúcar-álcool e o automobilístico.

No quarto eixo de atividades, de treinamento e educação, foram realizados cinco eventos importantes, todos muito bem sucedidos: o V Curso Teórico-

Prático de Microscopia Eletrônica de Transmissão, (6-24/1), o IV Workshop em Microfluídica, dias (24-25/7), a 6th Brazil School for Single Particle Cryo-EM, de (14-26/8), o curso teórico/prático de Microscopia de Varredura por Sonda (9-13/11) e o módulo de cursos junto ao VIII MICROMAT (19-20/11). Estes eventos representam uma contribuição importante do LNNano na capacitação brasileira em suas áreas de atuação.

Tomando-se por base o mês de dezembro, o quadro de pessoal do LNNano aumentou de 40 para 41 empregados, e o número de pós-docs e pós-graduandos também aumentou, de 10 para 22. O CNPEM, como um todo, tem tido dificuldade de cumprir as metas de pós-graduandos e pós-docs, mas o LNNano está contribuindo ativamente para superar esta deficiência.

Todas as realizações relatadas aqui foram viabilizadas por alguns fatores: 1) o recebimento de restos a pagar do SisNano, de 2013, em Janeiro, que viabilizaram investimentos; 2) a inclusão do LNNano no INCT Inomat, que viabilizou recursos para custeio durante 2014; 3) a grande disposição da equipe do LNNano em enfrentar um contexto hostil.

5.2 Instalações abertas aos usuários externos

- LME – Laboratório de Microscopia Eletrônica

O Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME) viabiliza o uso de microscópios eletrônicos de varredura e de transmissão a usuários externos para ensaios de microscopia em diferentes materiais, com resolução de até 0,1 nm. Possibilita definir partículas, precipitados e estruturas em materiais com até 1 nm de tamanho. Em amostras maciças, é possível ainda realizar imagens dos planos estruturais ou atômicos do material. Os microscópios também possibilitam a realização de microanálises químicas, fornecendo mapas de distribuição elementar a partir de 1 por 1 nm.

São atendidos anualmente pelo LME usuários da Biologia, Física, Química, Geologia, Engenharias e de outras áreas. O Laboratório, em média, recebe 250 propostas de pesquisa por ano, treinando, através da sua execução, 100 novos

usuários. O resultado direto desse esforço são os mais de 70 artigos publicados anualmente pelos usuários em periódicos indexados. Destacamos abaixo, 3 artigos de nossos usuários publicados neste ano.^{1,2,3} Estes artigos de usuários foram destacados pela importância das revistas em que foram publicados, por serem de diferentes áreas, por terem colaboração de pesquisadores de outros laboratórios do CNPEM (ex.: artigo 1) ou por terem colaboração de pesquisadores do LME (ex.: artigo 3).

- LCS – Laboratório de Ciência de Superfícies

Atualmente o Laboratório de Ciência de Superfícies (LCS) opera quatro microscópios de varredura por sonda (SPM), equipados com uma variedade de técnicas importantes para as áreas de Física, Química e Biologia. Aliado às instalações de SPM, o Laboratório realiza pesquisas em semicondutores nanoestruturados, baseados em crescimento por epitaxia de feixe molecular (MBE).

¹ *Evaluating the composition and processing potential of novel sources of brazilian biomass for sustainable biorenewables production.* Lima, M. A., Gomez, L. D., Steele-King, C. G., Simister, R., Bernardinelli, O. D., Carvalho, M. A., Rezende, C. A., Labate, C. A., de Azevedo, E. R., McQueen-Mason, S. J., Polikarpov, I. *Biotechnology for Biofuels*, v. 7, p. 10, 2014 - *Fator de Impacto em 2013*: 6,221.

Neste trabalho, foi investigado e comparado o potencial de três gramíneas (Panicum maximum, Pennisetum purpureum e B. brizantha) e cascas de eucalipto (Eucalyptus grandis e do híbrido E. grandis x urophylla) versus o bagaço de cana como matéria-prima para a produção de bioetanol. Foi revista a composição geral dessas potenciais matérias-primas e comparada sua aptidão para processamento para produzir açúcares para fermentação sob um range de condições controladas. O objetivo desta caracterização era aumentar o leque de potenciais matérias-primas para a produção de biocombustível brasileiro para incluir fontes de biomassa sustentável fora da cadeia alimentar humana.

² *Effect of heat treatment on the activity and stability of carbon supported PtMo alloy electrocatalysts for hydrogen oxidation in proton exchange membrane fuel cells.* Hassan, A., Carreras, A., Tricavelli, J., Ticianelli, E. A. (E). *Journal of Power Sources*, v. 247, p. 712-720, 2014 - *Fator de Impacto em 2013*: 5,211

Estudou-se o efeito do tratamento térmico com CO sobre a atividade, estabilidade e tolerância de catalisadores PtMo / C e sua aplicabilidade no ânodo de células de combustível de membrana de permuta de prótons (PEMFC). Para este propósito, um carbono suportado em PtMo (60:40, liga eletrocatalisador) foi sintetizado pelo método de redução de ácido fórmico, e as amostras deste catalisador foram expostas a temperaturas entre 400 e 700 °C.

³ *Organometallic preparation of Ni, Pd, and NiPd nanoparticles for the design of supported nanocatalysts.* Costa, N. J. S., Guerrero, M., Colliere, V., Teixeira-Neto, E., Landers, R., Philippot, K., Rossi, L. M. (E). *ACS Catalysis*, v. 4, p. 1735-1742, 2014 - *Fator de Impacto em 2013*: 7,572

Aqui, foi relatada a composição código de Ni (COD) 2 e Pd2 (dba), precursores organometálicos na presença de hexadecilamina (HDA) e hidrogênio, como uma abordagem eficiente para obter nanopartículas bimetálicas de níquel/paládio de tamanho controlado. Nanopartículas com diferentes proporções de Ni / Pd foram posteriormente usadas para a preparação de catalisadores suportados pelo método de sol-gel de imobilização. Os catalisadores suportados obtidos foram investigados na hidrogenação de ciclohexeno e em comparação com catalisadores de Pd e Ni monometálicos.

São destacados em referência alguns artigos de usuários publicados neste ano.^{4,5,6}

- LMN - Laboratório de Materiais Nanoestruturados

No Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN) o espectrômetro XPS foi aberto à comunidade científica e empresarial em julho de 2014. O laboratório conta com vários equipamentos de pequeno porte, mas de uso interno. Como o equipamento foi aberto aos usuários em julho ainda não há artigos de usuários publicados com seus resultados, mas algumas apresentações já foram feitas, em congressos:

1. Apresentação em congresso: *Mechanical properties of 316L stainless steel samples coated with thin films of TiNB*, por Terlize Niemeyer (doutoranda), David Gonzales (doutorando), Angelo L. Gobbi (pesquisador do LNNano), Cristiane A. Silva (especialista em materiais compósitos do LNNano) e Pedro A. P. Nascente (orientador), realizada no XIII Encontro SBPMat, de setembro a 2 de outubro de 2014.

2. Apresentação em congresso: *Characterization of 316L stainless steel substrates coated with TiNb thin films*, por Terlize Niemeyer (doutoranda), David Gonzales (doutorando), Cristiane A. Silva (especialista em materiais

4 Ionic desorption in PMMA-gamma-Fe2O3 hybrid materials induced by fast electrons: An experimental and theoretical investigation Rocha, M. V. J.; Carvalho, H.W.P.; Lacerda, L.C.T.; Simoes, G.; de Souza, G.G.B.; Ramalho, T.C. *Spectrochimica Acta Part A-Molecular And Biomolecular Spectroscopy*, Vol. 117, pág. 276-283. Fator de impacto: 2,129.

Nessa pesquisa, o AFM do LCS foi utilizado para caracterizar superfícies de materiais orgânicos/inorgânicos.

5 Chitosan/tripolyphosphate nanoparticles loaded with paraquat herbicide: An environmentally safer alternative for weed control Grillo, R.; Pereira, A.E.S.; Nishisaka, C.S.; de Lima, R.; Oehlke, K.; Greiner, R.; Fraceto, L.F. *Journal of Hazardous Materials*, Vol. 278, Pág. 163-171. DOI: 10.1016/j.jhazmat.2014.05.079. Publicado: AUG 15 2014. Fator de Impacto em 2013: 4,3

Neste artigo, foi avaliada a caracterização de nanopartículas carreadoras de substâncias com aplicação em nanotoxicologia agrícola, uma nova fronteira na área desta microscopia.

6 Chemical Stabilization and Improved Thermal Resilience of Molecular Arrangements: Possible Formation of a Surface Network of Bonds by Multiple Pulse Atomic Layer Deposition de Pauli, M.; Matos, M.J. S.; Siles, P.F.; Prado, M.C.; Neves, B.R.A.; Ferreira, S.O.; Mazzoni, M.S.C.; Malachias, A. *Journal of Physical Chemistry B*, Vol. 118, ed. 32, pág. 9792-9799. DOI: 10.1021/jp503784v. Publicado: AUG 14 2014. Fator de Impacto em 2013: 3,3

Neste artigo, o AFM do LCS foi utilizado como uma ferramenta bastante prática e eficiente para caracterização de superfícies de filmes finos.

compósitos do LNNano) e Pedro A. P. Nascente (orientador), apresentado no Congresso Brasileiro de Aplicações de Vácuo na Indústria e na Ciência (XXXV CBRAVIC) de 21 a 24 de outubro de 2014.

- LMF - Laboratório de Microfabricação

O Laboratório de Microfabricação (LMF) dispõe de instalações e conhecimento para o desenvolvimento de processos de fabricação em escala micrométrica. O LMF possui larga experiência na fabricação de dispositivos baseado no conhecimento de processos tais como: litografia óptica, deposição de filmes finos, corrosão e eletroformação. Esse conjunto de técnicas garante a microfabricação de protótipos para diferentes aplicações acadêmicas e industriais nas áreas de microfabricação, microfluídica, sensores químicos e físicos, detectores e plataformas de testes point-of-care.

O LMF atende a cerca de 40 projetos por ano, originados de diversas universidades brasileiras. Para realizar tais projetos, a equipe técnica do LMF treina cerca de 60 usuários por ano em técnicas avançadas de microfabricação.

Dentre os usuários e colaboradores, destaca-se os trabalhos do Prof. Wendell K.T. Coltro da Universidade Federal de Goiás (UFG), um dos mais antigos e assíduos usuários do LMF, que desenvolve trabalhos na área de microfluídica. Este usuário é um dos organizadores, junto com o pesquisador Angelo Gobbi, do Workshop de Microfluídica anualmente realizado no LMF/LNNano. O Prof. Coltro foi um dos ganhadores da versão brasileira do Prêmio MIT Technology Review que revela inovadores com menos de 35 anos de idade. O Dr. Coltro, inventou uma tecnologia de baixo custo para fabricar dispositivos para uso em análises microfluídicas (como sangue e urina) a partir de papel e toner de impressora. (reportagem sobre os trabalhos do usuário publicada na Revista Veja, no link <http://veja.abril.com.br/noticia/vida-digital/o-brasileiro-por-tras-do-exame-de-sangue-de-15-centavos>). Para a execução deste trabalho e de outros de sua linha de pesquisa, o usuário contou com suporte do LMF.

- DSF – Dispositivos e Sistemas Funcionais

O grupo de pesquisa em Dispositivos e Sistemas Funcionais (DSF) trabalha no desenvolvimento e integração de materiais e dispositivos nanoestruturados para aplicação em áreas de interesse estratégico como energia, agricultura e meio ambiente. Estão ainda dentro do escopo das atividades do grupo a pesquisa de novos materiais híbridos nanoestruturados com características relevantes para a fabricação de dispositivos eletrônicos, eletroquímicos e microfluídicos. O laboratório ainda não tem usuários externos. Sua construção e instalação ocupou o ano de 2014 e o laboratório deverá abrir receber usuários externos a partir de 2015.

