



CNPq
Centro Nacional de Pesquisa
em Energia e Materiais

Relatório Semestral 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>	13
<i>Parcerias Tecnológicas e Institucionais</i>	30
<i>Iniciativas de Capacitação e Treinamento</i>	36
<i>Infraestrutura, operação e melhorias técnicas</i>	38
<i>O Projeto Sirius</i>	61
Laboratório Nacional de Biociências	88
<i>O LNBio em 2014</i>	88
<i>Instalações Abertas a Usuários Externos</i>	89
<i>Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Internos</i>	94
<i>Parcerias Tecnológicas e Institucionais</i>	130
<i>Iniciativas de Capacitação e Treinamento</i>	137
<i>Infraestrutura, operação e melhorias técnicas</i>	143
Laboratório Nacional de Ciência e Tecnologia do Bioetanol	150
<i>O CTBE em 2014</i>	150
<i>Instalações Abertas à Usuários Externos</i>	152
<i>Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Internos</i>	153
<i>Parcerias Tecnológicas e Institucionais</i>	172
<i>Iniciativas de Capacitação e Treinamento</i>	183
<i>Infraestrutura, operação e melhorias técnicas</i>	185
Laboratório Nacional de Nanotecnologia	193
<i>O LNNano em 2014</i>	193
<i>Instalações Abertas à Usuários Externos</i>	195
<i>Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Interno</i>	197
<i>Parcerias Tecnológicas e Institucionais</i>	224
<i>Iniciativas de Capacitação e Treinamento</i>	233
<i>Infraestrutura, operação e melhorias técnicas</i>	238

2 LABORATÓRIO NACIONAL DE LUZ SÍNCROTRON

2.1 O LNLS em 2014

Nesse primeiro semestre de 2014 o LNLS atendeu 175 propostas de usuários externos, fornecendo aproximadamente 14.700 horas para experimentos distribuídos ao longo de mais de 700 turnos. 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 neste primeiro semestre para *friendly users*, etapa que concluiu seu comissionamento. No segundo semestre já estará normalmente operando 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 teve seu comissionamento iniciado no final do ano passado, o qual continuou ao longo do primeiro semestre deste ano. Alguns testes com usuários convidados externos e internos ao CNPEM já foram executados, processo que continuará ao longo do segundo semestre. 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 como química, biologia, física e geologia, dentre outras. Um diferencial desta linha será a possibilidade da realização de espectroscopia de infravermelho com resolução manométrica via focalização da radiação em uma ponta metálica de microscopia de força atômica.

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 período foi concluída a execução da terraplenagem e instalação de drenagem provisória no terreno. O projeto executivo do prédio foi finalizado e encontra-se atualmente em revisão final. O processo de seleção da construtora seguiu com a

avaliação, equalização e correção das propostas, e tem previsão de encerrar-se no terceiro trimestre de 2014. A expectativa é de início das obras ao final do ano.

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 à Usuários Externos

Linhas de Luz de Difração de Raios-X

O grupo XRD coordena três linhas de luz do LNLS, XRD1, XRD2 e XPD. No caso da XRD1 existem duas estações experimentais que alternam o uso do feixe de raios X, uma estação é dedicada à difração de raios X de amostras na forma de pó e é chamada de XRD1. Já a segunda estação realiza análises de difração de raios X conjuntamente a ensaios termomecânicos de ligas e metais e é chamada de XTMS. No primeiro semestre de 2014 o grupo atendeu um total de 51 propostas aprovadas de usuários externos.

São destacadas três publicações de alto impacto produzidas pelos usuários deste grupo de linhas. Duas delas em filmes finos, utilizando técnicas de difração por incidência rasante e refletividade, e outra em difração de pó.

No trabalho intitulado “Nondestructive monitoring of defect evolution in epitaxial CdTe thin layers grown on Si(111)” por Oliveira, J. M., e colaboradores, publicado no Journal of Physical Chemistry C, v. 118, n. 4, p. 1968-1973, 2014 é reportado um estudo combinando microscopia eletrônica e difração para observar a evolução de defeitos cristalinos no crescimento epitaxial de filmes do semicondutor CdTe em substrato de Si (111) como função da temperatura e espessura do filme, conforme Figura 2.1. Este tipo de combinação de semicondutores é muito importante para a indústria de microeletrônica.

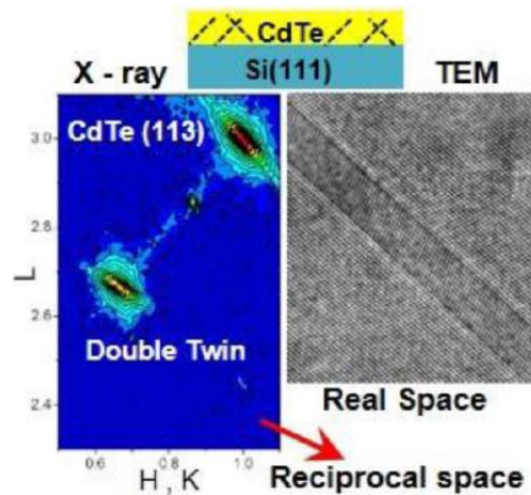


Figura 2.1: Mapeamento do espaço recíproco na vizinhança do CdTe ao lado da imagem de HERTEM dos defeitos duplos.

O segundo destaque é o trabalho intitulado “Silver nanoparticle-mesoporous oxide nanocomposite thin films: a platform for spatially homogeneous SERS-active substrates with enhanced stability”. Por Wolosiuk, A. e colaboradores, publicado na ACS Applied Materials & Interfaces, v. 6, n. 7, p. 5263-5272, 2014 (FI: 5), é reportado um estudo de refletividade por raios-X (Figura 2.2) em filmes finos baseados em compósitos de um óxido mesoporoso com nanopartículas, usados como plataformas de SERS (Surface Enhanced Raman Spectroscopy). A técnica de SERS é muito importante para detecção de biomoléculas em fluidos e pode se tornar a principal técnica de diagnóstico de alguns tipos de câncer. O trabalho feito pelo grupo propõe uma plataforma alternativa de baixo custo e o uso da refletividade de raios-X foi para demonstrar a organização do filme no substrato.

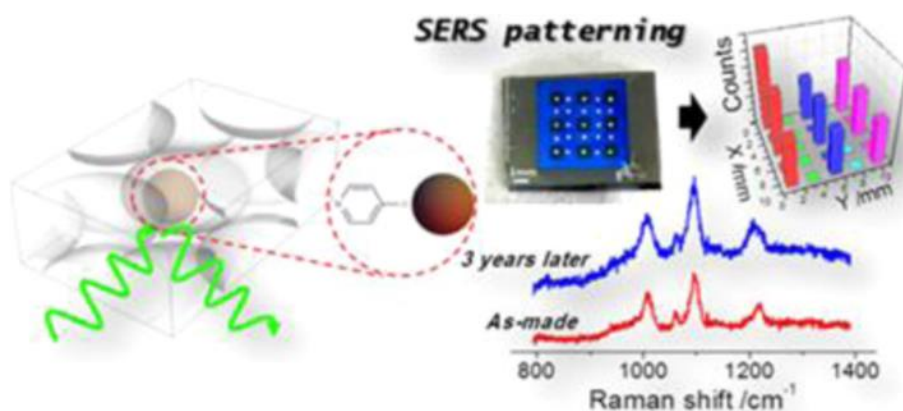


Figura 2.2: Efeito SERS num template em TiO₂ depositado em Silício

Em terceiro destaque, o trabalho intitulado “Relation between Distortions in the Oxygen Sblattice and the Local Order of Zr in Nanostructured ZrO₂-CeO₂ Mixed Oxides” por L.

M. Acuña e colaboradores, Publicado no J. Physical Chemistry C, 2014, 118, 11445-11453 (FI: 4.8), foram investigadas as distorções cristalinas em sistemas de “buffer de oxigênio” de nano-pó de ZrO_2-CeO_2 de catalisadores usados para controlar a emissão de NO_x , CO e hidrocarbonetos no escapamento de automóveis (Figura 2.3). As distorções cristalinas observadas estão nas sub-redes de oxigênio e possuem uma correlação direta com a capacidade de buffer de oxigênio. A técnica utilizada neste trabalho foi uma combinação de difração de pó e espectroscopia de raios-X.

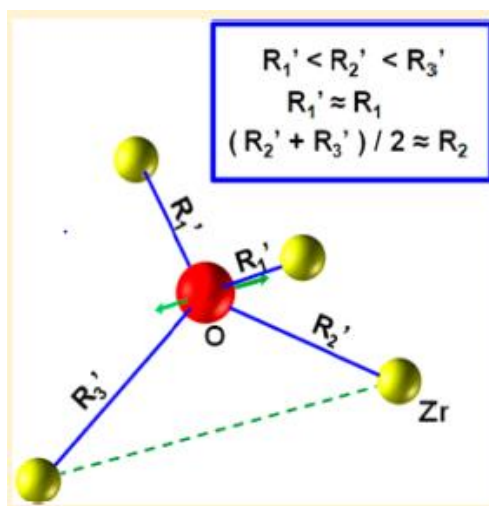


Figura 2.3: Representação esquemática dos deslocamentos dos átomos de Oxigênio ao longo das direções (1 1 0)

Linhas de Luz de Fluorescência e Absorção de Raios-X

O grupo FAX coordena quatro linhas de luz do LNLS, XAFS1, XAFS2, DXAS e XRF. No primeiro semestre de 2014 o grupo atendeu um total de 45 propostas aprovadas de usuários externos.

Neste grupo de linhas destacaram-se dois trabalhos realizados por usuários, publicados no primeiro semestre de 2014.

No primeiro, intitulado “*Reversible Sulfidation of Pt_{0.3}Pd_{0.7} Nanoparticles Investigated by in Situ Time-Resolved XAS*”, por J. Boita e colaboradores, publicado na revista *J. Phys. Chem. C* 118 (2014) 5538–5544, os autores utilizaram medidas realizadas nas linhas XAFS1, DXAS e XDS para estudar a estrutura de nanopartículas isoladas de paládio e platina submetidas a diferentes atmosferas (H_2 e H_2S). A partir destes experimentos, os autores propuseram um modelo cinético que permite o cálculo da energia de ativação para o processo de sulfidação utilizando essas nanopartículas (Figura 2.4).

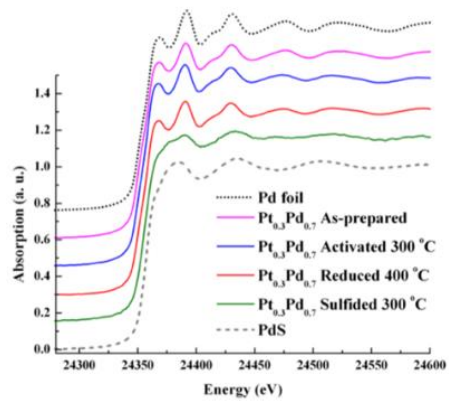
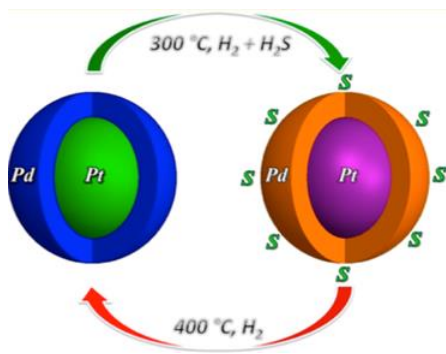


Figura 2.4: Esquerda: Esquema da reação estudada e Direita: espectros de XANES das amostras em diferentes condições

O segundo destaque, utilizando a linha XRF e intitulado “*Valproate reverts zinc and potassium imbalance in schizophrenia-derived reprogrammed cells*”, por B. S. Paulsen e colaboradores, foi publicado na *Schizophrenia Research* 154 (2014) 30–35. A esquizofrenia é uma síndrome muito heterogênea, cuja etiologia não é bem compreendida. No trabalho de Bruna Paulsen e colaboradores (Instituto de Ciências Biomédicas-UFRJ) constatou-se pela primeira vez, através do uso da técnica de microscopia por fluorescência de raios-X, alterações na composição de elementos traços essenciais, em particular potássio e zinco, em células progenitoras neurais antes e após o tratamento com *Valproato* (uma droga utilizada para tratamento desta síndrome em casos especiais).

Linhas de Espectroscopia de UV e Raios-X Moles

O grupo EUV coordena quatro linhas de luz do LNLS, SGM, TGM, PGM e SXS. No primeiro semestre de 2014 o grupo atendeu um total de 22 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 que foi instalada e comissionada neste semestre, 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*. Dentre os destaques da pesquisa realizada por usuários, o artigo intitulado “*Patterning of quasi-periodic Co 2D-clusters underneath Graphene on SiC(0001)*”, Lima e colaboradores foi publicado na *Chemistry of Materials* 26 (2014) 4172. O grafeno vem se demonstrando ser um material com enorme potencial para muitas aplicações. Todavia, no que diz respeito a possíveis aplicações em microeletrônica, este material tem que ser modificado inserindo átomos ou moléculas entre as camadas de grafeno e o substrato que o sustenta, em um procedimento

conhecido como intercalação. No trabalho o grupo liderado por Abner de Siervo, do Instituto de Física Gleb Wataghin da Unicamp, foi demonstrada a possibilidade de se intercalar partículas de cobalto sob o grafeno crescido sobre carvão de silício. O trabalho, que utilizou as técnicas de microscopia de tunelamento eletrônico e espectroscopia de fotoemissão, não apenas resultou da demonstração da intercalação, mas também demonstrou que a camada de grafeno serve como uma membrana de proteção para as partículas após 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 através da técnica de dicroísmo circular magnético de raios X, realizada na linha PGM do LNLS (Figura 2.5).

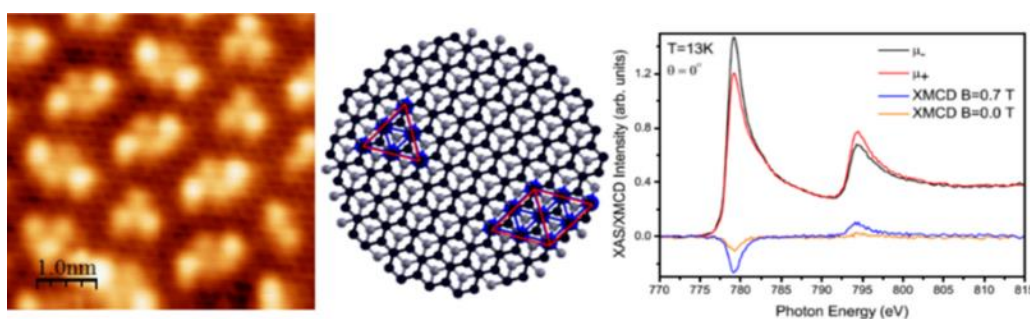


Figura 2.5: microscopia de tunelamento eletrônico mostrando partículas de cobalto depositadas sobre grafeno. Ao centro: representação esquemática de como o grafeno determina a estrutura das partículas de cobalto. À direita: espectro de dicroísmo circular magnético obtido na linha PGM que corrobora o estado metálico das partículas de cobalto após intercalação sob a camada de grafeno.

Um segundo destaque de publicação dos usuários deste grupo de linhas é o artigo intitulado “Straightforward synthesis of bimetallic Co/Pt nanoparticles in ionic liquid: atomic rearrangement driven by reduction – sulfidation processes and Fischer – Tropsch catalysis”, por Silva e colaboradores, publicado na *Nanoscale*, 2014, 6, 9085. Catalisadores são substâncias utilizadas como facilitadores de reações químicas utilizados em praticamente todos os processos industriais que envolvem transformação de produtos primários. A busca por catalisadores mais eficientes e mais acessíveis é uma área extremamente ativa da pesquisa científica. No presente trabalho, liderado por Jonder de Moraes, do Instituto de Física da Universidade Federal do Rio Grande do Sul, foram estudadas novas rotas de síntese de catalisadores bimetálicos compostos de cobalto e platina (Figura 2.6). 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 tem 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 equivalentes comerciais. Essa diferença em temperatura pode representar uma economia de energia durante a produção dos produtos finais, que para o caso específico são materiais obtidos a partir da nafta.

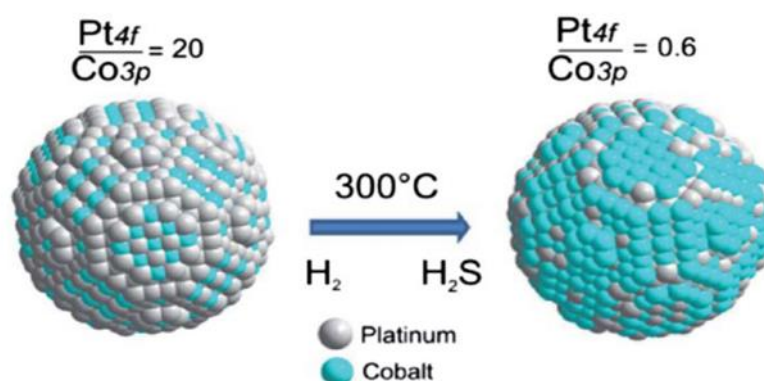


Figura 2.6: Representação esquemática da mudança entre o número de átomos de cobalto e platina na superfície da nanopartícula. Foi possível confirmar experimentalmente esse fenômeno com medidas de EXAFS e espectroscopia de fotoemissão na linha SXS

Linhas de Luz de Espalhamento de Raios-X

O grupo ERX coordena as linhas de luz SAXS1, SAXS2, MX1 e MX2. No primeiro semestre de 2014 o grupo um total de 56 propostas aprovadas de usuários externos. Dentro desse número, 23 propostas foram executadas na linha SAXS1, 20 propostas executadas na linha SAXS2 e 13 na MX2. A linha MX1 ficou inoperante para usuários externos pela falta do detector principal que estava em reparo nos EUA. Nesse contexto, foram 74 beneficiários e usuários externos na linha SAXS1 e 59 na linha SAXS2, totalizando mais de 2000 horas de feixe para a execução das propostas.

Neste período, destacam-se publicações de maior impacto feitas com dados obtidos nas linhas de SAXS: Um deles foi o artigo intitulado “*Fine-tuning of a nanostructure, swelling, and drug delivery profile by blending ureasil-PEO and ureasil-PPO hybrids*” de Eduardo Molina e colaboradores na revista Polymer Chemistry, 2014, 5, 1897. O segundo trabalho em destaque intitulado “*Silver Nanoparticle-Mesoporous Oxide Nanocomposite*

Thin Films: A Platform for Spatially Homogeneous SERS-Active Substrates with Enhanced Stability” de Alejandro Wolosiuk e colaboradores (ACS Appl. Mater. Interfaces 2014, 6, 5263) descrito anteriormente na sessão das linhas de difração.

No primeiro trabalho, Molina descreve a síntese e o perfil de liberação de um fármaco através da obtenção de um sistema híbrido orgânico-inorgânico. A técnica de SAXS foi fundamental para visualizar o inchamento da estrutura e entender a liberação do fármaco. No segundo trabalho, Wolosiuk introduz o conceito inovador dos filmes compósitos contendo nanopartículas e óxidos mesoporosos (Figura 2.7). Esses materiais são muito promissores no contexto de uma nova geração de sensores de baixo custo e alto desempenho. No referido trabalho, os autores demonstraram como a estrutura (desvendada com as técnicas de SAXS e microscopia eletrônica como apresentado) se correlacionam com a eficiência do sensor.

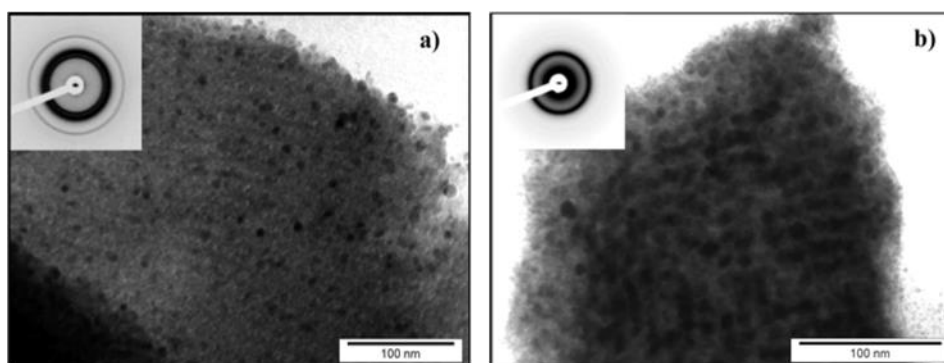


Figura 2.7: Microscopias eletrônicas de transmissão e padrões 2D de SAXS (canto superior esquerdo de cada figura) obtidos para diferentes filmes compósitos contendo nanopartículas e óxidos mesoporosos. Figura adaptada de Wolosiuk e colaboradores (ACS Appl. Mater. Interfaces 2014, 6, 5263).

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 nano-espectroscopia de infravermelho (IR1). Estas duas linhas são as estações mais recentes do LNLS as quais foram construídas nos últimos dois anos.

A linha IR1 encontra-se em fase de comissionamento desde Novembro de 2013 e no primeiro semestre de 2014 iniciou testes com usuários externos e internos convidados. Com construção iniciada em meados de 2011, a linha IR1 é a primeira linha do LNLS a utilizar a faixa de energia de infravermelho (IR), cobrindo uma larga faixa de energia que vai do visível (~ 600 nm) até IR médio (mid-IR ~ 16 μ m). Este novo espectro de energia traz novas oportunidades 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. Tais linhas de IR são comuns em laboratórios Síncrotron, visto que em geral oferecem até 1000 vezes mais brilho do que as fontes térmicas de bancada, além de possuir características peculiares como polarização bem definida, maior capacidade de focalização e estrutura temporal. Por esta razão as linhas de IR estão entre as mais requisitadas em laboratórios Síncrotrons em todo o mundo.

A linha IR1 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). Na IR1 a radiação é colimada e direcionada a um microscópio de campo próximo, onde então a luz é focalizada em uma ponta metálica de microscopia de força atômica (AFM). A ponta de AFM atua como uma antena para a radiação incidente e uma nova fonte de luz é gerada no ápice dessa ponta, fonte esta que possui dimensões similares às do ápice da ponta, tipicamente raio de 25 nm. Esta técnica é comumente chamada s-SNOM e ilustra os principais componentes da estação experimental da IR1. A amostra é mapeada pela ponta de AFM e assim são coletadas simultaneamente as informações de topografia e resposta óptica da superfície da amostra. O microscópio de campo próximo da linha 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 2.8).

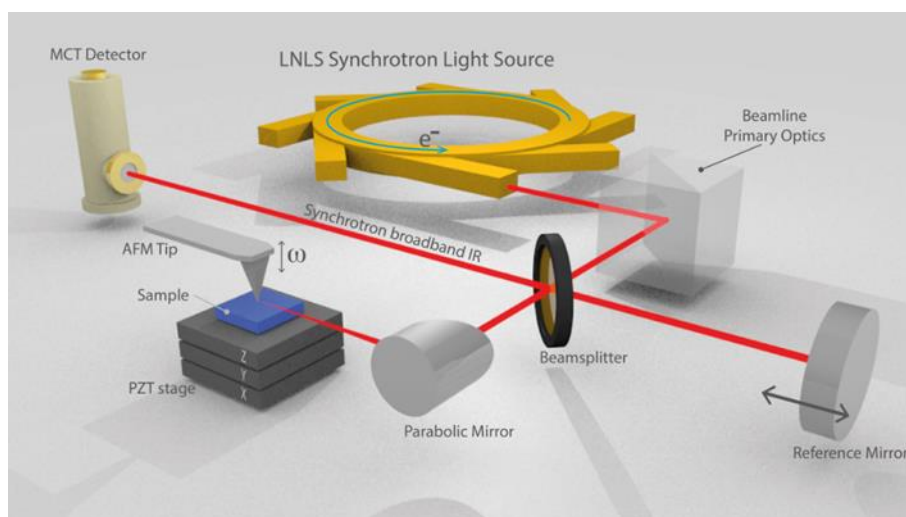


Figura 2.8: Arranjo experimental da linha IR1. Feixe de ultra banda larga de IR gerado pelo Síncrotron é colimado e depois focalizado em um microscópio de campo próximo, o qual é montado em um interferômetro possibilitando a realização de espectroscopia de IR na nanoescala.

A IR1 recebeu seus primeiros usuários ainda neste período de comissionamento. Tais usuários, chamados de “*friendly users*”, foram convidados pessoalmente, pois possuem casos científicos compatíveis com o estado atual de operação da linha e também são fortes candidatos à submissão de propostas à linha quando aberta aos usuários gerais. A seguir alguns dos principais casos explorados na linha por estes usuários.

Mono e bicamadas de grafeno sobre Carbetto de Silício

Desde sua realização experimental em 2004, grafeno tem sido um dos mais promissores materiais para o desenvolvimento de novos dispositivos eletrônicos, assim como tem sido um palco importante para a comprovação de fenômenos na nanoescala. A sua estrutura de poucas camadas atômicas confere características extraordinárias ao material, as quais certamente definirão a fronteira do conhecimento e desenvolvimento tecnológico no campo nas próximas décadas. No entanto, devido à baixíssima dimensionalidade deste material, que é um material bidimensional ideal, o grafeno requer técnicas específicas para sua caracterização e investigação, como a nano-FTIR em teste na IR1. Sendo um dos primeiros colaboradores e potencial usuário da linha IR1, Diedrich Schmidt é professor no Departamento de Física da North Carolina A&T State University e, dentre outras frentes de pesquisa, tem se dedicado ao estudo de sistemas nanoestruturados baseados em poucas camadas atômicas, como Grafeno sobre Carbetto de Silício (G-SiC). Até então, apenas medidas de s-SNOM utilizando fontes lasers haviam sido aplicadas nesses sistemas e o uso da radiação Síncrotron (como no arranjo da IR1) permite a exploração de diversas faixas energéticas do material e possivelmente contribuirá no avanço de questões em aberto da área. A Figura 2.9 ilustra mapas de topografia e de resposta óptica de banda larga de IR de uma amostra G-SiC preparada pelo grupo do professor Schmidt marcando o início da colaboração neste primeiro semestre de 2014. A amostra foi preparada partindo de um substrato de SiC o qual foi aquecido e cuja superfície foi evaporada para a criação das camadas de grafeno. O experimento de AFM e s-SNOM foi realizado na linha IR1 do LNLS, equipada com um microscópio s-SNOM, financiado pelo projeto Sirius e que posteriormente será transferido para este novo anel de armazenamento. Este experimento encontra-se instalado na mesa óptica da estação IR1 e é alimentado pelo feixe IR do Síncrotron UVX. No experimento utilizou-se um detector MCT (2 μm a 16 μm) e pontas de AFM com cobertura de platina.

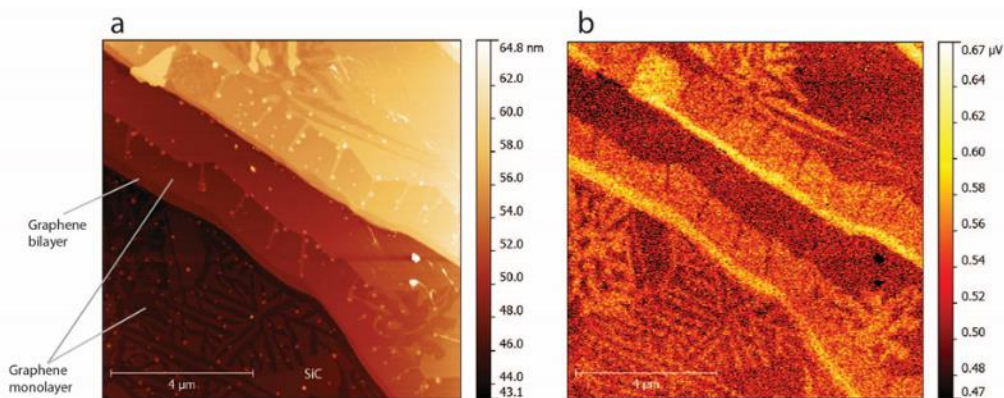


Figura 2.9: a) Mapa topográfico de AFM e b) mapa de s-SNOM utilizando o sinal integrado de banda larga do feixe IR Síncrotron.

O resultado preliminar demonstra claramente uma distinção entre o substrato de SiC, mono e bicamadas de grafeno. O resultado é inovador, porque além de comprovar a habilidade da técnica em estudar sistemas de poucas camadas atômicas, revela a relação entre as intensidades de espalhamento entre os 3 materiais (ou fases) da amostra. Tal relação de sinais espalhados sugere o próximo passo que é a realização de nano-FTIR nas diferentes regiões, com a motivação prévia de já haver contraste dentro da banda analisada, basicamente a faixa sensível do detector. O resultado está em pauta e possivelmente será enviado para publicação ainda este ano.

Atualmente a linha IMX encontra-se operacional e aberta aos usuários externos recebendo 8 propostas de tempo de feixe via portal de usuários, para execução no segundo semestre de 2014.

A seguir destacam-se dois experimentos realizados por “friendly users” no primeiro semestre de 2014:

Imageamento de nervos periféricos por técnica baseada em propagação por contraste de fase (PBI).

Neste estudo, 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. A amostra do nervo ciático humano foi obtida e armazenada previamente no Hospital da Universidade Estadual de Campinas (HC-UNICAMP) foram preservadas em solução de formalina (10%) e tinham forma cilíndrica (diâmetro de 1 cm e comprimento de 3 cm aproximadamente). A arquitetura geral do nervo, arranjo fascicular, e até mesmo a análise do diâmetro das fibras nervosas foi possível com o uso de imagens de contraste

de fase. Vale a pena notar que as estruturas nervosas só podem ser vistas nas imagens microscopia óptica através da utilização de procedimentos de coloração, do contrário seriam transparentes para tal técnica. Isto não é exigido para imagens de raios-X por contraste de fase. O objetivo 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 nas imagens de contraste de fase possam ser facilmente atribuídos a lesões conhecidas.

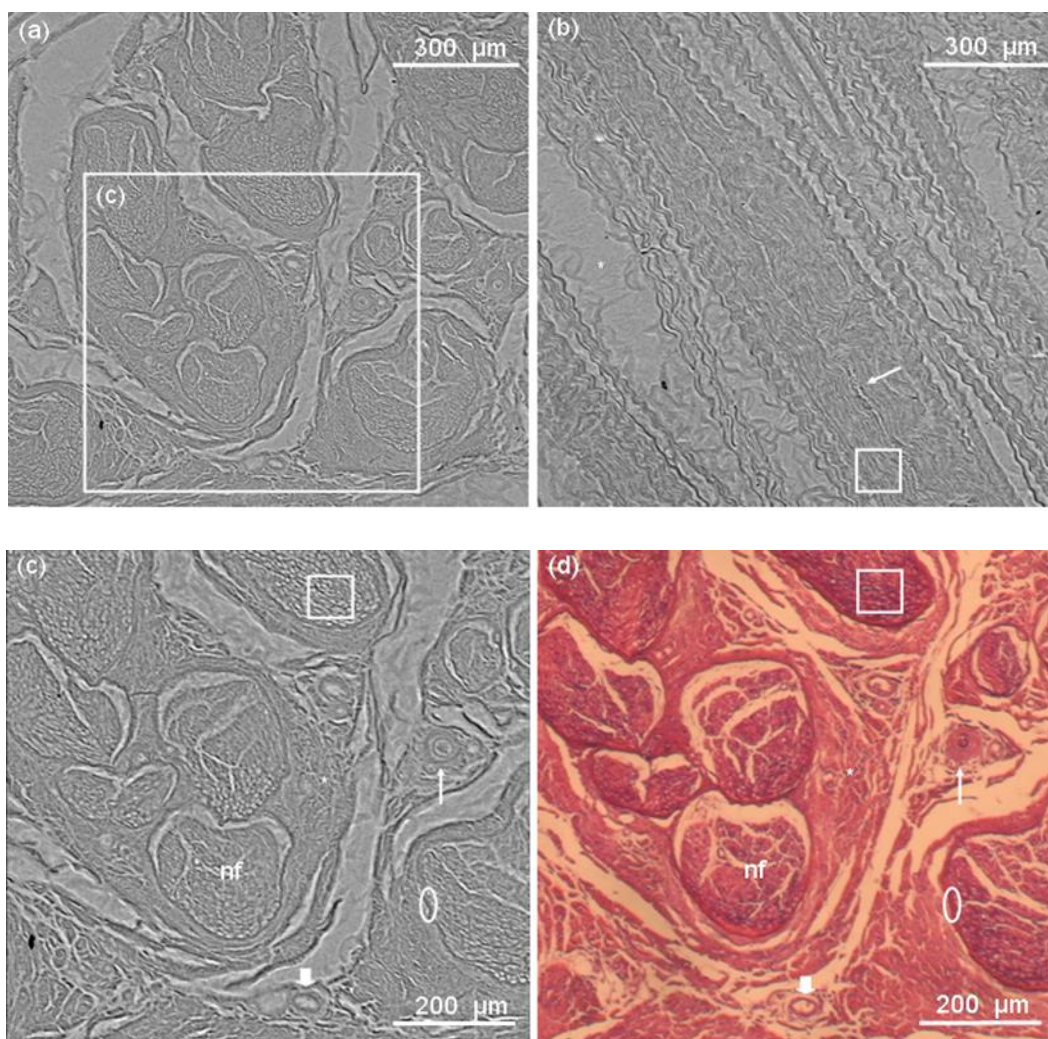


Figura 2.10: Imagens micrográficas de contraste de fase em radiação Síncrotron de nervo ciático humano em cortes axial (A) e longitudinal (b). O detalhe da seção axial é mostrado em (c), com a imagem de microscópio óptico correspondente em (d). A radiografia por contraste de fase permitiu a visualização de fascículos nervosos (nf), arteríolas (seta fina), vênulas (seta grossa), epineuro (*), perineuro (elipse) e fibras nervosas (quadrados) como detalhes na imagem histológica (d).