A lista de artigos publicados pelo pessoal do DSF em colaboração com pessoal externo, em 2014 segue abaixo.^{7,8,9,10}

⁷ Siles, P.F.; Bufon, C.C.B.; Grimm, D.; Jalil, A.R.; Mende, C.; Lungwitz, F.; Salvan, G.; Zahn, D.R.T.; Lang, H.; Schmidt, O.G. "Morphology and local transport characteristics of metalloporphyrin thin films." *Organic Electronics*, v.15, p.1432-1439, 2014. DOI: 10.1016/j.orgel.2014.04.004. Fator de Impacto em 2013: 3,6

Sistemas orgânicos, tais como moléculas à base de porfirina são uma alternativa promissora para dispositivos moleculares. Estes sistemas têm importantes propriedades fotofísicas e eletroquímicas e podem ser facilmente preparados por técnicas de síntese e deposição bem estabelecidas. No entanto, não se sabe muito sobre suas propriedades elétricas e mecanismos de transporte de carga. Esta análise elétrica e a compreensão do mecanismo de transporte subjacente tornam-se importantes para a futura implementação de dispositivos baseados em porfirina.

⁸ Este artigo de usuário em que o pesquisador Carlos Cesar Bufon participou como colaborador foi capa da revista "Advanced Energy Materials": Sharma, R.; Bufon, C.C.B.; Grimm, D.; Sommer, R.; Wollatz, A.; Schadewald, J.; Thurmer, D.J.; Siles, P.F.; Bauer, M.; Schmidt, O.G. "Large-area Rolled-up nanomembrane capacitor arrays for electrostatic energy storage". *Advanced Energy Materials*, Article first published online: 17 MAR 2014. DOI: 10.1002/aenm.201301631. Fator de Impacto em 2013: 14,3

A fabricação, caracterização e otimização de ultra-capacitores compactos enrolados de grande área baseados em nanomembranas enroladas é demonstrada através da combinação de diferentes métodos de fabricação. A escalabilidade do processo é testada sobre uma plataforma de 4 polegadas empacotada em que uma quantidade de 1600 dispositivos são fabricados em paralelo. Ao utilizar uma camada dielétrica de híbrido consistindo de HfO₂ e TiO₂ incorporado numa matriz Al₂O₃, condensadores ultracompactos enrolados podem ter a sua capacitância duplicada em mais de duas ordens de grandeza. As suas propriedades elétricas podem ser precisamente controladas ajustando a composição do óxido. Além disso, o rolamento de estruturas baseadas em nanomembranas de grande área naturalmente resulta em uma diminuição substancial da área ocupada. Tais elementos ultracompactos de armazenamento de energia eletrostáticos têm um grande potencial na alimentação de vários microssistemas autônomos

⁹ Vervacke, C.; Bufon, C.C.B.; Thurmer, J.D.; Schmidt, O.G. "Three-Dimensional Chemical Sensors Based on Rolled-up Nanomembranes". *RSC Advances: an international journal to further the chemical sciences*, v.4, p.9723-9729, 2014. DOI: 10.1039/C3RA47200K. Fator de Impacto em 2013: 3,7

Esse artigo mostra que movendo-se para a realização de sistemas de ultra-compacto de diagnóstico, demonstramos a concepção, realização e caracterização de elementos sensores químicos baseados em nanomembrane arregaçadas que operam em temperatura ambiente. Os dispositivos em forma de tubo com um diâmetro final de 15 mm contam com um processo de fabricação que combina top-down e bottom-up abordagens e é compatível com tecnologias de processamento padrão. Matrizes de sensores são criados em paralelo on-a-chip, conseqüentemente, a integração desses elementos em dispositivos

- CPM – Laboratório de Caracterização e Processamento de Metais

O Laboratório de Caracterização e Processamento de Metais (CPM) do LNNano/CNPEM possui vários laboratórios para suporte aos usuários das áreas acadêmica e industrial, principalmente na pesquisa de novas técnicas de soldagem, caracterização avançada de materiais, simulação física dedicada e também simulação física acoplada à difração de raios-x.

As principais instalações utilizadas pelos usuários são o difratômetro de raio-x, o simulador termomecânico Gleeble 3800 e o simulador termomecânico Gleeble 3S50 acoplado à linha de difração de raio-x do acelerador de elétrons, tornando-se a única instalação de análise *in-situ* neste perfil, o que atrai vários usuários da comunidade científica mundial. Desde a abertura para os usuários externos em 2012, o Laboratório de Caracterização e Processamento de Metais recebe pesquisadores do Brasil e de outros países como Estados Unidos, Alemanha e Japão.

Voltado para execução de projetos em conjunto com a indústria, o Grupo CPM possui ainda uma máquina de soldagem por atrito com pino não consumível e uma máquina universal de ensaios mecânicos, espectrômetros de massa e hidrogênio e um laboratório para preparação de amostras e caracterização microestrutural. Artigo de usuário publicado neste período.¹¹

lab-em-a-tubo como unidades de sensoriamento certamente parece viável. Esta particularidade faz com que este procedimento seja uma via atraente para condensar elementos sensores para dispositivos ultra-compactos.

¹⁰ Santos, P.M.; Corrêa, C.C.; Forato, L.A.; Tullio, R.R.; Cruz, G.M.; Colnago, L.A. "A fast and non-destructive method to discriminate beef samples using TD-NMR". *Food Control*, v.38, p.204-208, 2014. DOI: 10.1016/j.foodcont.2013.10.026. *Fator de Impacto em 2013: 2,8*

Neste artigo, o método Carr-Purcell-Meiboom-Gill (CPMG) e sequências de pulso contínua Free Wave Precision (CWFP) foram utilizados para análise por Ressonância Magnética Nuclear (TD-NMR) de dados de amostras de carne bovina. Um total de 99 amostras de carne de diferentes raças touro (Angus, Bonsmara e Canchim) e sexo (novilhas e boi) foram utilizados neste estudo. Os conjuntos de dados e CPMG CWFP foram processados utilizando análise uni e multivariada, a fim de desenvolver modelos de classificação para discriminar as amostras de acordo com o sexo e raça dos animais.

¹¹ *In-Situ X-ray Diffraction Analysis of Strain-Induced Transformations in Fe- and Co- base Hardfacing Alloys*

R.T. Smith, a T. Lolla, a D. Gandy, c J. Siefert, c L. Wu, d G. Faria, e A. Ramirez, e S.S. Babu, b and P.M. Anderson, a[1]. Scripta Materialia. Fator de Impacto em 2013: 2,9

Resultado apresentado em congresso:

Apresentação em congresso: estudo da estampabilidade a quente no estiramento controlado de chapas de aço ao boro din 27mncrb5 pelo método de elementos finitos. Batalha, M. H. F; Button, S. T Publicado nos anais do CONEM 2014 – VIII Congresso Nacional de Engenharia Mecânica – Uberlândia/MG

5.3 Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Interno

- Detector de Adulteração de Etanol

Construir um dispositivo funcional, barato e de baixa complexidade para determinar em medida direta a concentração de água em etanol. O público-alvo são empresas interessadas em monitorar a adulteração de etanol combustível. O dispositivo é uma estrutura interdigitada de níquel-dielétrico formada sobre uma placa de alumina e se baseia no conceito capacitivo, considerando a medida da capacitância em função da concentração de água em etanol.

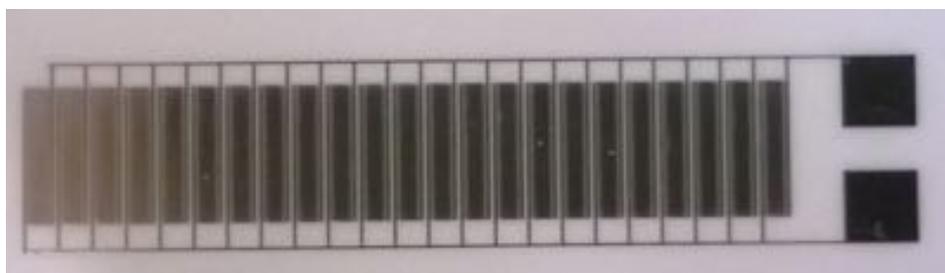


Figura 5. 1 Protótipo do dispositivo sensor de água/etanol detalhando sua estrutura interdigitada.

Resultados obtidos no período: No 1º semestre deste ano, foram obtidos os últimos resultados experimentais que consolidaram o protótipo final do dispositivo, que apresentou resposta linear na faixa de 0 a 20% de água em etanol com excelente sensibilidade ($S = 0,119 \text{ mV} / \% \text{Etanol}$).

O projeto gerou o pedido de patente de invenção com título: Dispositivo sensor para determinação da concentração de analitos em fase líquida, preferencialmente álcool e/ou água, e método de construção do dispositivo

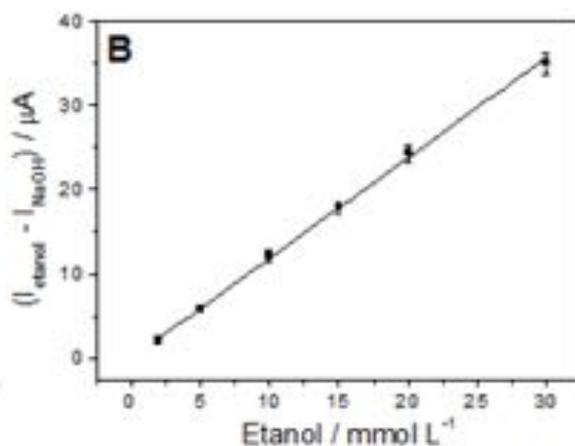
sensor¹², cujos inventores são os pesquisadores Carlos César B. Bufon (DSF), Ângelo L. Gobbi (LMF), Maria Helena de O. Piazzeta (LMF) e Rui Cesar Murer (LMF).

O projeto continuou ao longo do segundo semestre com ênfase no desenvolvimento de um sistema de comunicação portátil que seja capaz de processar as leituras obtidas pelo dispositivo e transmiti-las para dispositivos móveis via protocolo GSM. Os próximos passos compreendem o teste desta mesma plataforma de comunicação para outros dispositivos atualmente desenvolvidos pelo LMF.

- Desenvolvimento de dispositivo eletroquímico para determinação de etanol

Realizar monitoramento contínuo do teor de etanol durante o processo de fermentação a fim de impedir que sua concentração ultrapasse 12% e iniba a ação de leveduras.

Resultados obtidos no período: o LMF desenvolveu um dispositivo eletroquímico, modificando um eletrodo de níquel (Ni) com hidróxidos de Ni, cobalto (Co) e cádmio (Cd) que possibilita a eletrocatalise de etanol em baixos potenciais.



¹² Ref: Pedido de patente BR PI 10 2014 009745-7, depositado em 24 de abril de 2014

Figura 5. 2 Curva analítica indicativa da Intensidade de Corrente x Concentração de Etanol para 3 diferentes eletrodos modificados sob mesmo padrão. Dados coletados e tratados a partir de 14 experimentos analíticos. Equação da curva: $I = 1,19 [\text{etanol}] + 0,06$. $R^2 = 0,999$.