Uso de micro tomografia para exploração de sementes anormais de plantas que expressam níveis baixos da proteína ASR5, tolerante ao alumínio.

O arroz (*Oryza sativa*) é um dos alimentos básicos mais importantes, alimentando quase a metade da população mundial. A toxicidade do Alumínio (Al) é um problema muito comum para a agricultura, especialmente em solos ácidos, que compreendem cerca de 30% dos solos em todo o mundo. Entre os cereais, o arroz é o que tem a maior tolerância ao alumínio, sendo um modelo para entender como podemos tornar as plantas menos sensíveis a este elemento. O ASR5 Al-responsivo tem mostrado possuir um papel central na tolerância Al, que regula muitos genes responsivos ao excesso de Al. A inibição da ASR5 em plantas de arroz por interferência de RNA (RNAi), mostrou que essa proteína é a chave para a resposta do arroz ao Al; no entanto, ASR5 também parece regular os processos de desenvolvimento, uma vez que as plantas RNAi mostram anormalidades como não tricomas nas folhas e nas sementes e palea lema. A proposta teve como objetivo usar micro tomografia para adquirir informações sobre as características estruturais da casca da semente e compará-las com o tipo selvagem, bem como comparar os tecidos embrião e endosperma. O uso de micro tomografia teve como objetivo permitir a compreensão dos efeitos da inibição de ASR5 sobre o desenvolvimento da semente, que em última análise pode afetar a produção de sementes e rendimento da planta.

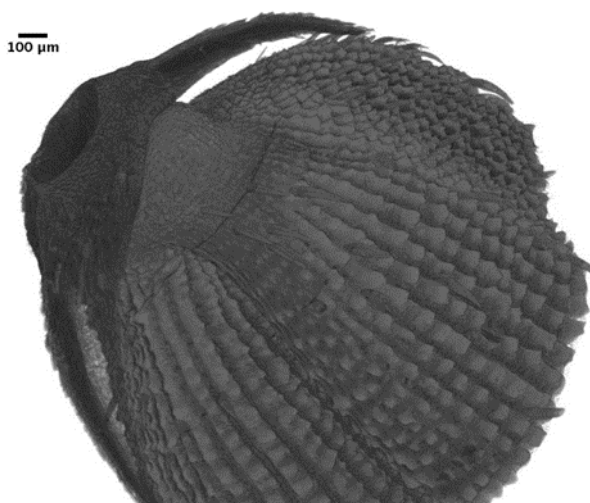


Figura 2.11. Reconstrução tomográfica 3D da casca da semente de arroz

2.3 Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Interno

Os projetos de desenvolvimento deste semestre são apresentados abaixo, separados por grupos.

Linhas de Luz de Difração de Raios-X

XRD2 – Difração com incidência rasante em superfície de líquidos

Neste projeto foi realizada a inserção de um espelho defletor antes do difratômetro para realização de experimento de difração com incidência rasante na **superfície de líquidos**. Este projeto envolve dois alunos de mestrado (CAPES/Unifesp) e um posdoc (FAPESP). Neste semestre foi possível refinar o alinhamento do espelho defletor, realizar medidas de vibração do solo e do difratômetro, instalação de um sistema de antivibração ativo emprestado do LNNano e realização do primeiro experimento com proposta aprovada de difração em monocamada de Langmuir submetido por Rafael Oliveira (CONICET/Univ. Nacional de Córdoba, Argentina). O experimento de deflexão do feixe foi bem sucedido e algumas melhoras na óptica serão necessárias para aumentar o fluxo e possibilitar experimentos com materiais orgânicos que espalham fracamente.

XPD – Estudo do efeito de promotores Ni e Pd no processo de carburação de catalisadores de carbetos de tungstênio suportados em carvão.

Este projeto está sendo desenvolvido pela pesquisadora Cristiane B. Rodella, com apoio dos pesquisadores Dr. Dean H. Barrett, Dr. Débora M. Meira (pós-doc) e Glauco F. Leal (mestrando-IQ-USP-São Carlos). 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. As propriedades estruturais e catalíticas estão diretamente relacionadas com o tipo de promotor.

XPD – Estudo da estabilidade térmica de catalisadores de Ni e Co suportados em TiO₂ nanoestruturada

Este projeto está sendo desenvolvido pelos pesquisadores Dean H. Barrett e Cristiane B. Rodella do grupo XRD. As mudanças de fase cristalina da titânia (anatase-rutile) e a sinterização e cristalização das partículas de Ni e Co são investigados em experimentos *in situ* na XPD, simulando as condições de ativação e reação catalítica. Os catalisadores nanoestruturados são comparados com outros sem controle de tamanho e forma e assim pretende-se avaliar as propriedades estruturais que estão correlacionadas com as propriedades catalíticas como estabilidade, conversão e seletividade.

XRD1 – Efeito Magnetocalórico e Efeito Barocalórico: novas técnicas experimentais, materiais e modelos teóricos

Este projeto é coordenado pelo pesquisador Alexandre Carvalho e está sendo executado parcialmente na XRD1. 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. Este projeto conta com o apoio da FAPESP.

Linhas de Luz de Fluorescência e Absorção de Raios-X

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 é o projeto da estudante de doutorado Vanessa I. T. Suárez vinculada a Universidade Federal de Viçosa, sob orientação do pesquisador Carlos A. Perez, com bolsa financiada pela CAPES). 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. Foram também fabricados por *sputtering* diversos filmes finos padrões e caracterizados pela técnica de XPS.

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

Este é um projeto de pesquisa interna na XAFS1 em desenvolvimento, com o aluno de Iniciação científica Arthur E. P. de Lima vinculado a Unicamp, sob orientação da pesquisadora Daniela C. Oliveira, com bolsa financiada pela FAPESP. 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. Na figura 2.12 os espectros foram obtidos em condições *in situ* de ativação (temperatura e fluxo de hidrogênio).

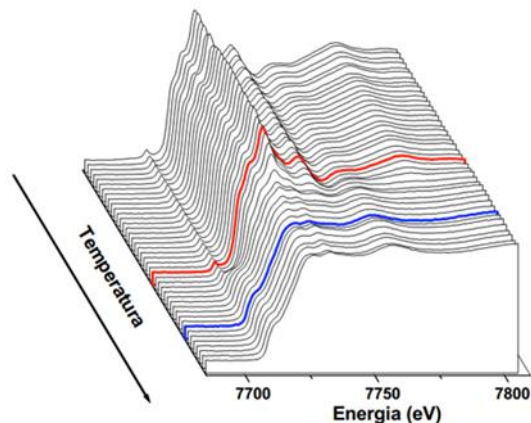


Figura 2.12: Espectro de XANES durante a ativação de um catalisador com destaque para o início e o fim da reação.

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

Este é um projeto do aluno de iniciação científica Kauan M. Rodrigues vinculado a Unicamp, sob orientação do pesquisador Frederico A. Lima, com bolsa financiada pela FAPESP. De forma a estabelecer um melhor entendimento da estrutura eletrônica e suas possíveis correlações com a atividade catalítica das metaloporfirinas, 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 encontram-se na figura 2.13.

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. Esse fato indica 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.

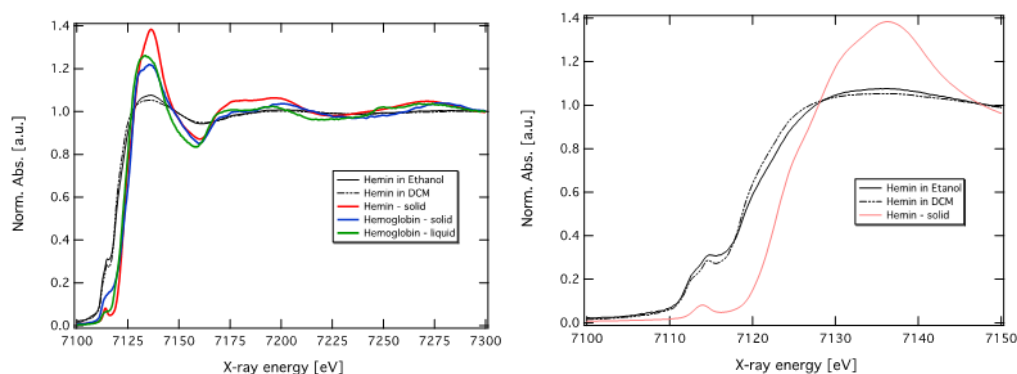


Figura 2.13: Espectros XANES de amostras de hemoglobina e metaloporfirinas em estado sólido e líquido. Note a diferença dos espectros das amostras em forma sólida e líquida. (a) Espectros das amostras de hemina e hemoglobina (b) Espectros das amostras de Hemina líquida e sólida

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

Projeto do doutorando Ricardo D. Reis, sob supervisão do pesquisador Narcizo M. Souza Neto, com bolsa financiada pela CAPES. Nesse trabalho foi utilizada a técnica de dicroísmo magnético circular nas bordas L para compostos actinídeos (UGa₂ and UTe) para sondar diretamente a estrutura eletrônica de spin nesses sistemas. Estas 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 era possível de medir no APS por uma limitação da polarização dos raios X, mas conseguimos 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 são comparados para 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. 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 junto com simulações de primeiros princípios. Neste momento o trabalho está em fase final de escrita e submissão para publicação.

Linhas de Luz de Espectroscopia de UV e Raios-X moles

CEPROCOR, Córdoba, Argentina – Aplicação de XANES na investigação de chumbo e antimônio na crosta de cartuchos de caça corroídos a fim de avaliar o potencial de efeitos tóxicos no ambiente:

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 entender como esses elementos são dissolvidos no solo e se tornam bio-disponíveis para as culturas agrícolas da região.

Esta é uma colaboração entre os pesquisadores Carlos Alberto Perez e Flavio Cesar Vicentin do LNLS, com os pesquisadores M.F. Mera, M.Rubio e A. Germanier do CEPROCOR, Córdoba Argentina.

CETMIC/CONICET, La Plata, Argentina – 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 microscópicas responsáveis por tais mudanças de fase. Esse estudo tem por objetivo investigar as argilas caoliníticas (aquelas compostas basicamente por caolín), dopados com os minerais normalmente encontrados nesses materiais (óxidos de ferro e titânio principalmente) com diferentes graus de cristalinidade e sob diversos tratamentos térmicos, empregando espectroscopia de raios X para compreender os mecanismos microscópicos das transformações envolvidas durante tais tratamentos térmicos.

Esta é uma colaboração dos pesquisadores do LNLS, Dalton Abdala e Flavio Cesar Vicentin, com os pesquisadores Nicolás Rendtorff, do CETMIC, La Plata Argentina e Leandro Andrini do CONICET, também em La Plata, Argentina.

UERJ – Aplicação de absorção de raios X na investigação da composição mineral de cálculos renais provenientes de diferentes pontos do trato urinário

Urolithiasis (formação de “pedras” no trato urinário) afligem em torno de 5% da população das nações industrializadas, e 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 difração de raios X, têm pouca empregabilidade. O intuito desse projeto é verificar como a localização de onde foram extraídos os cálculos afetam a composição química dos mesmos, empregando a técnica de XANES.

Esta é uma colaboração entre os pesquisadores Dalton Abdala e Flavio Cesar Vicentin do LNLS com a pesquisadora da UERJ, Campos BR, Letícia Kuplich.

UNILA – Retro-difração de raios X no silício sem efeitos de feixe de difração múltiplos:

Retro-difração 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 retro-difratado 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 se pode ajustar a energia ligeiramente abaixo da exata energia de retro-difração, em uma situação na qual ainda existe o efeito de difração, chamado nesse caso de retro-difração residual. O principal objetivo desse projeto é caracterizar o feixe retro-difratado residual, o qual não é previsto teoricamente.

Esta é uma colaboração dos pesquisadores Honnicke, M. G., Kakuno, E. M., Cusatis, C. da Unila, Foz do Iguaçu, com o pesquisador do LNLS, Flavio Cesar Vicentin.

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

A ação climática transforma as proporções dos minerais da camada superficial do solo, empobrece o mesmo de importantes nutrientes para os vegetais, tais como os íons K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} e aumenta o teor do íon Al^{3+} , o qual 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 e corrigir o teor de Al^{3+} . Foi observado pela equipe que aplicação de gipsita reduz a atividade do íon Al^{3+} , proporcionando o crescimento de raízes nas camadas mais profundas do solo, dando às plantas uma maior resistência à seca e resultando 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 que complexos químicos são formados na presença do íon SO_4 da gipsita.

Esta é uma colaboração entre os pesquisadores do LNLS, Dalton Abdala e Flavio Cesar Vicentin, com o pesquisador Marcelo Alves, da ESALQ, Piracicaba.

CTBE/APTA – Aplicação de técnicas espectroscópicas in situ em estudos de mineralogia de solos

Fósforo é um elemento essencial para plantas e geralmente é presente em grande concentração em resíduos orgânicos. Entretanto, na maioria dos solos brasileiros o fósforo é fortemente ligado na matrix mineral, limitando 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 uma vez aplicados no solo, o que dificulta a previsão em longo termo dos efeitos dos resíduos orgânicos quando utilizados para fertilização. A fim de obter maiores 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 para obter maiores informações sobre os processos químicos que ocorrem das diversas interfaces presentes no solo.

Esta é uma colaboração entre os pesquisadores Isabella Clerici de Maria do IAC, Campinas, Raffaella Rossetto, da APTA, Piracicaba, Marcelo Galdos do CTBE, com os pesquisadores do LNLS, Dalton Abdala e Flavio Cesar Vicentin.

Instituto Fritz Haber, Alemanha, Universidade de Uppsala, Suécia – 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 em seu ambiente de operação em linhas de luz dos laboratórios Síncrotron: ALS (Berkeley, EUA) e BESSY II (Berlin, Alemanha). Na segunda parte serão estudadas reações de oxidação em catalisadores de metais nobres. Resultados: Uma célula de reação foi projetada, construída e testada. A figura a seguir mostra um diagrama juntamente com os primeiros espectros de RIXS na borda K do oxigênio para catalisadores de Ag em condições de reação.

Publicação associada: *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. Kristiansen PT, Rocha TCR, Knop-Gericke A, Guo JH, and Duda LC, Review of Scientific Instruments 84, 113107 (2013).

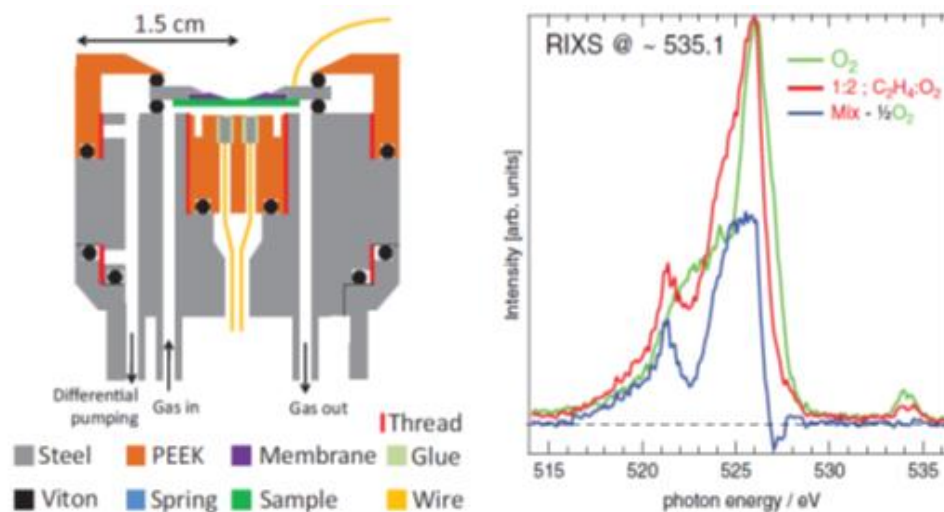


Figura 2.14: Diagrama da cela de reação para experimentos RIXS *in situ* (esquerda) e primeiros espectros de catalisadores de Ag em 250 C sob atmosfera de oxigênio ou mistura de reação (direita).

Instituto Fritz Haber, Alemanha – Correlação estrutura-função em catalisadores heterogêneos de metais nobres

Catalisadores de metais nobres são utilizados em dois processos industriais de grande escala: a oxidação de metanol e a síntese de epóxido de etileno. Porém os mecanismos de reação ainda não são bem conhecidos e o aperfeiçoamento dos catalisadores industriais ainda é baseado em métodos empíricos de tentativa e erro. Este projeto tem como objetivo a investigação da estrutura atômica e eletrônica da superfície de catalisadores de metais e a correlação com a performance catalítica. Especial ênfase será dada às modificações induzidas por promotores que modulam a atividade catalítica. O principal aspecto deste projeto é o uso extensivo de técnicas *in situ* sensíveis à superfície, AP-XPS e Environmental-SEM que permitem a caracterização das superfícies catalíticas sob condições de operação. Resultados: Medidas de XPS *in situ* em catalisadores de Ag durante a reação mostram que adição do promotor Cl modifica o balanço de espécies de oxigênio que formam o sítio ativo do catalisador causando um aumento da seletividade (Figura 2.15). Publicações: *Promoters in heterogeneous catalysis: The role of Cl on ethylene epoxidation over Ag*. Rocha TCR, Hävecker M, Knop-Gericke A, Schlögl R Journal of Catalysis 312, 12-16 (2014); *Identification of Rhenium Oxide species During Catalytic Partial Oxidation of Ethylene on Ag*. Greiner

MT, Rocha TCR, Johnson B, Klyushin A, Knop-Gericke A and Schlögl R *Zeits. Phys. Chem.* 228, 521-541 (2014); *Near ambient pressure XPS study of Au oxidation*. Klyushin A, Rocha TCR, Hävecker M, Knop-Gericke A, Schlögl R *Phys. Chem. Chem. Phys.* 16, 7881-7886 (2014); *Quantitative adsorbate structure determination under catalytic reaction conditions*. Kreikemeyer-Lorenzo D et al. *Physical Review B* 87, 125420 (2013)

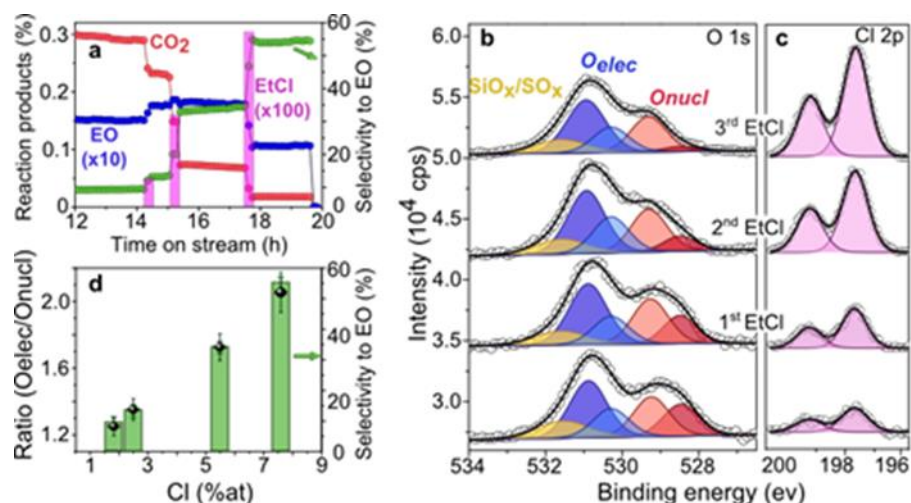


Figura 2.15: (a) fração molar de produtos e seletividade em função do tempo de reação. (b,c) espectros de XPS na região do oxigênio e cloro durante a reação após adição gradual do promotor. (d) correlação entre quantidade de Cl, razão entre espécies de oxigênio e seletividade ao epóxido.

Instituto Fritz Haber, CNR-IOM, Itália, Universidade de Sidney – Estudo teórico e experimental da interação de oxigênio com a superfície de catalisadores de Ag

A incorporação de oxigênio em hidrocarbonetos por reações de oxidação parcial é um dos processos essenciais na indústria química. Hidrocarbonetos oxigenados são intermediários valiosos posteriormente utilizados na produção de diversos materiais como plásticos, fibras, resinas dentre outros. O objetivo deste projeto é a determinação da estrutura atômica e eletrônica das diferentes formas de oxigênio presentes na superfície de catalisadores de Ag que determinam a performance catalítica por meio de uma combinação de cálculos DFT com espectroscopias XPS e XANES. Resultados: Diagramas de fase para reconstruções em diversas superfícies monocristalinas de Ag com oxigênio foram calculados por DFT e comparados com medidas de XPS. Baseado nestas estruturas, espectros de XPS e XANES foram calculados para identificação e atribuição estrutural dos espectros experimentais.

Publicações: *Adsorbate induced vacancy formation on silver surfaces*. Jones TE, Rocha TCR, Knop-Gericke A, Stampfl C, Schlögl R, Piccinin S *Physical Chemistry Chemical*

Physics 16, 9002-9014 (2014); *Thermodynamic and spectroscopic properties of Ag-O system under an O₂ atmosphere*. Rocha TCR, Jones TE, Knop-Gericke A, Stampfl C, Schlögl R, Piccinin S Physical Review B (submitted); *Are oxygen adatoms the active sites for alkene epoxidation on silver?* Jones TE, Rocha TCR, Knop-Gericke A, Stampfl C, Schlögl R, Piccinin S Phys. Rev. Lett. (submitted).

Universidade Lehigh, EUV – 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. É bem conhecido que estes materiais apresentam coexistência de diferentes fases cristalinas dependendo das condições de reação. Porém não se sabe como estas transformações do bulk afetam a superfície do catalisador. O objetivo deste projeto é estudar como a composição e 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 por uma combinação de espectroscopias *in situ* na região UV-VIS e raios-X moles. Resultados: Diversos catalisadores foram caracterizados durante a reação por XPS e XANES (Figura 2.16). 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.

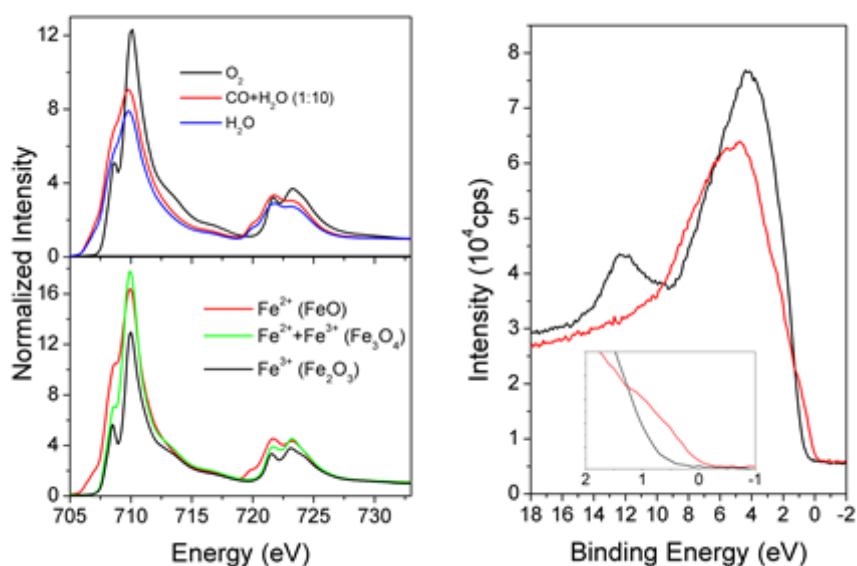


Figura 2.16: Espectros XANES de padrões de óxido de ferro (esquerda, baixo). Espectros de XANES de catalisador de óxido de Fe dopado com Cr e Cu em 400 C sob atmosfera de O₂ antes da reação (preto), durante a reação (vermelho) e após areação em atmosfera de H₂O. Espectro de fotoemissão na região da banda de valência mostrando o desaparecimento do gap durante a reação (vermelho).

Efeitos biológicos e químicos da radiação solar simulada

Foram realizadas exposições na linha em condições para mimetizar a radiação solar no espaço, sendo estudados seus efeitos sobre células bacterianas. 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 vácuo, de forma comparativa com outras condições simuladas. Foram utilizadas as instalações do CTBE e IAG-USP para a realização dos experimentos biológicos necessários.

Esta é uma colaboração entre os pesquisadores do LNLS, Douglas Galante, Fabio Rodrigues, Tamires M. Gallo e Gabriel G. de Araujo, com o Núcleo de Pesquisa em Astrobiologia (NAP – Astrobio, PRP-USP).

Universidade Complutense de Madri, Espanha – Transistores de camada dupla baseados em condutores iônicos cristalinos

O controle de propriedades físicas através da aplicação de campos elétricos tem um grande potencial de aplicações práticas. Em particular esse princípio está por trás de praticamente toda a tecnologia microeletrônica, onde se utilizam os transistores de efeito de campo (FET). Nesse trabalho buscamos controlar as propriedades de uma camada supercondutora sob uma camada de condutor iônico. Essa última tem por função polarizar a interface de uma camada ultra fina 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 são devidos a 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.

Esta é uma colaboração entre os pesquisadores Pedro N. Schio e Julio C. Cezar, do LNLS, em conjunto os pesquisadores Javier Garcia-Barriocanal e Jacobo Santamaría da Universidade Complutense.

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 esta 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. Estas características têm um

grande potencial para aplicações, inclusive com a possibilidade de se desenvolver 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 necessitamos 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: i) estudo da interação entre domínios ferromagnéticos e domínios ferroelétricos, com especial atenção à caracterização da parede de domínio ferroelétrico; ii) interação entre camadas multiferroicas e superconduras em dispositivos na forma de multicamadas de óxidos.

Este projeto é conta com o financiamento da FAPESP e é desenvolvido e coordenado pela equipe do LNLS, Julio C. Cezar, Caroline Mouls, Pedro N. Schio e Mirko Milas.

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 o interesse recente devido ao desenvolvimento de técnicas de crescimento de filmes finos, onde 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. No nosso grupo iniciamos o estudo de tais materiais utilizando os recursos recentemente instalados para fabricação de filmes finos e sua caracterização *in situ* utilizando absorção e fotoemissão de raios X na linha U11-PGM do LNLS. Pretende-se com esse trabalho elucidar a estrutura eletrônica de tais materiais, para melhor compreender suas propriedades macroscópicas. Os pesquisadores do LNLS envolvidos são Marco Guarise, Mirko Milas e Julio C. Cezar.

Universidade of Illinois, EUA, Unicamp, Campinas – Determinação experimental da estrutura eletrônica de novos materiais

Colaboração desenvolvida no âmbito do programa Ciência sem Fronteiras - Pesquisador Visitante Especial, com o intuito de desenvolver a utilização da técnica de fotoemissão com resolução angular (ARPES) no LNLS. ARPES é uma técnica que se mostrou muito adaptada no estudo de materiais supercondutores, e que se pretende

empregar no estudo de materiais ferroelétricos e multiferroicos. Esse projeto vem complementar com a expertise de um profissional de reconhecida competência na área (Prof. Juan Carlos Campuzano) a implementação de um sistema completo de crescimento de filmes finos e caracterização *in situ* dos mesmos. Nossa meta é empregar a técnica de ARPES como caracterização complementar àquelas descritas nos dois parágrafos anteriores.

Esta é uma colaboração da equipe do LNLS, Julio C. Cezar e Mirko Milas com os pesquisadores Juan Carlos Campuzano, da Universidade de Illinois em Chicago, Pascoal Pagliuso e Cris Adriano, do IFGW, Unicamp. Este projeto conta com o financiamento e apoio do CNPq, via projeto Ciência sem Fronteiras.

Linhas de Luz de Espalhamento de Raios-X

Um dos temas mais desenvolvidos dentro do grupo SAXS foi a obtenção de nanopartículas inorgânicas com possíveis aplicações biomédicas. Esse tema de pesquisa foi financiado pela Fapesp e pelo CNPq. No primeiro semestre, os trabalhos foram focados em como o recobrimento das nanopartículas podem influenciar o desempenho biomédico de um determinado sistema. No trabalho publicado “*Supercritical CO₂-organosilane mixtures for modification of silica: Applications to epoxy prepolymer matrix*” (Chemical Engineering Journal 2014, 241, 103) 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 visto que a agregação das mesmas induz mudanças radicais nas interações biológicas. O trabalho “*Partial aggregation of silver nanoparticles induced by capping and reducing agents competition*” publicado na revista Langmuir (2014, 30, 4879) ilustra pela primeira vez a importância do perfil de agregação e sua correlação com os efeitos biológicos conforme esquematicamente representado na figura:

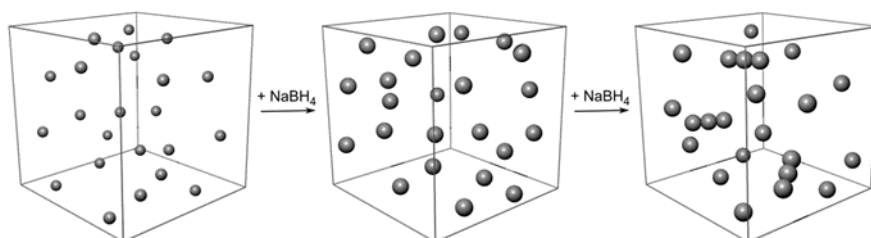


Figura 2.17: Esquema representativo do crescimento (Imagem da esquerda – imagem do meio) e do estágio inicial de agregação das nanopartículas (imagem do meio – imagem da direita) induzido pela presença de íons (aqui representado por NaBH₄).

Figura adaptada de Oliveira e Cardoso (Langmuir 2014, 30, 4879).

Devido a grande importância da descoberta, o trabalho foi ilustrado na capa da revista conforme ilustrado na figura 2.18:



Figura 2.18: Capa da revista Langmuir, volume 30 de 2014 onde o trabalho “*Partial aggregation of silver nanoparticles induced by capping and reducing agents competition*” foi ilustrado.

Linhas de Luz de Imagem

IR1 – LNLS-IPEN-LNNano – Modificação Estrutural da Grafite em Nanodiamantes via Irradiação com Laser Ultrarrápido

Este trabalho, fruto da colaboração entre LNLS, Centro de Lasers e Aplicações (CLA-IPEN/SP) e LNNano, visa transformar grafite policristalina em Nanodiamantes, material de potencial tecnológico (aplicações em dispositivos quânticos na indústria abrasivos), por meio de ondas de choque geradas pulsos de femtosegundos com energia moderada. Investigações preliminares, por espectroscopias de fotoelétrons (XPS) e Raman, da grafite pós-irradiação revelaram significativa quantidade de ligações sp³ e 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. Estes resultados estão sendo analisados e confrontados com cálculos da literatura relacionada.

IR1 – University of Wisconsin (USA) – Estudo de propriedades químicas e eletrônicas de heteroestruturas de grafeno sobre dicalcogênios esfoliados via nano-FTIR Síncrotron.

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. Este tipo de material grande potencial de aplicação em novos dispositivos opto-eletrônicos 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 MoS₂/Si e MoS₂/Au para os primeiros testes os quais serão realizados em breve nos próximos meses. A expectativa é que poderemos 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.

IR – North Carolina A&T State University (USA) – Propriedades vibracionais de mono e bicamadas de grafeno sobre substrato de SiC via nano-imagem IR e nano-FTIR Síncrotron.

Como apresentado anteriormente neste documento (Item **Erro! Fonte de referência não encontrada.**), esta linha de pesquisa, fruto de colaboração entre LNLS e a North Carolina A&T State University, já está em andamento e apresenta resultados preliminares inéditos e passíveis de publicação. O estudo traz a oportunidade de maior entendimento sobre os mecanismos de ligação molecular assim como 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.