Com este eletrodo foram feitos diversos experimentos para determinação de etanol por voltametria cíclica em soluções com concentrações conhecidas de etanol em hidróxido de sódio (NaOH), no intervalo 2 a 30 mmol L⁻¹. A partir das correntes medidas em 0,6 V nos voltamogramas e de 14 análises realizadas em três diferentes configurações de eletrodos, foi obtida uma curva analítica da intensidade de corrente em função da concentração de etanol como mostrado na Figura 5. 2, cuja sensibilidade (1,19 µA mmol L⁻¹) foi aproximadamente duas vezes maior quando comparada a um eletrodo comum de Ni não modificado. Os trabalhos do projeto também incluíram estudos de repetibilidade intra- e interdispositivos que resultaram respectivamente em desvios padrões relativos de 5,40% (n=5) e 7,62% (n=3) considerando análises em solução de etanol 15 mmol L⁻¹, mostrando que a metodologia resulta em eletrodos com alta repetibilidade.

- Determinação de traços de chumbo em água residual da produção de baterias

Determinação eletroquímica de chumbo em baixas concentrações em amostras de água residual do processo de fabricação de baterias automotivas. O controle do teor de metais pesados nessas águas é de grande importância para evitar a contaminação de lagos, córregos, rios e lençóis freáticos.

Resultados obtidos no período: foram testados dois tipos de eletrodos microfabricados no LMF. Testes preliminares efetuados nos eletrodos de filmes finos de ouro geraram resultados satisfatórios, devido em especial à precisão do seu processo de fabricação. Também foi investigada a necessidade de regeneração da superfície do ouro do eletrodo de trabalho e definido um protocolo para sua limpeza, que promoveu uma regeneração efetiva do mesmo.

As próximas etapas deste projeto compreendem a construção das curvas analíticas para avaliação do desempenho do eletrodo e um teste de campo em

amostras reais, prospectando uma empresa industrial produtora de baterias que tenha interesse em se tornar parceira do LNNano em um projeto conjunto neste tema.

- Selagem adesiva de sacrifício: um potencial método para fabricação de microdispositivos de vidro

Desenvolvimento em uma nova metodologia para selagem adesiva na fabricação de microdispositivos de vidro (Figura 5. 3).

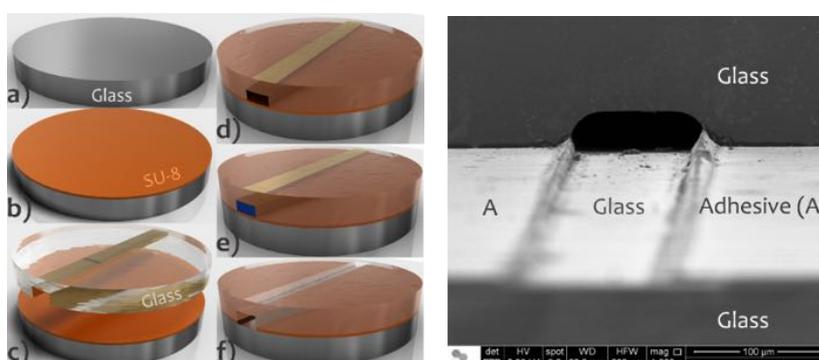


Figura 5. 3 Etapas principais do método de selagem adesiva de sacrifício (à esquerda, a-f) e imagem de microscopia da seção transversal de um microcanal obtido utilizando-se a técnica (à direita).

Resultados obtidos no período: Este processo de selagem adesiva de sacrifício exibe excelentes requisitos: custo relativamente baixo, rapidez, compatibilidade para processos ULSI (integração em ultragrande escala) e força de adesão elevada, suportando pressões maiores do que 5 megapascal (MPa). além disso, a técnica desenvolvida elimina o uso de temperatura e pressão elevadas e demanda níveis reduzidos de limpeza e planaridade das lâminas.

O protocolo de selagem desenvolvido tem potencial aplicação comercial e foi depositado pelo CNPEM e pela USP como pedido de patente de invenção junto ao Instituto Nacional da Propriedade Industrial (INPI) com o título "*Método de Selagem Adesiva de Sacrifício e Microdispositivos*"¹³.

¹³ Ref: Pedido de patente BR PI 10 2014 012630-9, depositado em 26/05/2014, tendo como inventores Angelo Gobbi (LMF) e Emanuel Carrilho (IQ-USP São Carlos)

Os resultados preliminares do projeto estão sendo compilados em artigo que será em breve submetido à publicação em periódico. No segundo semestre de 2014, o projeto vem desenvolvendo meios alternativos de execução do método para redução de custo e estudos adicionais de caracterização e validação.

Instituições parceiras: Instituto de Química da Universidade de São Paulo (USP), campus São Carlos.

- Desenvolvimento de um Potenciostato Portátil

Desenvolvimento de um potenciostato portátil e de baixo custo para realização de análises por voltametria de onda quadrada, por amperometria e por voltametria cíclica e linear, de forma similar a equipamentos comerciais.



Figura 5. 4 Protótipo do potenciostato portátil desenvolvido no LMF

Resultados obtidos no período: Um protótipo do dispositivo, conforme mostra a Figura 5. 4, foi projetado, montado e testado no Laboratório de Microfabricação e Filmes Finos (LMF) de forma bem sucedida. Uma vez realizado o ensaio, o dispositivo envia os dados coletados por meio de um cabo USB para um computador, onde, usando programas apropriados, os mesmos podem ser tratados e apresentados como gráficos, o que facilita sua interpretação.

Embora o protótipo ainda possua limitações do ponto de vista gráfico, o sistema desenvolvido teve desempenho similar ao sistema comercial existente no laboratório, fornecendo medidas análogas, mas operando de forma bem mais simples.

Os próximos passos desse projeto consistem em: (a) tornar a transmissão de dados mais amigável, por exemplo, para efetuar transmissão de dados por *Bluetooth* para dispositivos móveis como celulares, *tablets* e notebooks e (b) desenvolver aplicativos para realizar o processamento dos dados.

- Desenvolvimento de biossensores capacitivos

Desenvolver uma plataforma para sensores capacitivos para detectar e quantificar espécies químicas e biológicas em água, por meio da funcionalização e caracterização de eletrodos interdigitados cobertos com uma camada de material dielétrico híbrido (orgânico/inorgânico) nanoestruturado. O escopo do trabalho inclui a investigação da influência das modificações realizadas na superfície do sensor interdigitado e sua influência sobre a vida útil e desempenho do dispositivo.

Resultados obtidos no período: o projeto, iniciado em janeiro, integra processos de microfabricação (LMF), funcionalizações químicas dos dispositivos (LMN) e caracterização elétrica, realizada pelo grupo de Dispositivos e Sistemas Funcionais (DSF).

Foi finalizado o projeto para o desenvolvimento da plataforma inorgânica para permitir a investigação da correlação entre as propriedades elétricas do dispositivo e as camadas de encapsulamento híbridas. Um estudo de caso do projeto prevê a investigação da interação entre biotina e streptavidina sobre o sensor interdigitado.

Instituições parceiras: Instituto de Química da Unicamp

- Desenvolvimento de sensores de baixo custo para análise de água

Desenvolvimento de uma plataforma, baseada em papel, para análise da qualidade da água. O sistema apresentou como principais vantagens: possibilidade de análise rápida (sem etapa de pré-concentração), custo baixo e pouca complexidade de instrumentação, comparado a um sistema padrão.

Resultados obtidos no período: ao longo do 1º semestre o estudo consistiu na determinação do herbicida glifosato em sistema aquoso usando um papel modificado com matrizes poliméricas. O mecanismo de detecção baseou-se na formação de complexos entre metal e o glifosato. A interação entre o glifosato e o sistema obtido foi avaliada por espectroscopia no infravermelho e no ultravioleta visível e por técnicas eletroquímicas. Essas análises resultaram na possibilidade de medir e monitorar a concentração desse herbicida abaixo dos limites de tolerância adotados pela legislação brasileira vigente. No segundo semestre, outros estudos objetivaram a construção de protótipos.

Vale destacar que o projeto é multidisciplinar e envolve diferentes grupos de pesquisa do CNPEM. A caracterização das propriedades dos poros (volume, forma e distribuição, entre outras) foi realizada por análises termogravimétricas pelo grupo do pesquisador Carlos E. Driemeier, do CTBE. A determinação do índice de cristalinidade do papel antes e após modificações foi realizada via difração de raios X pelo grupo da pesquisadora Cristiane B. Rodella, do LNLS. As caracterizações estruturais vêm sendo executadas no Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN) e no Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME), enquanto a caracterização elétrica e eletroquímica no laboratório do grupo de Dispositivos e Sistemas Funcionais (DSF).

Os estudos preliminares do projeto se iniciaram em outubro de 2013 e o mesmo ofereceu subsídios para a elaboração de uma proposta de projeto universal submetido recentemente ao CNPq pela pesquisadora Danielle C. M. Ferreira (DSF) em junho de 2014. Este projeto obteve mérito mas não foi aprovado para aporte de recursos.

- Desenvolvimento de acumuladores de energia em papel para sistemas autônomos

Modificação de papel com um polímero condutor (polipirrol) e óxido de grafeno, para a produção de dispositivos de estocagem de energia em sistemas autônomos, para desenvolver sistemas de baixo custo, finos, leves e ambientalmente compatíveis.

Resultados obtidos no período: O projeto teve início em janeiro de 2014 no grupo de Dispositivos e Sistemas Funcionais (DSF). Os resultados preliminares no primeiro semestre mostraram um compósito de papel e material condutivo que apresenta perda de capacidade abaixo de 10%, após 150 ciclos de carga e descarga. Esses resultados preliminares de capacitância específica são semelhantes aos encontrados na literatura e o dispositivo produzido possui a vantagem de usar substrato de baixo custo (papel/celulose). Foi realizada a caracterização morfológica do compósito, por meio de microscopia confocal e de varredura; a composição foi caracterizada por infravermelho e espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X e seu desempenho está sendo avaliado por técnicas elétricas e eletroquímicas. Em princípio, a técnica de voltametria cíclica mostrou que o material pode ser carregado e descarregado reversivelmente e apresenta estabilidade para fins práticos.

O projeto é multidisciplinar: as caracterizações estruturais são executadas no Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN) e de Microscopia Eletrônica (LME) e a caracterização elétrica e eletroquímica no laboratório do DSF. Ainda inclui cooperação com o grupo do Prof. Lauro T. Kubota do IQ/Unicamp, que forneceu as amostras de óxido de grafeno. O projeto ofereceu subsídios para a elaboração de uma proposta de projeto universal submetido recentemente ao CNPq pela pesquisadora Danielle C. M. Ferreira (DSF) em junho de 2014. Este projeto obteve mérito mas não foi aprovado para aporte de recursos.

Instituições parceiras: Instituto de Química da Unicamp

- Desenvolvimento de nanomembranas

Estabelecer uma plataforma básica para o processamento e caracterização de nanomembranas autoenroladas aplicadas no desenvolvimento de dispositivos funcionais nanoestruturados. Espera-se o desenvolvimento de processos de micro- e nanofabricação de micro-objetos com formato tubular a partir de nanomembranas híbridas orgânicas/inorgânicas.

Resultados obtidos no período: os primeiros resultados do projeto foram



descritos no artigo denominado “*Large-area rolled-up nanomembrane capacitor arrays for electrostatic energy storage*”¹⁴. A caracterização estrutural dos dispositivos

baseados em nanomembranas e a dos materiais envolvidos em cada etapa dos processos vêm sendo executadas pelo

Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN) e as análises de superfície pelos Laboratórios de Microscopia Eletrônica (LME) e de Ciência de Superfícies (LCS). As caracterizações elétricas e eletroquímicas estão sendo executadas pelo grupo de Dispositivos e Sistemas Funcionais (DSF). A investigação dos sistemas híbridos é realizada por medidas de refletividade nas linhas de luz SGM do LNLS e em colaboração com o Prof. Angelo Malachias, do Departamento de Física da UFMG. As avaliações de sistemas orgânicos híbridos com potencialidades para uso em dispositivos orgânicos compactos estão sendo feitas em colaboração com Dr. Hagen Klauk, do Instituto Max Planck, em Stuttgart, Alemanha.