IR – Instituto de Química/USP (Brasil) – Estudo composicional de nano-ilhas de Formiato de Chumbo via nano-imagem IR e nano-FTIR Síncrotron.

Cristais de Formiato de Chumbo são estruturas com interessantes propriedades ópticas como a geração de luz azul quando bombeado por lasers de IR. Tais cristais são produzidos depositando-se um filme nanométrico de chumbo em um substrato e expondo este filme a uma solução de ácido fórmico. Propriedades morfológicas dos cristais formados estão diretamente relacionadas ao processo de corrosão. Esta pesquisa visa investigar propriedades morfológicas e químicas de nanocristais de formiato de chumbo em função do processo de corrosão via AFM e nano-FTIR. Pouco se sabe sobre a segregação de chumbo no interior destes cristais e medidas ópticas de banda larga de IR poderão trazer informações com resolução melhor que 50 nm sobre a variação de índice de refração no interior dos cristais e conseqüentemente poderão trazer informações sobre sua composição. Medidas preliminares já demonstraram o potencial da técnica no estudo de ilhas cristalina isoladas do formiato mostrando ao menos três níveis distintos de sinal de espalhamento de IR dentro das ilhas. Os dados estão sendo analisados e um novo experimento está sendo planejado.

IMX – Aplicações biológicas de tomografia por contraste de fase na linha IMX do LNLS.

O objetivo do presente projeto consiste em montar um setup experimental para realizar experimentos explorando a modalidade contraste de fase em amostras biológicas e realizar experimentos teste em amostras-padrão. Várias técnicas de imageamento por contraste de fase foram desenvolvidas recentemente. Uma delas é interferometria por grades, que foi convertida com sucesso para trabalho com fontes laboratoriais de raios-X e adicionalmente permite a obtenção de imagens quantitativas.

IMX – CTBE – Micro tomography of sugarcane biomass to investigate internal structures

Micro tomografia de raios X fornece novas possibilidades para a caracterização de microestruturas de materiais lig-nocelulosic. Imagens tridimensionais adquiridas mostrarão características anatômicas da cana-de-açúcar, como também alterações devido o esmagamento da mesma. A não invasividade é a principal característica de micro tomografia, o que torna esta técnica única para caracterização direta da morfologia de intrapartícula. Finalmente, alterações morfológicas no bagaço devido ao tratamento com ácido ou dilignification básica também serão investigadas.

IMX – CEPETRO – micro tomografia no estudo preliminar de rochas

Os testes preliminares serão realizados em rochas de carbonato, arenito e estromatólitos para verificar se a imagem gerada pelo equipamento permite estudos mineralógicos, morfológico, estruturais e petrofísicos da rocha. Amostras deverão ser

pré-tratadas com diferentes pressões estáticas e serão tomadas imagens para determinar se é possível observar mudanças na estrutura de poros da rocha.

2.4 Parcerias Tecnológicas e Institucionais

Em consonância com as demandas por equipamentos, dispositivos e sistemas especiais e complexos para a construção do acelerador Sirius, a FAPESP e a FINEP lançarão um edital especial para o desenvolvimento, por empresas paulistas, de produtos; processos e serviços inovadores, visando a construção do novo anel acelerador Sirius do Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, projetado para ser uma das mais avançadas fontes de luz Síncrotron do mundo. O edital visa também apoiar empresas sediadas no estado sobre importantes problemas em ciência e tecnologia que tenham alto potencial de retorno comercial ou social.

A Tabela 2.1 a seguir apresenta os desafios do projeto pelas empresas potencialmente parceiras para o atendimento dessas demandas. Essas empresas aguardam a publicação do referido edital e ainda não possuem a parceria formalizada através de contratos.

A FCA Brasil e o LNLS: A FCA Brasil foi uma empresa prospectada a partir de indicações de engenheiros e físicos dentro do universo científico no Brasil. 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, candidatou-se ao desenvolvimento das demandas do LNLS, para se desenvolver e entregar as câmaras metálicas em ultra alto vácuo para o booster, anel e linhas de transferência. A empresa deverá buscar financiamento e entregar um protótipo ao LNLS, com uma consultoria externa para auxiliar os processos em andamento com o laboratório. Possui clientes em universidades e centros de pesquisa onde tem aplicação clara dos produtos demandados pelo projeto Sirius.

Demanda / Desafio		Empresa Potencial
1	Câmaras Metálicas para Ultra Alto Vácuo	FCA Brasil
2	Monitores Fluorescentes	Equatorial Sistemas
3	SBC + PUC	PHI Innovation
4	Fabricação, Montagem e Testes Placas Eletrônicas	Omnisys Engenharia
5	Eletrônica Detector Posição de Fótons	Omnisys Engenharia
6	Fontes de Corrente de Alta Potência	Omnisys Engenharia
7	Fontes de Corrente de Baixa Potência	Atmos Sistemas
8	Módulo de Regulação Digital de Fontes	Macnica DHW
9	Dispositivo de Microfocalização	Luxtec Sistemas Ópticos
10	Sistema de Focalização KB	Opto Science
11	Cerâmica dos BPM's	Engecer Cerâmicas
12	Detectores de Raio X	Equatorial Sistemas

Tabela 2.1: Apresenta-se, de modo sucinto, descritivo do status da relação dessas empresas com o LNLS.

A Equatorial Sistemas e o LNLS: 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. Através da assinatura de contrato de confidencialidade, um Non Disclose Agreement (NDA), forneceram-se 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 Phi Innovation e o LNLS: Uma empresa de pequeno porte com DNA de desenvolvimento e especializada em projetos de soluções em sistemas embarcados para equipamentos eletrônicos, a PHI Innovation foi atraída também pelo Workshop Parcerias Sirius para o desenvolvimento em conjunto com a equipe de Controle, do LNLS, das Peripheral Unit Control (PUC) e Single Board Computer (SBC). Receberam alguns desenhos esquemáticos, layouts e pré-projetos, realizaram reuniões com sua respectiva diretoria e a equipe de controle do LNLS. Atualmente busca se capacitar para atender à demanda do desenvolvimento para o projeto e a partir disso produzir as placas.

A Omnisys e o LNLS: A empresa Omnisys Engenharia, empresa 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 através do convite da AIAB (Associação das Indústrias Aeroespaciais do Brasil) para o Workshop Parcerias Sirius e candidatou-se ao desenvolvimento e fabricação, montagem e teste das placas eletrônicas; fontes de correntes, bem como a eletrônica de detectores de posição de fótons. Realizou cinco visitas técnicas e comerciais para tratativas e entendimento dos desafios, contando, em uma destas reuniões, com a presença de seu presidente e o diretor do LNLS. É uma empresa que possui larga experiência na comercialização de soluções que observou nas fontes de corrente do Sirius oportunidade de mercado, pois são similares às desenvolvidas para radares.

A Atmos Sistemas e o LNLS: A Atmos sistemas, empresa especializada também 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 mercados citados anteriormente, ganhando visibilidade no mercado de aceleradores. Possui um corpo técnico capacitado para atendimento dos requisitos das fontes de baixa potência demandada pelo projeto Sirius.

A Macnica DHW e o LNLS: Empresa representante de fabricantes como Altera, Silicon Labs, Greenliant e outros, a Macnica DHW executa projetos com lógica programável, com foco em tecnologias HPC, dispositivos ethernet, PCIe, PLC e outros. A empresa

aproximou do LNLS via Workshop Parcerias Sirius e após se candidatar ao desafio Módulo de Regulação Digital de Fontes, realizou diversas reuniões com integrantes do grupo de Eletrônica de Potência (ELP) do LNLS. Como parte do métier da empresa, os reguladores digitais de fontes têm grande aplicação no mercado das fontes e também darão à Macnica visibilidade no mercado de aceleradores, assim como capacitá-los para reguladores de fontes de alta potência.

A Luxtec Sistemas Ópticos e o LNLS: 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. Através de seu diretor, realizou algumas visitas ao LNLS e a partir desses encontros foi elaborado um projeto de pesquisa para construir dispositivos através de equipamentos capazes de fabricar ópticas para raios x, mono e multicapilares, a partir de vidros. O projeto também aguarda o lançamento do edital conjunto FAPESP/FINEP para alocar recursos e produzir óptica moldadas a partir de cilindros e bocas de vidro, conforme projeto da lente de raio x especificado para o projeto Sirius.

A Opto Science in Sight e o LNLS: 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 aproximou do LNLS, realizou três visitas técnicas e uma visita com a presença do diretor para tratar valores de possíveis contratos. O diretor científico do LNLS também visitou a empresa em São Carlos, SP. Pretendem 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-se 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. Ela também aguarda o lançamento do edital FAPESP/FINEP para buscar recursos possíveis para capacitá-los a realizar esses desenvolvimentos.

A Engecer Cerâmica de Alta Tecnologia e o LNLS: A Engecer Cerâmica de Alta Tecnologia 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 fez o perfeito entendimento do desafio Cerâmica dos BPM's e atualmente busca se capacitar ao 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 do projeto Sirius. 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 aproximar do mercado de aceleradores de partículas.

A Voxxel Consultoria de Sistemas e o LNLS: Desde o final de 2013 uma parceria foi iniciada entre a Voxxel Consultoria de Sistemas e o LNLS. A Voxxel é uma empresa com foco no desenvolvimento de projetos CAD de Feasibility, estudos de layout, modelamento e detalhamento de peças? pretende através de reuniões periódicas, entender e desenvolver as cabanas das estações experimentais. 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, e 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.

Parcerias Consolidadas

Entre as parcerias já consolidadas para a construção do acelerador, como foi citado em matéria apresentada no jornal Valor Econômico, em 30 de janeiro de 2014, destaca-se a WEG como fornecedora dos eletroímãs para curvatura do feixe de elétrons, que ao todo somam-se aproximadamente 1.200 unidades. Com contrato assinado desde Abril de 2013, a empresa iniciou os desenvolvimentos entregando protótipos do quadrupolo e das corretoras do booster. Esses foram aprovados e liberados para a produção.

Estão em fase de estudos os sextupolos e dipolos do booster. A partir desse entendimento, a empresa vai desenvolver os quadrupolos, corretoras e dipolos do anel de armazenamento, com parâmetros mais apertados de dimensão e montagem. A empresa espera também explorar os resultados obtidos por todos esses desenvolvimentos e fabricações, pois existe boa aplicação de mercado para essa tecnologia.

O LNLS cooperou no trabalho de entendimento científico do processo e do desenvolvimento da estrutura cristalina e amorfa de fibras de UTEC para a Braskem, explorando a ótima correlação de estrutura/morfologia de um fio gel e xerogel. Em outras palavras, no desenvolvimento de fios polimérico de alta densidade com diversas aplicações, como por exemplo, a construção de coletes à prova de bala.

O trabalho foi concluído ao longo do primeiro semestre de 2014 e atualmente o LNLS aguarda que a Braskem faça o pedido de patente para o INPI (Instituto Nacional de Propriedade Intelectual).

Projeto Labweb, a Petrobras e o LNLS: 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 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.

O cronograma físico também foi alterado em função de melhores entregas. Toda a parte de desenvolvimento básico, tanto do sistema de controle, como dos sistemas de operação remota já foi realizada. A fase atual segue pela implantação dos dois sistemas em cada uma das linhas e seguirá até o fim do projeto, previsto para mês de outubro desse ano. Considerando apenas as atividades previstas para esse período, elaboramos o planejamento a seguir, separado em duas grandes áreas do projeto:

	2014					
	Maio	Junho	Julho	Agosto	Setembro	Outubro
Reforma Sistema de Controle		DRX		TGM		
			SXS	SGM		
Operação Remota	XRD2	PGM	SXS	TGM	DXAS	
	XPD	XRF	IR	SAXS2	SGM	XAFS2

Figura 2.19: Cronograma de finalização do projeto Labweb II

As linhas SAXS1, XAFS1, XRD1, XRD2, XPD e IMX1 já estão completamente reformadas e com o sistema de operação remota em operação. As linhas SAXS2, XRF, IR1 e PGM já possuem o sistema de controle atualizado e trabalham atualmente no planejamento para a implementação do sistema de operação remota. Por fim, as linhas TGM, SGM e SXS sofrerão reformas nas próximas semanas e o sistema de operação remota, implementado na sequência. Ver status na figura abaixo:

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

■ Operando Remotamente
■ Sistema de Controle Reformado
■ Em Reforma

Figura 2.20: Status do projeto e linhas reformadas.

2.5 Iniciativas de Capacitação e Treinamento

Abaixo segue resumo das informações com relação a seminários e palestras, eventos de capacitação e eventos científicos. Também vale ressaltar os esforços do corpo de especialistas e pesquisadores na supervisão e orientação de estagiários, alunos de iniciação científica, mestrado e doutorado e pós-doutorado.

2.5.1 Seminários e Palestras

No primeiro semestre de 2014 foram realizados no LNLS 16 seminários com convidados externos, nas diversas áreas de atuação, tais como novos desenvolvimentos em detectores, aplicações de Síncrotron em geociências, simulação modelar computacional em bionanotecnologia, dentre outros.

Da mesma forma, foram realizados também 15 seminários internos ministrados pelas equipes de Engenharia e Científica para discussões específicas, bem como sobre desenvolvimentos para o projeto Sirius.

2.5.2 Eventos de Capacitação

Eventos Satélites: Em sequência à Reunião de Anual de Usuários (RAU), foram realizados eventos paralelos de capacitação para a comunidade usuária de Luz Síncrotron, chamados eventos satélites que ocorreram respectivamente nos dias 13 e 14 de março 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 de dados obtidos. Portanto, esta escola tem como objetivo ensinar os fundamentos de SAXS, com aplicações em sistemas biológicos (proteínas).

Várias ferramentas já foram desenvolvidas e, hoje em dia, amplamente utilizadas para pré-analisar, bem como modelar os dados de SAXS.

Dentro deste contexto, a terceira escola de SAXS foi destinada e contou com a participação de 22 alunos-pesquisadores que investigam estados conformacionais de proteínas, especialmente estrutura terciária e quaternária. 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 em aspectos teóricos e experimentais sobre espectroscopia de raios-x duros, seguido de um dia de palestras e tutoriais em análise de dados e exemplos de aplicações no campo de catálise. Participaram 30 pessoas no dia 13/03 e 22 participaram no dia 14/03/14.

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. Igualmente possibilitar discussões nestas áreas no que diz respeito ao planejamento sobre o que pode ser feito para a nova fonte de luz Síncrotron brasileira, projeto Sirius. O Workshop contou com 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 as áreas de Ciências da Terra e Ciências Ambientais. Esteve endereçado também a áreas estratégicas que são de relevância para as comunidades brasileiras e internacionais, bem como que podem beneficiar através da experiência de profissionais reconhecidos nestas áreas de pesquisa. Este Workshop envolveu a participação de 35 pessoas.

Treinamento de EPICS/Python/CSS

Na semana de 26 a 30 de maio, o grupo de Software de Operação de Linhas de luz (SOL) ofereceu uma nova rodada do treinamento EPICS/Python/CSS. O treinamento foi uma reedição do treinamento passado, realizado em setembro/2013, baseado em aplicações de rotina de software de controle nas linhas de luz. O treinamento introduziu os principais conceitos das ferramentas utilizadas intercalando seções teóricas e práticas. O treinamento foi ministrado pela equipe interna do grupo SOL e contou com a participação de 25 funcionários.

2.5.3 Eventos Científicos

RAU

A vigésima quarta Reunião Anual de Usuários do LNLS (24a RAU) foi realizada no período de 11 e 12 de março de 2014 contando com a participação de 170 pesquisadores usuários do LNLS. Foram apresentados trabalhos científicos e realizados debates com os usuários inclusive no que diz respeito as novas linhas de luz para o Sirius.

2.5.4 Orientação e Supervisão

O LNLS recebeu 36 estagiários para realização de atividades em suas instalações, por meio do Programa Unificado de Estágios do CNPEM. Destes, 20 provinham do ensino superior e 16, do ensino médio.

Além disso, o LNLS tem em seu quadro 18 bolsistas que desenvolvem suas atividades de pesquisa no LNLS. O LNLS contou com bolsas de pesquisa financiadas por FAPESP, CNPq e CAPES. As bolsas concedidas 7 bolsas de doutorado, 4 bolsas de mestrado e 7 bolsas de iniciação científica.