Instituições parceiras: Instituto Max Planck; Universidade de Minas Gerais (UFMG).

- Desenvolvimento de dispositivos higroelétricos coletores de energia
Explorar a higroeletricidade e desenvolver sistemas capazes de coletá-la; desenvolver e aperfeiçoar um protótipo para o coletor e o desenvolvimento de um sistema para caracterização elétrica automatizada dos sistemas higroelétricos construídos. Coleta de energia para sistemas de sensoriamento remoto em ambientes de difícil acesso e para redes de sensores para atividades estratégicas.

Resultados obtidos no período: estudos preliminares para o projeto foram iniciados em janeiro de 2014 por um bolsista de verão, que se seguiu ao longo do ano com a participação de outro estagiário do Programa Unificado de

¹⁴ Artigo de autoria de Bufon, C. C. B. e coautoria de Sharma, R., Grimm, D., Sommer, R., Wollatz, A., Schadewald J., Thurmer, D. J., Siles, P. F., Bauer, M., Schmidt, O. G., publicado no periódico *Advanced Energy Materials*, v. 4 (DOI: 10.1002/aenm.2014700439/2014), com fator de impacto 14,385.

Estágios (PUE). Até a presente data, os resultados do projeto mostram que a geração de higroneletricidade é viável em ambientes onde a umidade relativa do ar está acima de 55% e quando são usadas células feitas a partir de filmes finos de alumínio e de platina sobre um substrato isolante. Com essas células, foi possível coletar a energia proveniente da umidade do ar e obter até 5.6V de diferença de potencial com 3.51 nW/cm² de densidade de potência, valores suficientes para energizar pequenos aparelhos eletrônicos.

- Cryo-EM: visualizing biological macromolecules in different conformational states

Este projeto propõe a utilização de crio-EM para estudar um grupo importante de proteínas relacionadas a esse metabolismo, os glutaminases. Mamíferos contêm três glutaminases distintas, mas estruturalmente relacionadas. A glutaminase C (GAC) é de especial interesse, uma vez que está atualmente sendo avaliado como um alvo para o desenvolvimento de terapias alternativas para combater o fenótipo glutaminolítico aberrante. A melhor compreensão da organização estrutural e os mecanismos de ativação e inibição destas proteínas tem o potencial de gerar opções terapêuticas de elevado valor para o tratamento do cancro no futuro.

Resultados obtidos no período: O Projeto “Ciência Sem Fronteiras – Pesquisador Visitante Especial” teve continuidade em 2014 contando com a visita entre 9/1 e 20/2/2014 do pesquisador sênior Prof. Marin van Heel, professor de Biologia Estrutural na Universidade de Leiden (Holanda) e no Imperial College London (Londres). Durante sua estada, além do desenvolvimento de diversas atividades ligadas ao projeto de pesquisa, o Prof. van Heel, juntamente com os pesquisadores Rodrigo V. Portugal e Alexandre Cassago, ofereceram o módulo de Biologia Estrutural no “V Curso Teórico-Prático de Microscopia Eletrônica de Transmissão”, oferecido pelo LME a usuários externos nas instalações do LNNano em janeiro. Neste período, um novo pós-doutorando (Antonio Carlos Borges, pesquisador da Faculdade de Medicina da USP – Ribeirão Preto) foi selecionado para desenvolver atividades na equipe de Criomicroscopia a partir de 1/7/2014.

Recurso: CNPq

- Desenvolvimento de um disco de mudança de fase tipo Zernike para microscopia eletrônica de transmissão com especial aplicação para crio-microscopia eletrônica de partícula única

Produção de filmes fino metálico para aplicação em microscopia eletrônica.

Resultados obtidos no período: no primeiro semestre, o projeto executado no Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME) resultou no desenvolvimento de um filme fino amorfo metálico de liga Titânio-Silício (Ti:Si) para possível aplicação como dispositivo de mudança de fase para elétrons. Foi possível desenvolver esse filme em duas composições principais. A empresa JEOL Ltda. demonstrou interesse em testá-lo como dispositivo de mudança de fase para elétrons, atividades em andamento no segundo semestre de 2014.

Serão brevemente iniciados outros estudos para aplicação desse filme, por exemplo, como suporte para amostras nanométricas para microscopia eletrônica de transmissão, como camada mecânica protetora para válvulas de aço e como camada biocompatível em próteses.

Instituições parceiras: JEOL Ltda.

Recurso: CNPq

- Catalisadores heterogêneos bimetálicos com arquiteturas planejadas

Produção de materiais catalisadores bimetálicos suportados com arquiteturas planejadas; descrição morfológica detalhada dos materiais sintetizados e medidas de desempenho catalítico desses materiais em reações modelo. Com a associação dos resultados dos três objetivos, espera-se o entendimento aprofundado da influência da morfologia de cada material sobre sua atividade catalítica.

Resultados obtidos no período: Aquisição e operação de equipamentos de caracterização superficial, os quais foram instalados nas instalações do Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN) no primeiro semestre deste

ano; microscopias eletrônicas de materiais, que estão sendo realizadas no LME e medidas de composição superficial de materiais, usando o XPS instalado também no primeiro semestre no LMN.

Recurso: FAPESP

- Crescimento de membranas InGaAs para potenciais dispositivos e aplicações ópticas

Desenvolvimento de um processo para obtenção de nanomembranas sobre uma camada de sacrifício a partir de AIAs, ambas crescidas sobre um substrato.

Resultados obtidos no período: os resultados científicos obtidos desde o início do projeto compreendem uma série sistemática de amostras de ilhas de InAs em camadas enrugadas de InGaAs que foram crescidas e estudadas por diferentes técnicas. Dois artigos foram submetidos à publicação. Foi publicado o artigo “InAs migration on released, wrinkled InGaAs membranes used as virtual

substrate”http://iopscience.iop.org/09574484/25/45/455603/pdf/0957484_25_45_455603.pdf. O resultado é diretamente aplicável na construção de dispositivos ópticos de melhor desempenho e menor custo, destinados para a indústria ótica, médica e eletrônica.

O projeto conta com a participação de Saimon F. C. da Silva, aluno de doutorado da UFV, com a colaboração de Angelo Malachias e Luciano Montoro, da UFMG, além de cooperação do LNLS. O crescimento das estruturas foi realizado no Laboratório de Microfabricação e Filmes Finos (LMF) e as análises realizadas nos Laboratórios de Ciência de Superfícies (LCS) e de Microscopia Eletrônica (LME). No síncrotron, as membranas foram observadas na linha de difração de raios X, XRD-2.

Instituições parceiras: Universidade Federal de Viçosa (UFV); Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG)

Recurso: CNPq

- Crescimento epitaxial sobre membranas semicondutoras autossuportadas

Criar metodologia para o crescimento de ilhas de InAs autoformadas em membranas autossuportadas para duas combinações de materiais: InAs em Si e InAs em GaAs.

Resultados obtidos no período: os resultados preliminares indicam uma mudança fundamental no processo de crescimento no que diz respeito à nucleação e distribuição das ilhas. Estudos mais detalhados serão realizados utilizando a infraestrutura já disponível no Laboratório de Ciência de Superfícies (LCS) para crescimento e caracterização das ilhas, de forma a compreender detalhadamente o mecanismo de crescimento.

Atividades em andamento no segundo semestre compreendem o crescimento epitaxial de nanoestruturas em uma diferente classe de substratos flexíveis oferecendo uma nova estratégia para obtenção de nanoestruturas autoformadas.

O projeto conta com a participação de Saimon F. C. da Silva, aluno de doutorado da Universidade Federal de Viçosa, e gerou um pedido de patente de invenção conjunto entre o CNPEM e a FAPESP com título: “*Processo para produção de dispositivos optoeletrônicos III-V integrados em silício*”, cuja depósito no INPI foi realizado em 19/9/2014.

Instituições parceiras: Universidade Federal de Viçosa (UFV)

Recurso: FAPESP

- Fabricação e caracterização de heterojunções moleculares baseadas em nanomembranas

Investigação das propriedades de transporte e injeção de carga em heterojunções híbridas formadas a partir de magnetos moleculares conectados por nanomembranas.

Resultados obtidos no período: os resultados preliminares do projeto, que possui cooperação do Laboratório de Ciência de Superfícies (LCS), foram

descritos no artigo *Thermal conductivity of mechanically joined semiconducting/metal nanomembrane superlattices*¹⁵.

Recurso: CNPq

- Estudo *in-situ* de transformações de fase induzidas por energia térmica e mecânica em materiais funcionais e estruturais

Estudo *in-situ* de transformações de fase induzidas por energia térmica e mecânica usando radiação síncrotron e eventualmente nêutrons; visualização dos aspectos fundamentais dos fenômenos de transformação de fase.

Resultados obtidos no período: no primeiro semestre de 2014, medidas foram realizadas na estação experimental XTMS pelo Sudarsanam Suresh Babu, da *University of Tennessee*. Para complementar os estudos do projeto, serão realizadas medidas de difração de nêutrons na fonte de desintegração, Spallation Source, do Oak Ridge National Laboratory (ORNL), nos EUA, além de metodologias de controle preciso das condições impostas ao material.

Os trabalhos resultaram na publicação de um capítulo do livro *In-situ Studies with Photons, Neutrons and Electrons Scattering – II*¹⁶.

Instituições parceiras: Universidade Estadual de Campinas (Unicamp), *Ohio State University*, *University of Tennessee*

- Simulação Física do Processo de Soldagem por Atrito com Pino não Consumível em Aços Inoxidáveis Duplex

Realizar a simulação física do processo de SAPNC por meio de ensaios de torção a quente para reproduzir as microestruturas observadas após a

¹⁵ Artigo de autoria de Bufon, C. C. B. e Deneke C. publicado no periódico *Nano Letters*, v. 14 (p. 2387-2393), cujo fator de impacto é 12,94.

¹⁶ "Advanced facility for parallel thermo-mechanical simulation and synchrotron X-ray diffraction", escrito pelos pesquisadores Faria, G.; Wu, L.; Alonso, T. C.; Isaac, A.; Piton, J.; Neuenschwander, R. T. e Ramirez, A. J. Parte do livro *In-situ Studies with Photons, Neutrons and Electrons Scattering – II*. New York: Springer International Publishing, 2014, v.1, páginas 245-259, organizado por T. Kannengiesser; S. S. Babu; Yu-ichi Komizo e A. J. Ramirez (1ª edição).

soldagem, de forma a determinar as condições termomecânicas às quais o AID UNS S32205 e o AISD UNS S32760 são submetidos durante o processo.

Resultados obtidos no período: Este auxílio foi finalizado em fevereiro de 2014 e compreendeu atividades vinculadas a simulação física e numérica de soldagem por atrito.

Recurso: CNPq

- Instituto Nacional de Ciência, Tecnologia e Inovação em Materiais Complexos Funcionais (Inomat)

Processo CNPq: 573644/2008-0

Processo FAPESP: 57867/2008-8

Vigência: 24/04/2009 a 24/04/2015

Orçamento - CNPq: R\$ 2.797.340,00

Orçamento – FAPESP: R\$ 2.802.952,87

O Inomat é um INCT com nós localizados nas universidades estaduais de São Paulo, Campinas e Maringá (PR) e nas universidades federais da Bahia, Ceará e Rio de Janeiro. Em 2011, o LNNano, do qual o coordenador deste INCT é o Diretor, foi integrado ao Inomat. Cada grupo está instalado em instalações pré-existentes sob gestão local inserida em cada estrutura de organização. A gestão dos recursos é feita seguindo o formato “Pessoa Física”, tanto no caso dos recursos recebidos do CNPq como os da FAPESP. O LNNano é integrante deste INCT e estão sendo usados recursos do mesmo para aquisição de materiais de consumo e para viagens de pesquisadores e especialistas do LNNano.