2.6 Infraestrutura, operação e melhorias técnicas

2.6.2 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. No primeiro semestre de 2014 foram fornecidas 1.651 horas de feixe para usuários da fonte de luz Síncrotron, sendo 1.601 horas dentro do período de 1.648 horas programadas.

A programação de feixe para usuários em 2014 sofreu uma redução com relação aos anos anteriores. A redução de cerca de 10% 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. Nove semanas de estudos de máquina foram programadas para 2014. A maior incidência de finais de semana prolongados, devido

aos feriados nacionais, fizeram com que o tempo total de feixe durante o primeiro semestre fosse menor que o que será oferecido no segundo semestre deste ano.

Quanto à utilização da Fonte de Luz fora de turnos para usuários foram realizadas, entre Janeiro e Junho, cerca de 350 horas de estudos de máquina e 300 horas de manutenção. Houve um aumento de 60% nas horas de estudos de máquina e uma redução de 30% no período utilizado em manutenções e novas instalações. O maior número de horas de estudos de máquina tem como pano de fundo os estudos preparatórios para o Sirius, seja para testes dos programas de modelamento da máquina, seja para testes de sistemas como o de correção de órbita rápida e de supressão de instabilidades pacote-a-pacote.

A confiabilidade da fonte no primeiro semestre de 2014 ficou em 97.2%, mostrando uma ligeira queda com relação a igual período de 2013 (97.6%), mas cumprindo plenamente a meta de 95% pactuada para 2014. A queda de confiabilidade decorre de falhas que levam a quedas do feixe de elétrons ou a atrasos na entrega do feixe nos períodos de injeção. A confiabilidade da fonte ficou acima do pactuado durante todos os meses, mas houve um aumento significativo no número de eventos de queda de feixe em 2014. Foram 26 eventos de queda contra 16 em igual período de 2013. Falhas no fornecimento de energia elétrica foram a principal causa de quedas do feixe, respondendo por cerca de 30% do tempo total de falha por queda de feixe. Entretanto, em número de eventos, falhas em fontes de corrente que alimentam ímãs da rede magnética do anel de armazenamento foram as principais causas de perda do feixe de elétrons. Falhas em fontes de corrente e nos sistemas hidráulicos dos aceleradores responderam por 21% cada no tempo total de falhas por queda de feixe.

Os maiores atrasos na entrega do feixe tiveram como principais causas problemas no sistema de sincronismo que comanda o processo de injeção de elétrons e duas paradas emergenciais para o abastecimento do criostato do wiggler supercondutor com hélio líquido. Desde 2013 houve um aumento significativo no consumo de hélio líquido. Uma reforma do equipamento, a ser realizada por especialistas do Instituto Budker (Novosibirsk, Rússia), foi agendada para Janeiro de 2015. O aumento da incidência do número de falhas nos equipamentos são, 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 quadropolos 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.

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 implementadas foram solucionados.

Desenvolvimentos na Fonte de Luz Síncrotron e Subsistemas: Não foram realizadas grandes intervenções na fonte de luz neste primeiro semestre de 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 de feixe fornecido aos usuários. Assim, muitas das atividades realizadas no período visaram refinar as condições de operação dos sistemas instalados em 2013, com especial atenção às interfaces entre esses sistemas e os operadores da fonte. Este foi o caso das redes de controle e do 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*), em alguns aspectos similar 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 ondulator 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 uma medida rápida 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.

Várias sessões de estudos de máquina foram utilizadas para a caracterização de dois 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 conseqüente 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 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). Nos últimos anos várias fontes de luz passaram a fornecer turnos no modo baixo-alfa para usuários interessados nessa faixa do espectro. 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 de Fluorescência e Absorção de Raios-X

XRF: No primeiro semestre de 2014 foram iniciadas as atividades para implementação dos modos de aquisição convencional bem como de mapeamento rápido usando o software DXP-EPICS de controle da placa digital xMAP da empresa XIA. O modo convencional já está funcional sendo que as atividades para implementação do segundo modo continuam em andamento. Foram desenhadas, fabricadas e montadas novas adaptações (ver figura abaixo) para incluir um segundo detector de fluorescência nos experimentos associados a micro tomografia por XRF (XFCT).

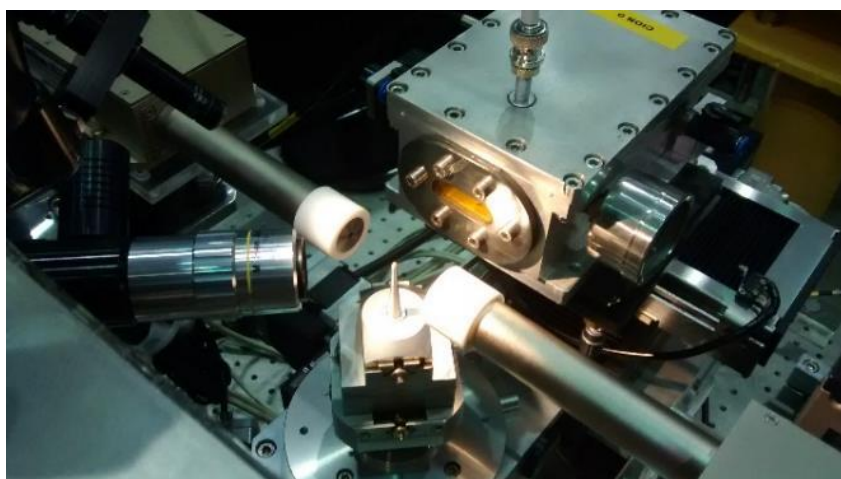


Figura 2.21: Foto do novo arranjo experimental de micro tomografia por XRF (XFCT).

XAFS2: XRD e XAFS combinadas para o estudo de materiais sondando a longo e curto alcance (Esse projeto foi tema de trabalho de um estudante do programa Bolsa de Verão sob orientação do pesquisador Santiago J. A. Figueroa). O presente projeto se propôs realizar um trabalho de instrumentação com o objetivo de adaptar a linha de luz XAFS2 para realizar medidas de forma combinada com as técnicas de estrutura fina de absorção de raios X (XAFS) e difração de raios X (XRD), com o intuito de realizar caracterizações in situ sob condições operando em um único experimento, em uma mesma linha de luz, otimizando assim o tempo de medidas e observando o material nas mesmas condições experimentais.

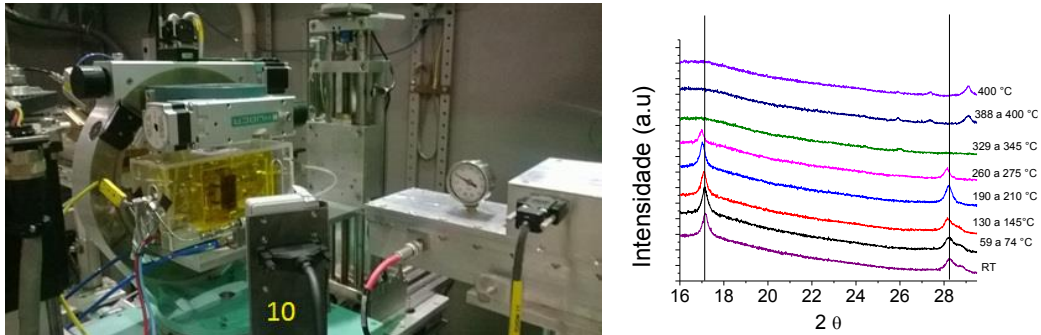


Figura 2.22: A esquerda: a montagem final da linha para os experimentos com o detector Mythen fixado no braço 2Theta. A direita: Difrátogramas do Mg_2CoH_5 ao longo tratamento térmico *in situ*, onde é possível observar presença das fases tetragonais $\beta\text{-Mg}_2\text{CoH}_5$ e cúbica $\gamma\text{-Mg}_2\text{CoH}_5$

Para comprovar a viabilidade da instrumentação quanto a sua funcionalidade e sua importância científica, 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 microreator capilar. Foram feitas medidas consecutivas de XAFS e em seguida medidas de XRD, onde estas últimas foram obtidas utilizando-se o detector Mythen. Com os dados de um espectrômetro de massas foi acompanhada a dessorção de gases a modo de ver o comportamento do sistema em condições operando. Foram analisados os resultados de absorção da região de XANES na borda K do Co, onde foram observados deslocamentos no espectro de absorção com o aumento da temperatura, que são características de alterações no estado de oxidação. Com os dados de XRD acompanhamos a mudança da fase tetragonal do hidreto ($\beta\text{-Mg}_2\text{CoH}_5$) para a fase cúbica ($\gamma\text{-Mg}_2\text{CoH}_5$) com o deslocamento dos picos de difração e estima-se obter uma fase intermetálica Mg_2Co para temperaturas a partir de 400°C . Os resultados obtidos com o espectrômetro de massas indicaram um máximo de liberação de H_2 para a temperatura de 250°C . Próximo a esta temperatura foi observada um aumento em E_0 , provavelmente indicando um aumento no estado de oxidação. 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 e sendo esta liberação associada a H_2 intersticial.

XDS: Instalação de uma mesa ótica para experimentos de XAS. 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 mesa ótica de $1,80 \times 1,20 \text{ m}^2$ dedicada à

instalação de montagens experimentais para experimentos XAS (Figura 2.23). Com isso, além de disponibilizarmos espaço e condições adequadas aos experimentos XAS e 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. Além disso, a mesa fornece suporte para equipamentos adicionais durante os experimentos de difração, e.g., tubos de vácuo, fendas, etc.

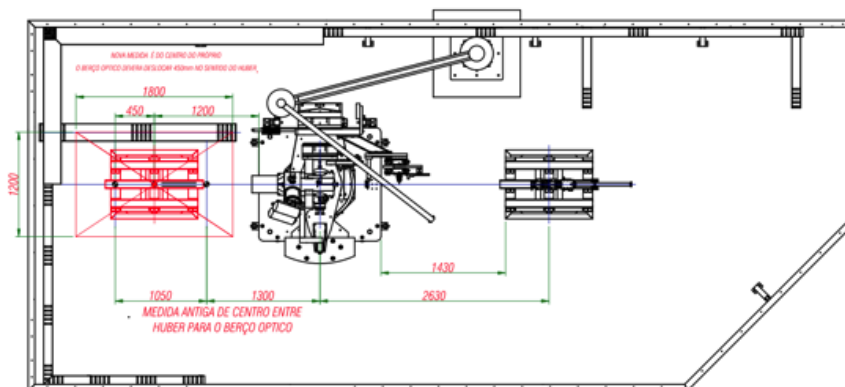


Figura 2.23. (Acima) Projeto da instalação da mesa óptica (em vermelho) na cabana experimental da linha XDS e (Abaixo) foto do equipamento já instalado, durante experimentos.

XPS: Melhorias: O detector chaneltron do sistema foi substituído, pois estava se deteriorando muito rapidamente dando indicio de fim da vida útil. Um novo detector foi instalado para melhorar a qualidade dos espectros e diminuir o tempo de aquisição de dados.

Publicação fruto desse equipamento por colaboração de pesquisa interna com um grupo da UFSCAR: "Effect of Cu content on the surface and catalytic properties of Cu/ZrO₂

catalyst for ethanol dehydrogenation". I.C. Freitas, S. Damyanova, D.C. Oliveira, C.M.P. Marques, J.M.C. Bueno. *Journal of Molecular Catalysis A: Chemical* **381** (2014) 26–37.

Neste trabalho o efeito do teor de cobre na superfície de catalisadores para conversão de etanol em acetato de etila foi estudado utilizando a técnica de XPS. A seletividade para diferentes produtos de reação foi correlacionada com as propriedades eletrônicas dos catalisadores e a maior seletividade para o produto desejado foi atribuída aos sítios de íons O^{2-} e à distribuição heterogênea de espécies de cobre, estudadas por XPS.

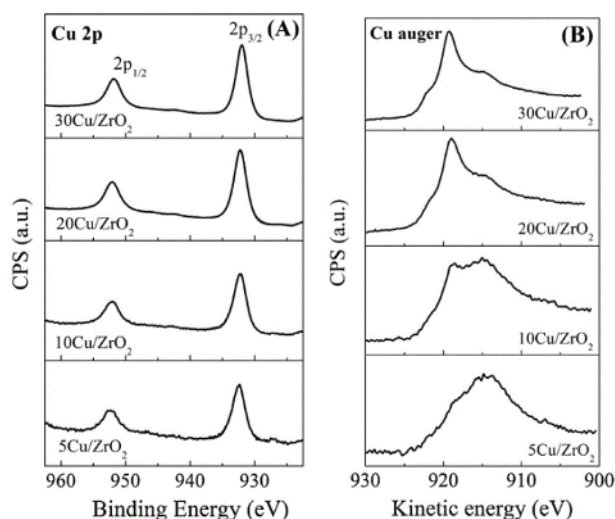


Figura 2.24: XPS da região Cu 2p e Cu Auger das amostras de Cu/ZrO₂

Laboratório de altas pressões: Nos últimos anos temos tentado 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. Na última semana conseguimos realizar os primeiros experimentos de dicroísmo magnético circular sob pressão na linha DXAS como na figura abaixo. Esses experimentos só são realizados em cinco laboratórios Síncrotron de terceira geração no mundo. Mesmo com dificuldades e limitações houve sucesso em implementar no LNLS, já obtendo alguns resultados preliminares, como disposto abaixo.

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”.

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 de forma inovadora no mundo para experimentos de dicroísmo magnético para sondar propriedades

eletrônicas de materiais actinídeos 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.

2.6.3 Linhas de Luz de Difração de Raios-X

Dentre os principais destaques de novos desenvolvimentos e melhorias das linhas de difração podemos citar:

XRD2: Acessórios desenvolvidos para adaptação das dimensões do novo difratômetro colocado à disposição da comunidade de usuários neste semestre:

- 1) Sistema de Rotação de Amostra (por Amanda, projeto de Douglas)
- 2) Sistema de Ambiente de Amostra (por Amanda, projeto de Douglas)

Experimentos não convencionais que exigiram maior tempo de preparação:

- 1) Sérgio Morelhão (convidado). Instalação do cryojet para experimento tentativo de varredura no espaço recíproco em monocristais de amostras biológicas.
- 2) Marcelo Honnicke (proposta 16169). Instalação e integração da placa de comunicação da câmera CCD do Carlos Perez na linha XRD2. Instalação do Hyppie e IOC para controle EPICS da câmera.
- 3) Rafael Oliveira (proposta 16026). Instalação espelho defletor e cuba de Langmuir para experimento piloto de GID em superfície líquida.

Projetos novos:

- 1) Testes com detector strip usando 5keV para medir primeiro e terceiro harmônicos simultaneamente.

XRD1: No início de 2014, o abrigo dos 24 detectores lineares (Mythen 24K) foi aberto para realizar-se uma adaptação que permitisse que He gasoso preenchesse todo o abrigo. Essa adaptação foi realizada com o acompanhamento de um técnico da Dectris (fornecedor do equipamento) e foi bem sucedida, a menos do fato de um dos detectores ter sido danificado. A troca do detector danificado ainda não foi realizada.

- 2) Foi trocado o caminho de vácuo do feixe incidente.
- 3) Foram investidos vários turnos de instrumentação para a calibração dos detectores Mythens 24K para difração de pó. Embora tenhamos chegado a um estado ótimo de

calibração, após cada uso do feixe pela XTMS, precisamos recalibrar os Mythens. Ainda não se sabe por que esta de calibração ocorre. De qualquer modo, a recalibração atualmente é relativamente rápida (poucas dezenas de minutos).

5) O robô foi operacionalizado para utilização dos usuários da XRD1.

6) Um novo caminho de vácuo foi construído para o trajeto do feixe difratado até o detector (Mythen 1K). Alguns testes realizados mostraram uma melhora significativa na qualidade dos difractogramas.

XPD: Houve a motorização dos componentes óticos da linha de luz (espelho e monocromador), bem como do difratômetro passaram para PowerPack e SoftPack, novo padrão de controle de movimento das linhas. Além disso, todo controle da linha XPD está em EPICS, inclusive os detectores. A modificação ocorreu com sucesso e agora a linha está apta a implementação do sistema de operação do experimento de maneira remota, chamado de Labweb.

Houve também a instalação de cabine para armazenar cilindros de gases para os experimentos *in situ* realizados na XPD. A cabine foi instalada do lado de fora do *hutch* experimental e uma tubulação de aço inox fará o transporte do gás até a cela de reação instalada no difratômetro. Esta instalação poupará tempo para a montagem dos experimentos *in situ*, além de torna-los mais seguros, pois é uma instalação fixa e dedicada para os gases. A montagem completa e operação estão previstas para o segundo semestre de 2014.

2.6.4 Linhas de Luz de Espectroscopia de Ultravioleta

TGM: Está sendo implementada a automatização do filtro de harmônicos da linha TGM. O filtro de harmônicos consiste na injeção de gases inertes na linha de luz e um sistema de bombeamento diferencial. A automatização se realizará no sistema de injeção dos gases e acionamento de uma bomba turbo. Após a implementação do projeto, os usuários poderão controlar a injeção dos gases na linha remotamente e com total segurança, tanto para o usuário como para a linha de luz devido à comunicação de todo o sistema com o interlock da linha, assim evitando possíveis acidentes. A implementação do sistema deve estar concluída até dezembro de 2014.

Foi realizada também a recentemente a troca de uma das grades do monocromador da linha TGM expandindo o limite inferior de energia da linha de 7 eV para 3 eV, aumentando assim a versatilidade das técnicas implementadas na linha e abrindo a

possibilidade da utilização de novas técnicas. Foi também motorizado o manipulador de troca de grades, facilitando a alternância entre as 3 grades disponíveis diretamente pelos usuários. A nova grade já se encontra funcional e será em breve disponibilizada para os usuários. Haverá também a instalação de um manipulador com uma janela de MgF_2 (em processo de compra) que servirá como um filtro de harmônicos para energias entre 5 – 10 eV. A grade já será disponibilizada para usuários no 2º semestre de 2014, e o processo de troca automatizada deve ser concluído até dezembro de 2014.

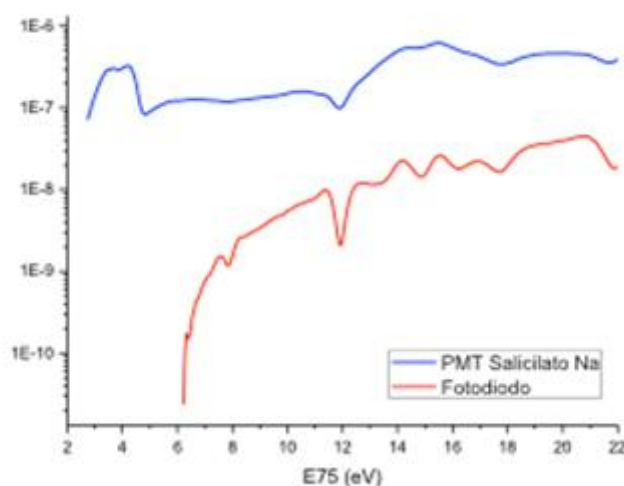


Figura 2.25: Espectro de energia da linha TGM com nova grade de difração (75l/mm), comparando a eficiência do fotodiodo (AXUV100) e PMT (Hamamatsu 928) com cintilador de salicilato de sódio.

Atualmente está sendo realizado o upgrade de toda a eletrônica da linha TGM trocando-se controladores, motores, fontes, etc. Desse modo a linha terá sua operação controlada em EPICS e todos os componentes eletrônicos serão reorganizados e checados. Ao final dessa reforma espera-se que a linha possa ser controlada remotamente. A reforma está planejada para terminar no dia 26 de Agosto de 2014.

Está sendo estudado um sistema para controle em tempo real do posicionamento do feixe de luz, aumentando assim a estabilidade em posição, energia e intensidade do feixe. Em primeiro momento, foi implementada uma estação de monitoramento entre a fenda de entrada e o monocromador e da linha de luz. Em um segundo momento haverá a implementação e teste de detectores de quadrante para a localização precisa do feixe de luz e a elaboração de um software para correção de posição do feixe por acionamento dos motores dos espelhos.

PGM: A linha PGM permaneceu fechada para usuários durante os primeiros meses de operação de 2014 a fim de receber a atualização do sistema de controle. A antiga configuração, baseado no sistema LOCO foi trocada pelo sistema comercial adotado como padrão no LNLS (PXI, National Instruments). Isso acarretou troca de diversos componentes eletrônicos e cabeamento de motores e sinais. Além disso, o software de controle da linha também foi atualizado para utilizar a plataforma EPICS.

Utilizando recursos SIRIUS e FAPESP, em 2013 foi comprado um sistema extremamente completo de preparação e caracterização de amostras composto por: i) analisador de elétrons para ARPES; ii) câmara de crescimento por epitaxia de feixe molecular (evaporação); iii) câmara de crescimento por laser pulsado (ablação); iv) microscopia de varredura (de tunelamento e força atômica); v) sistema de ultra-alto-vácuo para transferência entre as diversas câmaras e a linha de luz; vi) 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. Um exemplo de resultado obtido é a visualização de vórtices magnéticos em micro discos de permalloy (figura 2.26). Este foi o primeiro resultado no microscópio de emissão de fotoelétrons utilizando a polarização circular disponibilizada na linha U11-PGM.

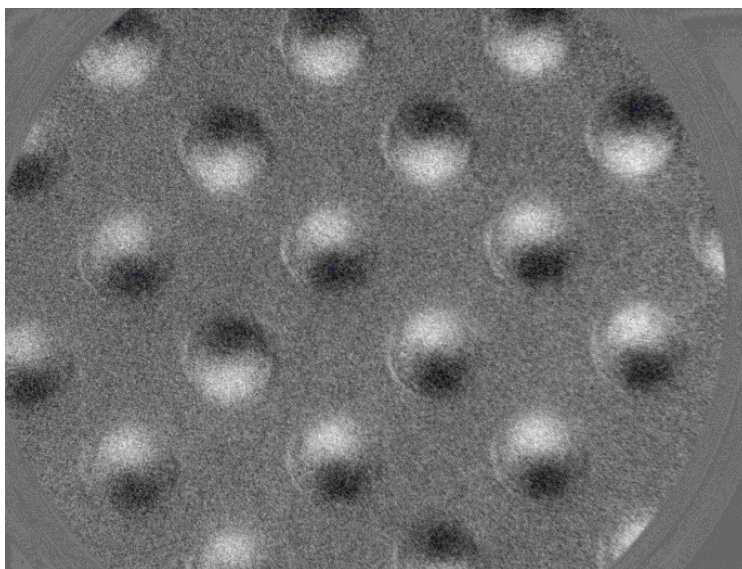


Figura 2.26: Imagem obtida por microscopia de emissão de fotoelétrons em uma matriz de discos de permalloy. Cada disco tem 3 microns de diâmetro e 40 nm de espessura. O campo de visão da imagem é de 30 microns. Percebe-se um contraste claro/escuro em cada disco devido à configuração de vórtice dos momentos magnéticos no plano do disco. O contraste foi obtido empregando radiação

circularmente polarizada. Amostra realizada por litografia pelo grupo do Dr. Flávio Garcia, Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas, Rio de Janeiro.

2.6.5 Linhas de Luz de Espalhamento de Raios-X

SAXS1: Ambas as linhas de SAXS passaram por melhorias significativas no primeiro semestre de 2014. Na linha SAXS1, os scripts de controle da linha 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 da amostra. Durante os primeiros meses do ano, os scripts foram testados, estão sendo aperfeiçoados e ainda passarão por melhorias nos próximos meses. Além disso, um redimensionamento da cabana ótica foi realizado (Figura 2.27). Esse redimensionamento se fez necessário visto que as pequenas variações de temperatura no hall experimental do LNLS ocasionavam mudanças drásticas na posição e intensidade do feixe. Dessa forma, a cabana ótica foi toda reestruturada e coberta com o objetivo de manter o feixe estável ao longo das medidas.



Figura 2.27: Visão externa e interna da nova cabana ótica da linha SAXS1.

Os sistemas para troca automática de amostras líquidas bem como o cromatógrafo foram recebidos em Março. O sistema está sendo testado e comissionado para que as adaptações necessárias sejam realizadas e que os equipamentos sejam instalados e comissionados na linha SAXS1. Em um projeto paralelo, um novo porta amostras está sendo idealizado e prototipado. Esse porta amostras será utilizado em conjunto com o sistema de troca automática de amostras líquidas bem como o cromatógrafo e resultará em ganho de tempo e qualidade devido ao baixo background demonstrado nos primeiros testes. Além disso, o sistema de aquecimento da linkam está sendo adaptado para amostras contidas em capilares (primeiros testes já programados) bem como um novo suporte para o detector de WAXS está sendo idealizado com o intuito de otimizar o setup experimental já existente.

SAXS2: Na linha SAXS2, os esforços foram todos voltados à finalização da migração do sistema de controle da linha para EPICS. No final do segundo semestre de 2013, começou a migração do sistema de controle que estava previsto para terminar no primeiro semestre de 2014. Com essa mudança, a linha ficou parada por várias semanas, mas os usuários não foram penalizados pois o tempo utilizado foi retirado do tempo de instrumentação da linha. O sistema novo (mais robusto e seguindo a tendências das linhas mais modernas do mundo) está em funcionamento desde Março de 2014 e alguns pequenos ajustes ainda são necessários como por exemplo a velocidade de varredura das fendas quando o ajuste e alinhamento da linha é realizado. Esses pequenos ajustes devem ser realizados no segundo semestre de 2014. Mesmo com a migração do sistema, que exigiu esforços de toda a equipe, um porta amostras para aplicação de campo magnético foi desenvolvido. Esse tipo de porta amostras é uma demanda dos usuários da linha SAXS2 que resultou em um protótipo (descrito no último relatório) e que, após testes realizados, será utilizado pelos usuários da linha no segundo semestre de 2014. Abaixo, é apresentado um esquema do porta amostras.

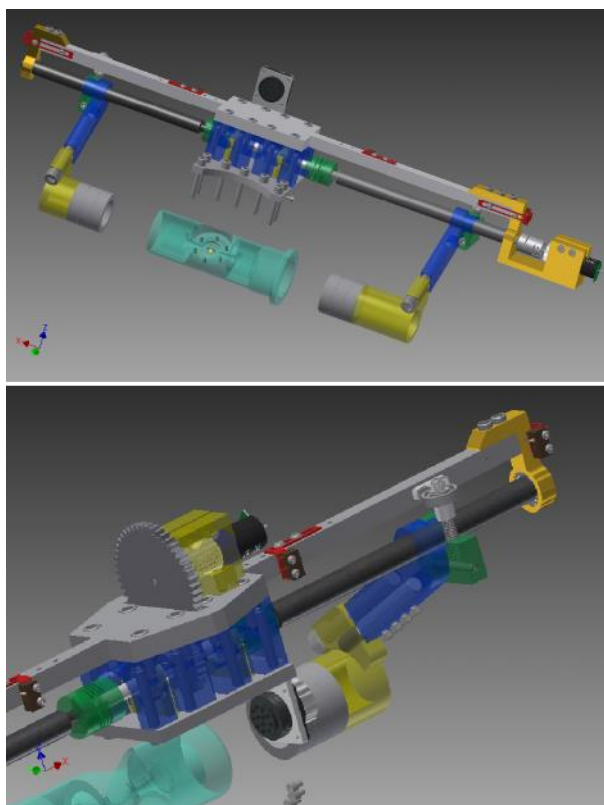


Figura 2.28: Visão geral da montagem do porta amostras para aplicação de campo (imagem superior) e ampliação da parte mecânica do mesmo porta amostras (parte inferior).

2.6.6 Linhas de Luz de Imagens por Raios-X

IR: A primeira versão de shutter da linha IR era horizontal e tinha a opção de bloquear o feixe de forma parcial, como uma fenda. O longo curso horizontal e a falta de apoio exigiam grande força por parte de um servo-motor que controlava o movimento. Com o tempo, o grande esforço exigido danificou o servo-motor e um novo projeto de shutter vertical foi desenvolvido, como ilustrado na Figura 2.29. O novo shutter baseado em pistão pneumático foi construído e instalado no front-end da linha e atua de forma padrão similar aos bloqueios de raios gama do acelerador. A substituição resolveu o problema e o novo shutter encontra-se em operação hoje e servirá de modelo para outros shutters no acelerador Sirius.

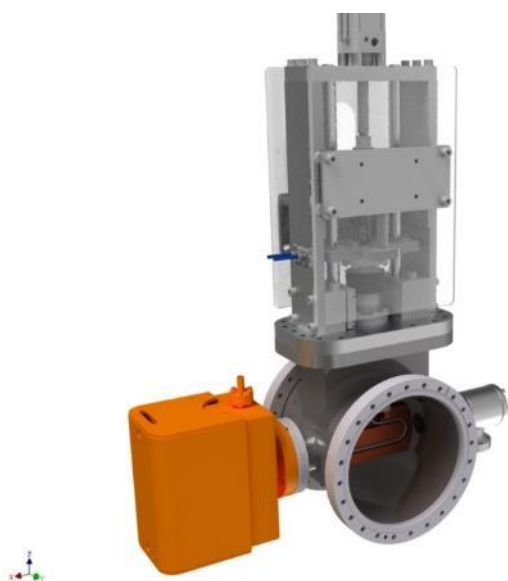


Figura 2.29: Modelo 3D do novo shutter instalado no front-end da linha IR1 no primeiro semestre de 2014.

Ao contrário das típicas estações experimentais de instalações Síncrotron, a cabana da linha de IR não possui função de proteção radiológica e sim como uma segunda camada para isolamento térmica para o experimento de AFM e s-SNOM. Além disso, a cabana possui a função de proteger os elementos ópticos da mesa contra poeira e sujeira em geral. No ponto de vista térmico, a cabana é um isolante térmico ineficiente pois suas paredes são constituídas de chapas metálicas. Sendo assim a resposta térmica da cabana é imediata ao ambiente externo. Por isso foi instalado um sistema de climatização o qual constitui-se de um fancolete que utiliza a linha de água fria do anel de armazenamento e uma resistência para controlar a temperatura. O sistema claramente diminuiu a sensibilidade ao ambiente externo, menor variação de

temperaturas entre dia e noite e também proporciona maior estabilidade períodos de poucas horas.

Em fevereiro de 2014, na ocasião da visita de Adrian Cernescu da empresa NeaSpec, realizamos a substituição do espelho parabólico do microscópio NeaSnom. Na operação trocamos um espelho parabólico de distância focal de 15 mm por um de 11 mm e com abertura numérica 2 vezes maior que anterior. O resultado imediato foi um ganho no sinal óptico do segundo harmônico de até duas vezes.

No experimento de nano-FTIR é essencial que o caminho óptico do feixe esteja livre de moléculas as quais apresentam bandas de absorção na faixa energética do detector. Em geral água e CO₂ são os maiores contribuintes para a presença de bandas de absorção adicionais no espectro da amostra. Para minimizar os efeitos da presença de água e CO₂, o caminho do feixe da linha IR, após o trecho de ultra-alto vácuo, é mantido em uma atmosfera de N₂, um gás que não apresenta banda de absorção IR. Para isso contruiu-se uma caixa para a clausura do N₂ em torno do microscópio, como ilustra a figura 2.30.

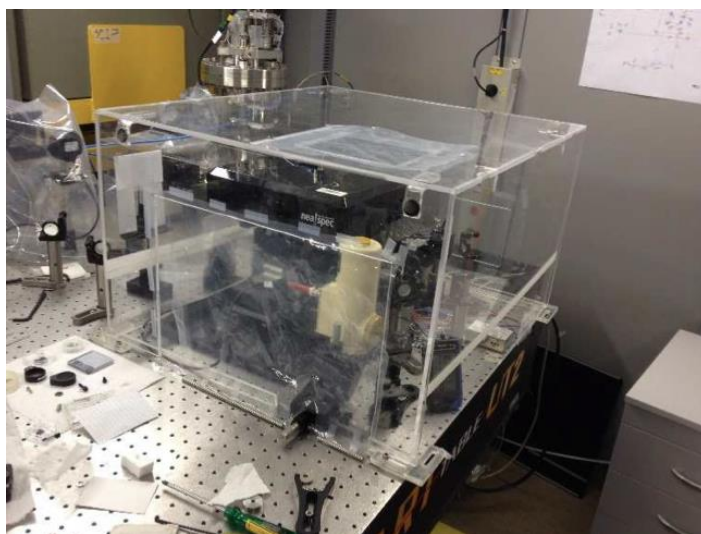


Figura 2.30: Caixa de atmosfera de N₂ do microscópio NeaSnom.