O planejamento e acompanhamento das atividades do Inomat são feitos por um Comitê Gestor formado por Adley F. Rubira (Maringá), José M. R. Nigra (USP), Marco A. C. do Nascimento (UFRJ), Oswaldo L. Alves (Unicamp), vice-coordenador e Fernando Galembek, coordenador geral do Inomat. A implantação das decisões do Comitê é da responsabilidade do coordenador e do vice-Coordenador.

O objetivo geral do Inomat é criar, desenvolver e produzir materiais complexos funcionais para produzir novo conhecimento científico sobre vários tipos de sistemas e gerar novos produtos e processos destinados a diferentes aplicações. Os materiais considerados pertencem a várias classes de biopolímeros obtidos da biodiversidade e de subprodutos do agronegócio, de polímeros sintéticos, sólidos inorgânicos cristalinos e amorfos, híbridos, nanocompósitos, vários grupos de nanopartículas, nanotubos, estruturas lamelares, sólidos micro e mesoporosos e outras nanoestruturas. Suas funcionalidades permitem aplicações em diferentes tipos de produtos como materiais para controle ambiental (adsorventes, membranas, catalisadores para remediação) e para o suprimento de água (membranas, fotocatalisadores eletroassistidos), catalisadores para processamento de hidrocarbonetos, de óleos e de outras matérias-primas, aditivos para nanocompósitos poliméricos, componente de materiais optoeletrônicos e de células solares.

O Instituto também efetua pesquisa teórica, metodológica e a investigação de sistemas-modelo relevantes que gerem novas informações e ideias que por sua vez repercutem na criação de novos materiais: espectrometrias de massa, técnicas de microscopia eletrônica e de varredura de sondas, especialmente as aplicáveis à elucidação de padrões de distribuição de excessos de cargas elétricas em sólidos; espectroscopia na faixa de Terahertz; espectroscopias acústicas e eletroacústicas.

A estratégia geral do Inomat compreende o uso do estado da arte na caracterização e criação de novos materiais complexos funcionais, bem como a formulação de novos conceitos e criação de novas substâncias e de ferramentas experimentais para a obtenção e caracterização destes materiais. Um exemplo recente é a demonstração da efetividade da adesão capilar na formação e estabilização de nanocompósitos de vários tipos, que permite a introdução de processos originais e ambientalmente aceitáveis na produção de novos materiais funcionais.

A escolha das direções de pesquisa e a tomada de decisões durante os projetos específicos são instruídas pelo acompanhamento das publicações, patentes e noticiário científico-tecnológico-empresarial. Também é elemento

importante da estratégia o diálogo constante com pesquisadores e profissionais de empresas, com todos os perfis necessários à consecução dos objetivos dos projetos específicos, seja em contacto pessoal, seja através da participação em eventos da indústria. Este diálogo é feito pelo boletim mensal Inomat LQES NEWS, que teve sua periodicidade quinzenal mantida sem qualquer interrupção, abordando os diferentes aspectos da ciência moderna, seus desenvolvimentos e impactos. Uma das pautas importantes do boletim são as notícias de nanotecnologia relacionadas com novos produtos, riscos e marcos regulatórios, o que lhe garante estar entre os melhores acervos sobre o tema em língua portuguesa. O site da Química Nova Interativa continua contribuindo com conteúdo para difusão científica para grandes populações de estudantes, que atingem hoje centenas de milhares de crianças, adolescentes e adultos, com um número diário de acessos entre oito e dez mil, o que dá perto de três milhões de acessos por ano, usando as mais recentes ferramentas de Internet para acesso por computador, celulares e *tablets*.

No ano de 2014, foi realizado um grande número de palestras, seminários, participações em mesas redondas e painéis sobre nanotecnologia por vários membros do INCT, incluindo diferentes públicos (graduação, pós-graduação, empresários e público em geral). Estes exemplos evidenciam a divulgação de nanotecnologia para vários setores profissionais, com ampla participação e boa repercussão.

O Inomat está fazendo contribuições importantes ao avanço da ciência, à transformação de ciência em inovação, à formação de pessoal bem qualificado para as atividades de pesquisa e desenvolvimento de produtos e processos e à difusão do conhecimento científico. Do período inicial do INCT até o momento foram formados 81 mestres e 68 doutores nas instituições participantes, incluindo o LNNano.

O Prof. Nelson Duran (IQ–Unicamp) e o Prof. Oswaldo Alves (IQ-Unicamp), ambos integrantes do Inomat e com cooperações junto ao LNNano, tiveram participações nos seguintes livros no 1º semestre de 2014:

“Nanotoxicology, Materials, Methodologies and Assessments”. Durán, N., Guterres, S. S., Alves, O. L. Springer, (2014). ISBN 978-1-4614-8992-4

Rai, M., Ribeiro, C., Mattoso, L.H.C., Durán, N. (Eds) *Emerging Nanotechnologies in Agriculture*. Springer-Verlag, Germany. *In press* (2014)

A vinculação do LNNano ao Inomat foi absolutamente essencial para o custeio de atividades do próprio LNNano, face ao exíguo orçamento de custeio do LNNano, no contrato de gestão.

- Implantação do Centro Brasil - China de Pesquisa e Inovação em Nanotecnologia (CBCIN)

Processo CNPq: 407846/2012-3

Vigência: 11/12/2012 a 10/12/2014

Orçamento: R\$ 4.300.000,000

O Centro Brasil-China de Pesquisa e Inovação em Nanotecnologia foi instituído pela Portaria 117, de 13 de fevereiro de 2012. Funciona como uma rede cooperativa de pesquisa e desenvolvimento na qual o LNNano é o laboratório de referência do lado brasileiro, neste momento trabalhando em conjunto com o *National Center for Nanoscience and Technology* (NCNST) de Beijing, e o *National Engineering Research Center for Nanotechnology* (NERCN) de Shanghai. As pesquisas do Centro estão focadas em materiais nanoestruturados, nanotubos de carbono, produtos e materiais derivados de biomassa e de resíduos agrícolas e dispositivos eletrônicos nanoestruturados aplicáveis em diferentes setores agroindustriais.

O Centro prevê encontros anuais entre os pesquisadores dos dois países para discussão dos resultados de projetos em andamento e prospecção de novas cooperações científicas em nanotecnologia. O primeiro encontro da série foi na forma de um Workshop sediado no CNPEM, organizado pelo LNNano em conjunto com o MCTI (1º Workshop Brasil – China, 25 a 27 de Março/2014), contando com a presença de representantes do MCTI, do Itamaraty, de agências de fomento e de pesquisadores do NERCN, NCNST e dos laboratórios que compõem o Sistema SISNano. Planeja-se o próximo encontro na China (2015).

O LNNano tem um projeto conjunto com duração de 3 anos junto ao NERCN, em vigor desde Julho de 2013 (*Project BioCarb - LNNano / NERCN cooperative project on active carbons from biomass*), voltado para o desenvolvimento de tecnologia para conversão de resíduos de queima de biomassas, com destaque para resíduos de queima de cana de açúcar com alta disponibilidade de carbono em sua forma pura, em carvão ativado a ser aplicado na descontaminação do ar e água, principalmente focado em usos onde o carvão ativo poderá adsorver poluentes chaves para ambos os países, como níquel presente em águas servidas. O LNNano está responsável neste projeto pelo desenvolvimento e otimização do processo de conversão dos resíduos em carvão ativado e pela caracterização físico-química, morfológica, térmica e através de outras técnicas analíticas pertinentes a fim de selecionar os melhores candidatos para testes de protótipo de descontaminação de campo, além de investigar a nanotoxicidade de todos os precursores e produtos. O NERCN será responsável pelos testes piloto de descontaminação em escala comercial a partir dos carvões produzidos no LNNano e poderá recomendar projetos de dispositivos para descontaminação industrial ou doméstica com base nos resultados do escalonamento industrial. Os conhecimentos recolhidos sobre as características e propriedades dos carvões ativos também serão usados para propor aplicações adicionais à descontaminação.

Este projeto entre o LNNano e NERCN foi submetido em janeiro de 2014 a um edital específico do MCTI para liberação adicional de fomentos voltada para projetos do Centro Brasil-China de Nanotecnologia, do qual se aguarda resposta do MCTI.

Ao longo do primeiro ano do projeto, o LNNano produziu o seguinte conjunto de resultados: (i) caracterizou os resíduos precursores; (ii) determinou a rota de conversão dos resíduos em carvões; (iii) determinou a rota para purificação e ativação dos carvões; (iv) produziu uma quantidade significativa de amostras de carvão em escala de laboratório; (v) caracterizou a composição e estrutura dos carvões por microscopia eletrônica e de sonda, microtomografia computadorizada de alta resolução e espectrofotometria de fotoelétrons de Raios X, entre outras técnicas analíticas. As avaliações nanotoxicológicas dos precursores e carvões estão em andamento e deverão se estender ao longo do

segundo semestre de 2014. Todas estas etapas estão sendo desenvolvidas pela equipe do Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN) em suas instalações e equipamentos, com apoio dos Laboratórios de Microscopia Eletrônica (LME) e de Ciência de Superfícies (LCS).

Os carvões produzidos foram submetidos a testes de adsorção (azul de metileno e iodo) em escala de laboratório, mostrando excelente capacidade de remoção destas substâncias. Os próximos passos do projeto consistem em: (a) aplicação dos carvões em testes de adsorção em escala de laboratório com poluentes-chave de interesse; (b) produção de amostras em escala semi-industrial, através da aquisição e instalação no LNNano de um forno pirolisador de maior capacidade, custeado pelos recursos disponibilizados para o LNNano via CBCIN, o que permitirá a produção de amostras em volume suficiente para envio à China para início dos testes piloto em 2015.

5.4 Parcerias tecnológicas e institucionais

Através dos seus laboratórios abertos¹⁷, o LNNano interage com o eixo da agricultura, indústria e serviços na forma de: (i) projetos em a de curto e longo prazo de duração, (ii) prestação de serviços de alta complexidade, (iii) consultorias especializadas e (iv) treinamentos de capacitação. Em junho de 2014, o Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN) passou a ser o quinto aberto à comunidade após a instalação de um espectrofotômetro de fotoelétrons (XPS). Este é o único equipamento dessa natureza, dentre os três disponíveis no Brasil, que atende a usuários externos, incluindo empresas.

Listamos a seguir os acordos de cooperação e projetos com empresas de natureza não confidencial que estiveram em andamento no LNNano ao longo de 2014. Vale destacar que alguns deles iniciaram a partir de projetos internos que evoluíram para parcerias graças a esforços de prospecção da equipe do LNNano e de interesse das empresas nos produtos e metodologias resultantes dos projetos, muitos deles com elevado potencial para efetivação no mercado e lançamento comercial.

¹⁷ Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME), Laboratório de Ciência de Superfícies (LCS), Laboratório de Caracterização e Processamento de Metais (CPM) e Laboratório de Microfabricação (LMF)

Os projetos a seguir fazem parte de linhas de pesquisa no LNNano para os quais estão sendo buscadas parcerias com empresas do agronegócio, indústria e serviços, além de fomento por parte de agências.

- Caracterização de resíduos das usinas de açúcar e álcool e proposição de possibilidades de aproveitamento de bagaço e das cinzas de queima do bagaço e de partes da cana

Desenvolver um processo para agregar valor a subprodutos abundantes da cadeia de produção de usinas de açúcar e álcool, que são o bagaço da cana e as cinzas resultantes da queima do bagaço; o projeto ainda pretende caracterizar os resíduos quanto à sua morfologia, composição e toxicologia para encontrar destinações sustentáveis aos mesmos.

Resultados no período: No primeiro semestre, foi finalizado o trabalho de caracterização estrutural e morfológica e avaliada a composição típica de resíduos de queima oriundos de queima em caldeira de usinas da ETH localizadas em diferentes regiões geográficas do estado de São Paulo, Paraná e do Mato Grosso, definindo-se em paralelo um conjunto de metodologias padrão para análise destas cinzas. Também foram definidos os principais parâmetros e variáveis de processo para uma queima controlada e um método seletivo de tratamento físico-químico dos resíduos de queima em laboratório que permite favorecer a formação de resíduos mais ricos em carbono ou em material inorgânico, neste caso, principalmente em silício. Os compostos carbossilícicos identificados com este processo apresentam propriedades muito interessantes e diferenciadas no que tange a propriedades mecânicas, de adsorção e de área superficial, oferecendo potencial para uso como materiais adsorventes e como reforços de compósitos. Estas aplicações serão estudadas em projetos que correrão em paralelo a este.

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN); Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME)

Instituições parceiras: FAPESP e ETH (Odebrecht Agroindustrial)

Período de vigência: 1/3/2013 a 28/2/2015

- Produção de materiais carbonosos a partir de resíduo de queima

Este projeto deriva do projeto 4.4.1. Análise de cinzas de bagaço obtidas do processo de queima controlada desenvolvido no item anterior, para possíveis aplicações, tais como: nanocarga estruturante de materiais poliméricos, particularmente como fertilizante de liberação controlada de potássio, fósforo, cálcio e, eventualmente, de silício solúvel; reforço como carga para embalagens alimentícias descartáveis; aditivos para materiais de processo da indústria automotiva e da construção civil; enriquecimento de ração para gado; aditivo em substrato de crescimento de cogumelos e na produção de papel e papelão.

Resultados obtidos no período: caracterização das cinzas por meio de técnicas de microanálise associadas à microscopia eletrônica de transmissão e de varredura e de sondas, microtomografia de raios X e espectrometria de fotoelétrons, que permitem revelar as nano e microestruturas formadoras das cinzas. Mapeamento da nanoestrutura elétrica e dos seus elementos e moléculas constituintes.

O projeto já possui resultados sobre: (i) a informação microquímica e estrutural sobre as cinzas provenientes da queima do bagaço da cana de açúcar; (ii) a partir da sua composição, propostas para destinação das cinzas como matérias-primas para indústria cerâmica; (iii) a partir da sua composição, propostas de destinação das cinzas como matérias primas para nanocompósitos e nanoblendas poliméricas. As possibilidades compreendem vidro, esmaltes cerâmicos, briquetes de carvão, zeólitos e carbetos de tungstênio, graças à alta reatividade da sílica amorfa e finamente dividida.

Para execução das atividades preliminares deste projeto contamos com a colaboração das empresas Odebrecht Agroindustrial, Raízen e Hutchinson, que nos forneceram cinzas provenientes de queimas de bagaços de cana provenientes de usinas de álcool e açúcar localizadas em diferentes regiões do país.

Em paralelo, este projeto contará com apoio da equipe de Nanotoxicologia do LNNano, que fará os estudos nos próximos meses de ecotoxicidade e citotoxicidade dos materiais produzidos a partir das cinzas.

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN); Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME); Laboratório de Ciência de Superfícies (LCS)

Instituições parceiras: FAPESP, ETH (Odebrecht Agroindustrial), Raízen, Hutchinson

- Desenvolvimento de materiais adsorventes análogos a carvão ativado a partir de bagaço de cana e de seus resíduos de queima

Resíduos de queima do bagaço originários de usinas localizadas em Alto Taquari (MT); Mirante do Paranapanema (SP); Monte Alto (SP) e Bom Sucesso (PR) foram avaliadas para a possível obtenção de materiais com alta área superficial para aplicação como pigmentos, reforços estruturais e materiais adsorventes análogos ao negro de fumo e de baixo custo.

Resultados no período: no primeiro semestre, a equipe conseguiu separar a fase rica em carbono das impurezas contidas nos resíduos de queima por flotação em água e esta fase foi submetida a avaliação de tamanho (determinação de granulometria) e análise química. De maneira geral verificou-se que de 30 a 75% em massa das amostras de resíduo da queima são compostas por partículas maiores que 0,075 mm (200 mesh) e que em sua maioria as mesmas são mais ricas em carbono. Desta forma, observou-se a possibilidade das usinas fracionarem seus resíduos por separação granulométrica de materiais, gerando frações de partículas mais largas com fases ricas em carbono e frações de partículas menores com fases ricas em inorgânicos, possibilitando destinações e aplicações específicas para cada uma delas.

Nos resíduos estudados, foi observada a presença de compostos inorgânicos (sódio, potássio, cálcio, entre outros) em quantidades variadas, em sua maioria, sob a forma de óxidos. Visando a obtenção de materiais ricos em carbono e livres de contaminantes inorgânicos, os resíduos foram submetidos a

processos de purificação por lixiviação ácida, que se demonstrou eficiente na remoção em sua totalidade dos elementos de metais alcalinos e alcalinos terrosos, bem como do Fe e do Al. Isso gerou um material composto por carbono parcialmente oxidado e uma solução efluente rica em metais que pode ser reutilizada ou tratada para a recuperação de hidróxidos, óxidos e sais de interesse pelas usinas ou pelas indústrias de transformação.

O processo de obtenção do material análogo ao negro de fumo a partir das frações ricas em carbono previamente selecionadas por processos de separação mecânicos foi realizado por ativação termoquímica. A quantidade de carvão ativado obtida mostrou-se diretamente proporcional à quantidade de carbono presente no material de partida, evidenciando a importância de um eficiente processo mecânico de separação granulométrica que privilegie frações ricas em carbono. A área superficial específica dos materiais obtidos é maior para materiais obtidos a partir da ativação utilizando mais hidróxido de sódio e com materiais de partida mais ricos em carbono, tendo sido obtidas áreas muito superiores às referências comerciais analisadas (carvões ativados da Synth e Merck).

Por fim foram realizados estudos de aplicação de amostras de carvões produzidas para tingimento de polímeros (polietileno) e na adsorção de corantes (azul de metileno). Materiais carbonáceos originados a partir da impregnação dos resíduos de queima com uma maior razão NaOH:resíduo adsorvem até 75% a mais de azul de metileno do que carvões de referência testados (carvão ativado comercial da Synth e Merck). Estes resultados mostram-se bastante promissores para uso dos materiais carbonáceos do projeto na descontaminação de água e de resíduos industriais.

Os próximos passos compreendem estudos de separação mecânica e classificação de frações via leito de jorro, visando desenvolver uma operação unitária já em fase piloto que promova uma separação econômica, mais rápida e mais eficiente das fases menos densas (certamente mais ricas em carbono). Também se prevê o desenvolvimento de um processo para reaproveitamento dos silicatos da solução de lavagem do processo de ativação dos materiais.

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN); Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME); Laboratório de Ciência de Superfícies (LCS)

Instituições parceiras: FAPESP, ETH (Odebrecht Agroindustrial)

- Avaliação dos efeitos ecotoxicológicos do resíduo da queima de bagaço e o carvão ativo nanoestruturado

As atividades deste projeto estão diretamente relacionadas com os produtos dos projetos 4.4.1, 4.4.2 e 4.4.3. Visa ao uso em remediação ambiental, como fertilizante agrícola e como aditivo para solos e culturas.

Resultados obtidos no período: foram realizados ensaios de ecotoxicidade do resíduo da queima de bagaço de cana-de-açúcar sobre a germinação de tomate-cereja. Foram realizados ensaios de germinação com duas concentrações de resíduo (10 e 20%) e quatro diferentes substratos: areia fina, vermiculita média, substrato comercial Carolina[®] e uma mistura 50/50 em massa seca de Carolina[®] e vermiculita. Em nenhuma das combinações resíduo/substrato acima descritas foi observado qualquer efeito negativo sobre a germinação.

Em uma etapa posterior foi avaliada durante 30 dias a influência do resíduo de queima no desenvolvimento parcial de plântulas de tomate-cereja. Plântulas se desenvolveram em substrato vermiculita, enriquecida com diferentes proporções mássicas de resíduo da queima de bagaço de cana-de-açúcar (2,5, 5, 12 e 22%) e sem o suplemento de nutrientes minerais (NPK). As plantas controle apresentaram sintomas típicos de carência nutricional, principalmente nitrogênio e fósforo, mas a carência não foi observada nas plantas cultivadas nos substratos que contiveram maiores concentrações de resíduo (12 e 22%), indicando que o resíduo é capaz de suprir as necessidades nutricionais de tomates-cereja em sua fase inicial de desenvolvimento.

Resultados do projeto no semestre também incluem a capacidade de adsorção de CuSO₄ pelo resíduo de queima através de ensaio ecotoxicológico com um organismo aquático bioindicador (*Daphnia similis*). Os organismos foram mantidos durante 48h nas respectivas soluções e não houve mortalidade nas soluções com massa acima de 100 mg de resíduo, provando que a presença

do resíduo reduz a biodisponibilidade do cobre, suprimindo a sua toxicidade para *D. similis* de maneira dose-dependente. Estes resultados apontam um potencial uso do resíduo de queima em remediação ambiental.

Adicionalmente, ensaios de toxicidade (atividade hemolítica) foram feitos com o carvão ativo nanoestruturado (CAN) produzido no projeto 4.4.3. Não foi verificada atividade hemolítica para a amostra no intervalo 1 a 250µg/mL, comparativamente ao negro de fumo comercial (material carbonáceo controle) que teve taxa de hemólise superior a 30% a 250µg/mL. O resultado indica baixa toxicidade do CAN em relação ao negro de fumo comercial.

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN); Laboratório Nacional de Ciência e Tecnologia do Bioetanol (CTBE)

Instituições parceiras: FAPESP, ETH (Odebrecht Agroindustrial)

- Esterificação enzimática de filmes de celulose e de bagaço de cana-de-açúcar visando o desenvolvimento de materiais poliméricos

Modificação simples e direta de grupamentos hidroxila presentes na superfície de filmes de celulose de línter de algodão através de esterificação enzimática, para aumentar a hidrofobicidade superficial do filme e permitir seu uso na formulação de materiais poliméricos.

Resultados obtidos no período: os filmes foram modificados pela ação de ácidos graxos de diferentes tamanhos de cadeia carbônica: ácido palmítico (C16:0), ácido esteárico (C18:0) e ácido oleico (C18:1) e por lipases comerciais com diferentes especificidades: Lipozyme[®] 435 e Lipozyme[®] TL IM, ambas da marca Novozymes.

Os filmes plastificados produzidos pelo contato da celulose com estas substâncias foram posteriormente caracterizados pelas técnicas de espectroscopia de infravermelho e de fotoelétrons excitados por raios X, microscopia eletrônica de varredura e microscopia de força atômica.

Os resultados revelaram que a biomodificação simples e direta do filme de celulose de línter de algodão através da esterificação de sua superfície foi

alcançado com êxito usando a lipase Lipozyme® 435. Os filmes plastificados de celulose aplicados sobre os substratos possuem duas faces distintas: a face em contato com a superfície do substrato (neste projeto, placas de polietileno) tem baixa rugosidade e alto brilho, enquanto que a face em contato com o ar atmosférico promove a formação de um filme rugoso e fosco. Inferiu-se deste resultado que a quantidade disponível de oxigênio interferiu no processo de esterificação, melhorando a eficiência enzimática de plastificação no lado não exposto ao ar.

O sistema reacional que apresentar melhor desempenho na esterificação do filme de celulose terá seu processo otimizado nas próximas etapas do projeto via planejamento experimental, onde serão estudadas influências das condições reacionais sobre o processo (tempo de esterificação, concentrações de enzima, substrato e solvente orgânico, agitação e temperatura).

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN); Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME); Laboratório de Ciência de Superfícies (LCS)

- Obtenção de sensores para detecção de MEG em correntes de hidrocarbonetos do pré-sal

Determinar o monoetilenoglicol (MEG) em amostras de gás natural liquefeito. O uso destes sensores reduz de forma significativa o processo de monitoração de MEG nos campos de exploração de metano, reduz custos e permite aumento no número de análises.

Resultados obtidos no período: a metodologia desenvolvida no projeto (MEC ou *microemulsification-based method*) consiste no uso inédito do fenômeno da estabilização termodinâmica de dispersões (microemulsificação) para determinações analíticas e se baseia no efeito do analito sobre a energia livre de Gibbs de emulsões ou sistemas de Winsor, afetando a microemulsificação e gerando dispersões termodinamicamente estáveis, as microemulsões (ME).

Os resultados dos ensaios efetuados mostram que, no tocante à análise de padrões de MEG para construção da curva analítica, a faixa linear se estende

ao longo de toda a fração volumétrica do analito (% v/v em água), com limite de detecção de 0,3% v/v. Como teste de campo e confirmação do potencial de uso da metodologia, a mesma foi aplicada na análise de quatro amostras reais fornecidas pela Petrobras.

Análises da composição revelaram a presença de MEG, ácidos carboxílicos, ânions e metais pesados nas amostras e suas condutividades medidas foram de até $2.630 \mu\text{S cm}^{-1}$. As amostras brutas também estavam contaminadas com corantes, com hidrocarbonetos diversos (incluindo gasolina) e com material particulado macroscópico. Apesar da presença e interação destas diversas substâncias, o método MEC mediu satisfatoriamente a concentração de MEG nas amostras, mostrando exatidão satisfatória e erros relativos da ordem de 1,0% em relação aos resultados de concentração de MEG medidos pela Petrobras através de métodos instrumentais.

A partir destes resultados, foi desenvolvido no LMF um protótipo de um kit para leitura direta de MEG em amostras de campo, que foi demonstrado no CENPES-Petrobras (Rio de Janeiro/RJ) em 28 de maio. O protótipo foi bem sucedido, com excelente desempenho, propiciando resposta eficiente em 20 min. Os resultados do projeto geraram um artigo que foi aceito para publicação no periódico *Analytical Chemistry* (DOI ainda não disponível) e um pedido de patente de invenção, em conjunto com a Petrobrás, para o processo de determinação e para o kit dispositivo¹⁸. As próximas fases do projeto compreenderão estudos mais detalhados sobre fatores intervenientes diversos, incluindo a força iônica do meio e a natureza da fase anfífila. E segue em andamento o desenvolvimento de uma plataforma microfluídica com detecção turbidimétrica para realização automática do MEC.

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Microfabricação (LMF)

Instituições parceiras: CENPES/Petrobras

- Tecnologia MEMS/NEMS para sensores distribuídos de poço

¹⁸ Pedido de patente denominado “*Microemulsificação: um novo método para determinações analíticas quantitativas*”, cujo depósito será realizado pela Petrobras

Produção de sensores autônomos para uso em poços de petróleo. Os sensores farão a monitoração da pressão na linha de produção, permitindo observar a evolução nos poços em tempo real. Os produtos deste projeto têm potencial aplicação em todas as etapas da cadeia de produção de óleo e gás.

Resultados para o período: ao longo do primeiro semestre, foram finalizados o projeto e a montagem de circuitos osciladores (usando o SAW como o elemento sensor) de modo a operarem na frequência de ressonância dos sensores protótipo.

Em complementação aos resultados obtidos no ano de 2013, em janeiro de 2014 iniciou-se o projeto de sistemas eletrônicos capazes de realizar processamento e envio de dados dos sensores usando uma rede de telefonia móvel. Dessa maneira, os sensores desenvolvidos nesse projeto poderão realizar o sensoriamento e rastreamento remoto não só na aplicação de petróleo e gás, mas em outras aplicações.

Os protótipos produzidos foram testados hidrosticamente e apresentados para a Petrobras. O projeto já possui hardware e software embarcados em status operacional, sendo possível receber dados dos sensores e sua localização geográfica via rede GPRS. As próximas etapas envolvem o desenvolvimento de um software com interface gráfica amigável para o usuário e a criação de um banco de dados para armazenar e acessar dados coletados pelos sensores.

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Microfabricação (LMF)

Instituições parceiras: CENPES/Petrobras

- Consórcio de pesquisa em processamento por atrito

O Consórcio de P&D em Processamento por Atrito – CPDPA é uma grande parceria na forma de cooperação tecnológica entre o LNNano e diversas empresas.

Resultados no período: O consórcio deu partida no primeiro semestre de 2014 e deverá apresentar em breve os aspectos legais relativos à sua estrutura e às formas de colaboração.

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Caracterização de Metais (CPM)

Instituições parceiras: Embraer; Alcoa; CBA; Mahle

- Soldagem por atrito com pino não consumível (SAPNC) de materiais aplicados na indústria do petróleo, gás e biocombustíveis

Ampliar o estudo e desenvolvimento do processo SAPNC de materiais estruturais usados na área destacada.

Resultados obtidos no período: o projeto ao longo do primeiro semestre estudou a aplicabilidade do SAPNC na união segura de dutos de aço para transportar petróleo, derivados e biocombustíveis e os dados de tenacidade à fratura destas juntas. Também analisou o uso da tecnologia na união e processamento de aços inoxidáveis e ligas de níquel.

Os próximos passos do projeto compreendem a finalização dos estudos com aços inoxidáveis e ligas de níquel e avanço nos estudos de mecânica da fratura de aços API.

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Caracterização de Metais (CPM)

Instituições parceiras: Petrobras

- Implementação de infraestrutura de simulação física e caracterização avançada de materiais estruturais para petróleo e gás

Implantação e operação de infraestrutura de simulação física e caracterização avançada de materiais estruturais, incluindo simulação termomecânica de materiais e medida de tensões residuais.

O projeto aguarda aprovação e auditoria do mesmo para sua finalização. Os produtos e instalações desenvolvidas no projeto foram todos testados e aprovados pela Petrobras e já se encontram em pleno funcionamento.

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Caracterização de Metais (CPM)

Instituições parceiras: Petrobras

- União de materiais para fabricação de equipamentos *sub-sea*

Estudo exploratório da utilização de SAPNC¹⁹ para união circunferencial de tubos de aço cladeados com ligas de níquel para produção de equipamentos sub-sea.

Resultados obtidos no período: projeto teve início em junho de 2014 e os próximos passos compreendem na determinação de ferramentas adequadas para união dos tubos e a exploração das possibilidades de se melhorar o processo de soldagem nestes equipamentos.

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Caracterização de Metais (CPM)

Instituições parceiras: FMC Technologies

- Materiais usados para o transporte e armazenamento de gás carbônico em estado supercrítico

Estudo da soldabilidade de materiais usados para o transporte e armazenamento de CO₂ em estado supercrítico nos campos do pré-sal. Com os resultados do projeto, será possível permitir uma seleção dos materiais ótimos para a fabricação dos sistemas de transporte e de armazenamento da substância.

Resultados obtidos no período: iniciado ao final de junho de 2014, o projeto compreendeu em pesquisas e estudos técnicos e científicos, levantamento do

¹⁹ Soldagem por atrito com pino não consumível

estado da arte no tema, aquisição de equipamentos e materiais de consumo necessários para o projeto e a contratação de instituições parceiras para o desenvolvimento técnico.

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Caracterização de Metais (CPM)

Instituições parceiras: Petrobras

- Desenvolvimento de cilindro híbrido para atender demanda de elevada resistência à corrosão de motores diesel

Desenvolver tecnologia para a produção de cilindros de motores veiculares terrestres que permitam atender as novas normas e protocolos mundiais de emissão de poluentes adotadas pelas principais montadoras.

Resultados no período: os trabalhos do projeto continuam em execução e estão concentrados no desenvolvimento de tecnologia disruptiva e materiais de processos para produção de motores de combustão interna com maior eficiência de conversão, e portanto com menor geração de resíduos poluentes.

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Caracterização de Metais (CPM)

Instituições parceiras: Mahle Metal Leve

- Uso da tecnologia SAPNC²⁰ para a produção de dutos

Eliminação de defeitos de soldagem aplicando a técnica de FSP e desenvolvimento de processos adequados de soldagem de diferentes tipos de aços por SAPNC, para uma eficiente produção de dutos de aços para a indústria de petróleo.

Este projeto foi encerrado no primeiro semestre de 2014, o relatório final foi entregue em maio.

²⁰ Soldagem por atrito com pino não consumível

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Caracterização de Metais (CPM)

Instituições parceiras: Tenaris Confab

- Extração das nanofibras de celulose dos cachos vazios de dendê e sua utilização como reforço para borracha natural

Obter um processo para isolar nanofibras de celulose a partir dos cachos vazios e aplicá-las como material de reforço em borracha natural, formando nanocompósitos.

Resultados obtidos no período: o projeto foi assinado no 1º semestre, com início no final do segundo semestre de 2014. O desenvolvimento do processo de extração das nanofibras e o seu processo de mistura com a borracha natural estão sendo desenvolvidos pela Embrapa. O LNNano contribuirá para a caracterização das nanofibras dos cachos vazios de dendê por microscopia eletrônica de transmissão e de varredura e microscopia de força atômica, por difratometria de raios X, microtomografia e termogravimetria, entre outras técnicas, como caracterização mecânica, estrutural e físico-química dos nanocompósitos formados com as nanofibras, efetuando os ensaios acima listados, associados à calorimetria exploratória diferencial, ensaios de tração e análises dinâmico-mecânicas.

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto: Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN), Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME) e Laboratório de Ciência de Superfícies (LCS)

Instituições parceiras: Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária (EMBRAPA)

5.5 Pedidos de patente e tecnologias protegidas

Os seguintes pedidos de patente de invenção relativos a resultados de projetos obtidos por integrantes das equipes do LNNano, em projetos internos ou em cooperação, foram depositadas no Instituto Nacional de Propriedade Industrial no primeiro semestre:

Carlos César Bof Bufon (DSF), Ângelo Luiz Gobbi (LMF), Maria Helena de Oliveira Piazzeta (LMF) e Rui Cesar Murer (LMF): “Dispositivo sensor para determinação da concentração de analitos em fase líquida, preferencialmente álcool e/ou água, e método de construção do dispositivo sensor”;

Ângelo Gobbi (LMF), Emanuel Carrilho (USP - São Carlos), Maria Helena de Oliveira Piazzeta (LMF) e Renato Sousa Lima (LMF): “Método de selagem adesiva de sacrifício e microdispositivos”.

5.6 Execução de serviços de alta complexidade tecnológica

Diversos serviços de alta complexidade tecnológica foram executados pelos laboratórios e grupos do LNNano para empresas e usuários industriais, entre eles estão: Unilever, Recaltech, Mahle, Instituto de Pesquisa Eldorado, CPqD, EMS, Cord Brasil, entre outras.

5.7 Iniciativas de Capacitação e Treinamento

5.7.1 Seminários e Palestras

Tivemos, no LNNano, as seguintes palestras de pesquisadores estrangeiros:

- Prof. Dr. Gianaurelio Cuniberti and Prof. Dr. Antonio Hurtado - Dresden University of Technology, Germany: Overview of the Materials Research at TUD and Overview of the Energy Research at TUD;
- Prof. Björn Lindman, Lund University: Dissolving and Coagulating Cellulose: Role of Hydrophobic Interactions;
- Dr. Thomas Herzog - Fraunhofer-Institut für Keramische Technologien und Systeme - Material Diagnostik, IKTS-MD Dresden: Materials diagnostics and sensor developments for quality control at the Fraunhofer Institute for Ceramic technology and systems.

Nossos pesquisadores foram palestrantes nos seguintes eventos internacionais, sendo que no MSE 2014, foi também co-organizador:

- ‘Biosensors 2014’ em Melbourne, Austrália;
- ‘Tenth International Friction Stir Welding Symposium’ (TWI), em Pequim, China;
- “20TH World Micromachine Summit” (MMS 2014), em São Paulo, SP;
- "International Workshop on Advanced and in-situ Microscopies of Functional Nanomaterials and Devices (IAMNano 2014)", na PUC-RJ;
- “ESPES-NIS”, na “University of Linz (Trauenstein)”, em Linz, Áustria;
- “5th International Conference on Engineering for Waste and Biomass Valorisation (WasteEng14)”, no Rio de Janeiro, RJ;
- “18th International Conference on Molecular Beam Epitaxy (MBE 2014)”, em Flagstaff, EUA;
- “18th International Microscopy Congress” (IMC 2014), realizado pela “Czechoslovak Microscopy Society”, na República Checa;
- "*German BEM- Workshops 2014*", com o trabalho intitulado "*InAs overgrowth of wrinkled InGaAs membranes*", em Darmstadt, Alemanha;
- “Materials Science Engineering (MSE 2014)”, em Darmstadt, Alemanha;
- “*Euroensors 2014 Conference*”, em Brescia, Itália.

As participações em seminários e palestras nacionais foram:

- “37ª edição do Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada” evento realizado pela Sociedade Brasileira de Física (SBF), em Costa do Sauípe, Bahia;
- Reunião Anual da SBBq - Sociedade Brasileira de Bioquímica e Biologia Molecular, em Foz do Iguaçu, Paraná;
- 3ª Exposição e Fórum de Gestão de Iluminação Pública (ILUMEXPO 2014), realizado pela RPM Brasil, em São Paulo, SP;
- Seminário sobre as linhas de pesquisa do Laboratório de Ciências da Superfície, realizado no CPQd, Campinas, SP.

- “66ª Reunião Anual da SBPC”, na Universidade Federal do Acre, em Rio Branco;
- “69º. Congresso da ABM”, em São Paulo, SP;
- “Seminário de Soldagem na Construção Naval e Offshore”, no Rio de Janeiro, RJ;
- “XIII SBPMat”, em João Pessoa, Paraíba.

5.7.2 Ações de Capacitação

Foram realizados os seguintes ações de capacitação:

- A convite, ministrada aula magna de abertura do curso de nível superior Tecnologia em Processos Metalúrgicos na Escola SENAI "Nadir Dias de Figueiredo" em Osasco-SP;
- Ministrado curso de Pós-graduação em microscopia eletrônica na Faculdade de Eng. Mecânica da Unicamp. O curso ainda contou com 3 seções práticas nos microscópios do LME-LNNano;
- V Curso Teórico-Prático de Microscopia Eletrônica de Transmissão; pela primeira vez, o curso ofereceu um módulo de Biologia Estrutural;
- “6th Brazil School for Single Particle Cryo-EM”, em Socorro, SP. O curso é organizado pela Universidade de Leiden, da Holanda, em parceria com o Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano);
- 4ª edição do Workshop em Microfluídica, realizado pelo Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano)/LMF, em Campinas, SP.

Nossos pesquisadores participaram ainda dos seguintes eventos:

- Palestra convidada no Materials Science Department, da The Ohio State University, EUA;
- Professor convidado na “*School of Advanced Characterization of Nanomaterials*”, oferecida pelo “Instituto Nacional de Metrologia, Qualidade e Tecnologia (INMETRO)”, onde foram oferecidas aulas práticas e teóricas em diversas técnicas para análise de nanomateriais;

- Palestra a convite da Escola SENAI "Nadir Dias de Figueiredo" e da ABS "Associação Brasileira de Soldagem", no 15º Encontro Regional de Tecnologia de Soldagem e Prêmio Soldador Padrão 2014, em Osasco, SP;
- Palestra convidada, de encerramento da Semana Acadêmica dos alunos de graduação em química da Universidade Federal de Santa Catarina (UFSC). O tema foi "Da Bancada à Indústria".

Tivemos ainda participação de pessoal do LNNano nos seguintes cursos/treinamentos:

- Higher European Research Course for Users of Large Experimental Systems (HERCULES), Université Joseph Fourier;
- Curso Eletrodos em Potenciometria, para treinamento em operação e manuseio de eletrodos, Metrohm PENSALAB, 20/03/14;
- "School of Advanced Characterization of Nanomaterials – INMETRO", no Rio de Janeiro, RJ.

5.7.3 Eventos Científicos

Os pesquisadores do LNNano tiveram participação, a convite, nos seguintes eventos científicos:

- O MCTI, em parceria com o LNNano, organizou o 1º Seminário Brasil-China de Nanotecnologia, buscando o estreitamento do intercâmbio científico e tecnológico entre os dois países.
- Projeto Agenda Tecnológica Setorial - ATS, do Grupo Executivo do Plano Brasil Maior – GEPBM, na ABDI - Agência Brasileira Desenvolvimento Industrial, Brasília, DF;
- Comissão de Avaliação do Prêmio Vale Capes de Ciência e Sustentabilidade 2013;
- "WIN Distinguished Lecture", no Waterloo Institute of Nanotechnology (Canadá). Essas "Lectures" têm o propósito de reunir renomados pesquisadores para apresentar palestras para os membros e

estudantes da Universidade de Waterloo e do vasto parque tecnológico da região, permitindo que a comunidade de nanotecnologia de Waterloo entre em contato com líderes mundiais da área e das ciências dos materiais;

- “Fórum Brasil-Coreia do Sul de Ciência, Tecnologia e Inovação, promovido pelos Ministérios do Brasil e da Coreia do Sul para busca de cooperação estratégica na área de nanotecnologia, São Paulo, SP;
- “Faraday Discussion 170” sobre Mecanoquímica; o evento é um dos mais importantes da área, no mundo; a dinâmica dessas reuniões é singular: pesquisadores são convidados ou submetem resumos que, sendo aceitos, devem ser submetidos na forma de artigos completos. Todos os participantes recebem cópias dos artigos antes da reunião. Cada palestrante tem cinco minutos para apresentar os destaques do seu trabalho, sendo reservados no mínimo trinta minutos para a discussão de cada um. Depois disso, ainda há um período de perguntas e respostas pela Internet. Finalmente, os artigos são publicados, com as perguntas e respostas; em Montreal, Canadá;
- 15ª edição do Congresso de Atuação Responsável, cujo tema central do evento foi “A pegada da Indústria Química: o AR e os novos desafios”;
- Integrante do Comitê Científico do evento “WasteEng14” e chairman da sessão “Resources characterization and analysis”, no Rio de Janeiro, RJ;
- “Rio Oil & Gas Expo and Conference 2014”, na Sessão Especial sobre “Nanotecnologia Aplicada às Atividades de E&P”, no Instituto Brasileiro de Petróleo, Gás e Biocombustíveis – IBP.

Em agosto o Dr. Fernando Galembeck foi convidado a participar como novo membro do “Waterloo Institute for Nanotechnology - WIN International Scientific Advisory Board” (ISAB), da Universidade de Waterloo, Canadá, tendo participado da reunião bienal do ISAB.

5.7.4 Orientação e Supervisão

Atualmente, temos na equipe do LNNano 24 pesquisadores e especialistas que estão orientando e supervisionando diversos bolsistas em várias modalidades: nível médio (3), treinamento técnico (2), nível superior (22), iniciação científica (6), mestrado (7), doutorado (12) e pós-doutorado (13).

Vários estudantes e técnicos receberam bolsas pelo projeto INCT INOMAT, coordenado por Fernando Galembeck: Fabrício de Souza Delite – CAPES/PDJ; Alex Matos da Silva Costa – CAPES/PDJ; John Jairo Hoyos Quintero – CAPES/PDJ ; Danielle Branta Lopes – CAPES/PDJ; Angela Albuquerque Teixeira Neto – CNPq/DTI; Thiago Augusto de Lima Burgo – CNPq/PDJ; Sidnei Ramis de Araújo – CNPq/ATNM; Fabiano Emmanuel Montoro – CNPq/ATNM; Evandro Martin Lanzoni – CNPq/ATNM; Joel De Souza Alencar – CNPq/ATNM. Além desses, temos um bolsista do projeto Ciência sem Fronteiras: Antônio Carlos Borges – CNPq/PDJ

Tivemos também uma defesa de mestrado em Engenharia Mecânica – Unicamp;

Em fevereiro o Dr. Fernando Galembeck participou da banca do aluno de doutorado, Rodrigo Villegas Salvatierra (Química da UFPR), em Curitiba, Paraná;

Em abril o Dr. Antonio José Ramirez Londono participou da banca do aluno de doutorado, Clóvis Ribeiro Rodrigues, na UERJ, no Rio de Janeiro, RJ;

Em junho o Dr. Diego Stefani Teodoro Martinez participou da banca da aluna de doutorado, Zaira Clemente (IB-Unicamp), em Campinas, SP;

5.8 Prospecção Tecnológica

O LNNano tem hoje uma posição destacada no cenário nacional, documentada pela sua posição no SisNano e pelos numerosos convites para palestras e eventos, no país e no exterior. Tem também uma boa inserção no cenário internacional, executando projetos com instituições muito destacadas, como o Waterloo Institute of Nanotechnology, o Fraunhofer Institut UMSICHT e o NERCN de Xangai e preparando um novo projeto, com o Centro de

Nanotecnologia da Academia Chinesa de Ciências, em Pequim. Tem também uma intensa e sempre crescente interlocução com empresas brasileiras e estrangeiras, representada por projetos conjuntos, prestação de serviços e consultoria, que contribui muito para a detecção de oportunidades de aplicação de novos conhecimentos inclusive em áreas novas no LNNano (criomicroscopia, nanotoxicologia, nanobiotecnologia, sensores, triboeletrização).

5.9 Gestão da Inovação

O LNNano participou ativamente da montagem do projeto do CNPEM submetido à Embrapii e está participando da sua implementação. Para se qualificar melhor para atividades de inovação, o LNNano se capacitou em gestão da propriedade intelectual, está executando um projeto de gestão da qualidade conforme a norma ISO 17025 e está implementando um LIMS (Laboratory Information Management System). A prospecção de parcerias com a indústria é feita de todas as formas possíveis: participação em eventos de empresas, apresentações em feiras e seminários, visitas a empresas, visitas de pessoal de empresas ao LNNano e prestação de serviços. Esta tem recebido muita atenção pois está funcionando como um instrumento de conhecimento mútuo que leva ao estabelecimento de parcerias entre o LNNano e empresas.



Este relatório foi aprovado pelo
Conselho de Administração
em Reunião Ordinária
realizada em 05/03/2015