Para troca de amostras, regulagem do espelho de referência, abastecimento do dewar de LN₂ e outras regulagens necessárias para a operação do NeaSnom, foi preciso abrir janelas as quais possuem cortinas de plástico para fácil acesso ao instrumento. Mesmo após a abertura destas janelas, a caixa apresentou um bom nível de umidade relativa (de ~45% do ambiente externo para ~17% dentro da caixa) e também maior estabilidade térmica, um fator que é de extrema importância para a parte mecânica do experimento (AFM). A figura 2.31 ilustra com mais detalhes o desempenho da caixa de N₂ com relação à temperatura, umidade relativa e ponto de orvalho. Tais grandezas foram

avaliadas em um período de 36 horas sem abertura da caixa. Apesar de ainda não apresentar os níveis ideais de umidade relativa e ponto de orvalho dos sistemas comerciais (como o Parker Balston FT-IR Purger Gas Generator, $\text{CO}_2 < 1 \text{ ppm}$, ponto de orvalho $\sim -70 \text{ }^\circ\text{C}$ e umidade $< 1\%$) o resultado é muito satisfatório pelo nível de investimento.

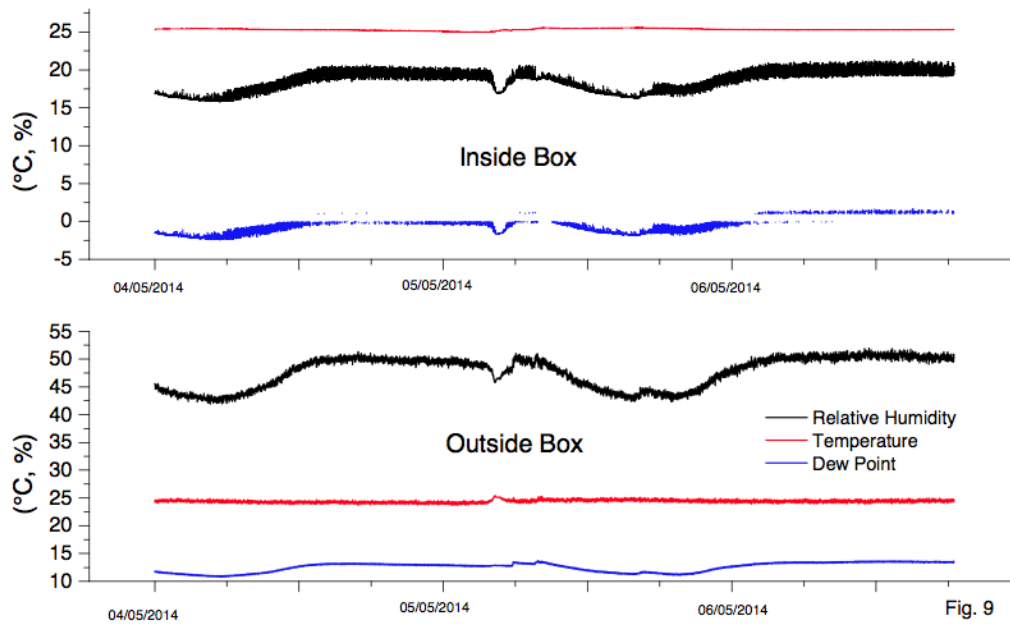


Figura 2.31: Avaliação da temperatura, umidade relativa e ponto de orvalho dentro (top) e fora (bottom) da caixa de N_2 do microscópio NeaSnom.

Para realização de experimentos de fora da cabana experimental e futuramente experimentos remotos, foi necessária a instalação de uma câmera lateral para monitoramento da aproximação amostra-ponta, conforme ilustra a Figura 2.32. A câmera foi instalada no mesmo computador que controla o NeaSnom e pode ser acessada juntamente ao software de controle do microscópio.

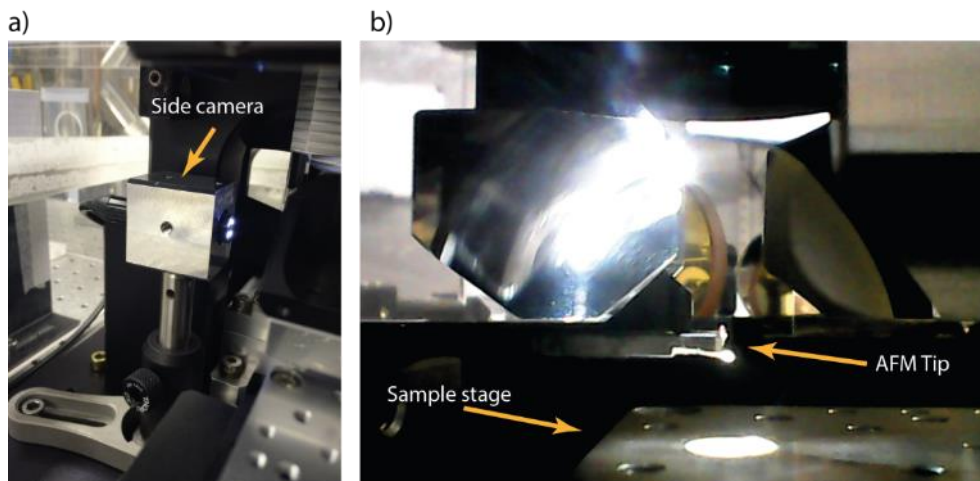


Figura 2.32: a) Câmera CCD instalada na lateral do microscópio NeaSnom para monitoramento da aproximação amostra-ponta. b) Vista gerada pela câmera com indicações da ponta de AFM e estágio de amostras.

A linha de IR possui 5 espelhos em sua óptica primária, sendo 3 deles localizados dentro do anel de armazenamento. O controle dos mesmos é realizado via uma interface desenvolvida em CS-Studio e atua em ambiente EPICS. Nos últimos meses uma houve uma grande demanda no realinhamento desses espelhos e foi necessário o desenvolvimento de um sistema de iluminação para as janelas de observação da câmara dos espelhos e telas giratórias. No detalhe das Figuras 2.6.13, b) e c) encontram-se imagens das câmeras CCDs instaladas para monitoramento dos espelhos e tela de posicionamento do feixe dentro da câmara. Foi realizado também um trabalho de melhoria visual na interface de forma a tornar a operação intuitiva e mais informativa. Figura 2.33, a) ilustra a nova tela de controle do front-end da linha com informações sobre o status de válvulas e opção de abertura ou fechamento do shutter e log de atividades no front-end.

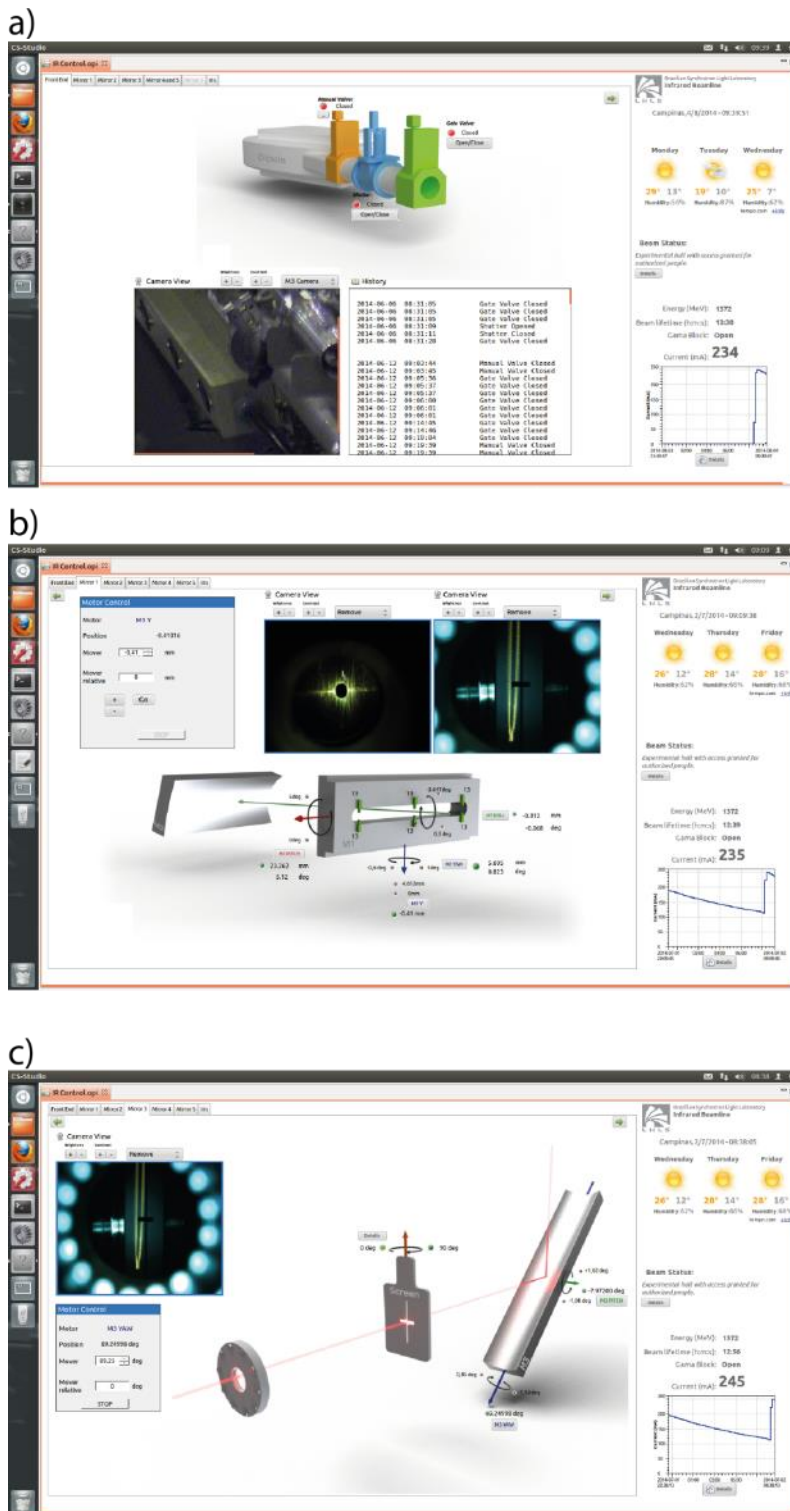


Figura 2.33. Novas telas de controle da linha de IR. a) Front-end da linha indicando status de válvulas e shutter e log de ações. b) Tela de controle do M1 com imagens dos viewports e c) tela de controle do M3 e screen para visualização do feixe.

A linha de IR prevê o estudo de diversos tipos de amostras indo desde semicondutores e outros inorgânicos até amostras biológicas, fósseis, partes de obras de arte raras e

outros objetos sensíveis e frágeis. Por isso construiu-se uma caixa para armazenamento de amostras (Figura 2.34) a qual possui uma atmosfera constante de N₂ com umidade relativa não maior que 10%. A caixa também abrigará as pontas de AFM do microscópio NeaSnom as quais preferivelmente devem ser armazenadas em ambientes livres de umidade. Eventualmente, pequenos elementos ópticos delicados como cristais e espelhos poderão ser armazenados na caixa.



Figura 2.34: Caixa com atmosfera de N₂ para armazenamento de amostras, pontas de AFM e elementos ópticos sensíveis.

IMX: Este projeto envolveu o reposicionamento e integração de novos estágios de translação para os eixos X e Y do sistema. A mudança permitiu um aumento da precisão de posicionamento vertical e lateral da amostra o que aumentou significativamente a resolução das imagens adquiridas durante os experimentos. 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.

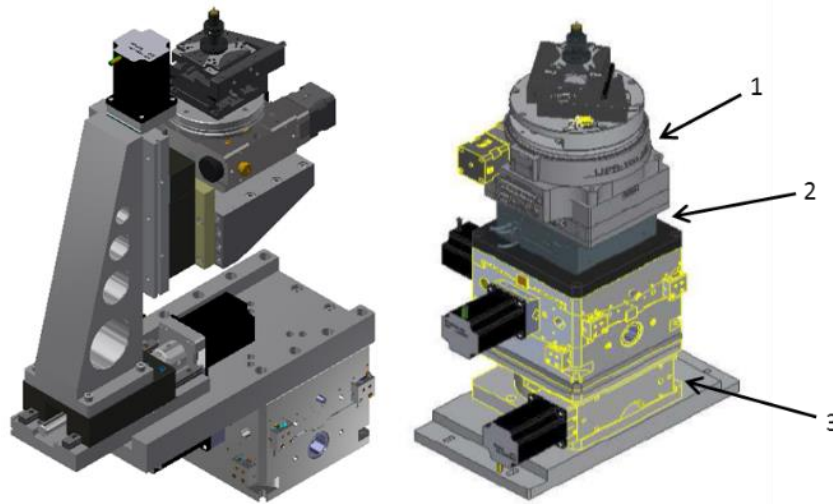


Figura 2.35: Modificações no Sistema de posicionamento da amostra: adição de novos estágios de rotação [1], translação lateral X [2] e vertical Y [3] com nova disposição.

As melhorias incluíram ainda o projeto de adaptação de um slip-ring no estágio de rotação, para permitir tomografias com rotação completa e contínua e em 360 graus o que também melhora a capacidade e eficiência da linha de luz.

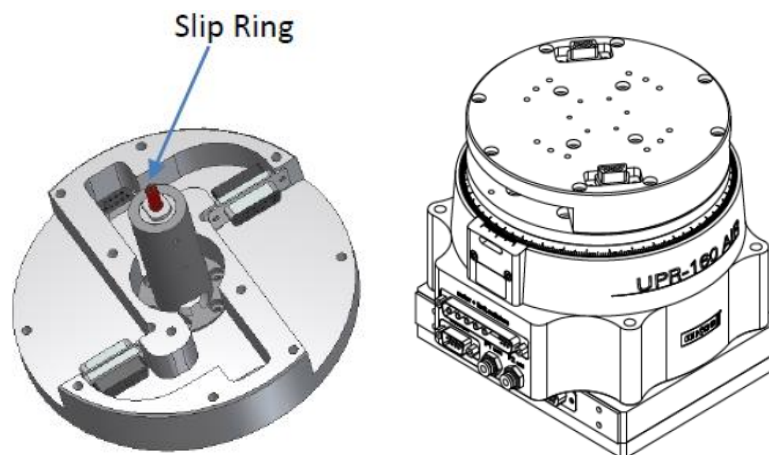


Figura 2.36: Modificações no Sistema de Rotação da amostra: adição de slip-ring para rotação completa.

Nas melhorias no sistema de posicionamento do detector houve a integração de novos estágios de translação vertical e horizontal para aumentar precisão de posicionamento e range de movimentação. Tais modificações abrem caminho para a execução de experimentos com análises em contraste de fase e outras técnicas dependentes da mudança precisa da distancia entre o detector e a amostra. 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.

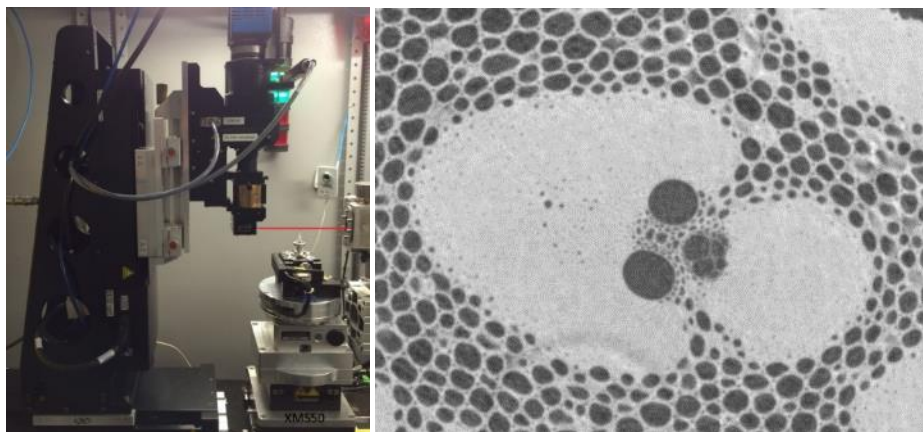


Figura 2.37: Novo sistema de posicionamento do detector (esquerda) e imagem da estrutura de um palito de dente obtida pela técnica de contraste de fase (direita).

Foram adicionados conjuntos de cristais monocromadores de Silício e multicamada RuB₄C para habilitar seleção de intervalos de energia do feixe de raios X. Tal melhoramento permite a execução de experimentos de como a caracterização de materiais e comparação entre a distribuição de diferentes elementos no volume tomografado. Para garantir a estabilidade térmica dos cristais, um banho térmico com controle suficientemente preciso de temperatura foi instalado.

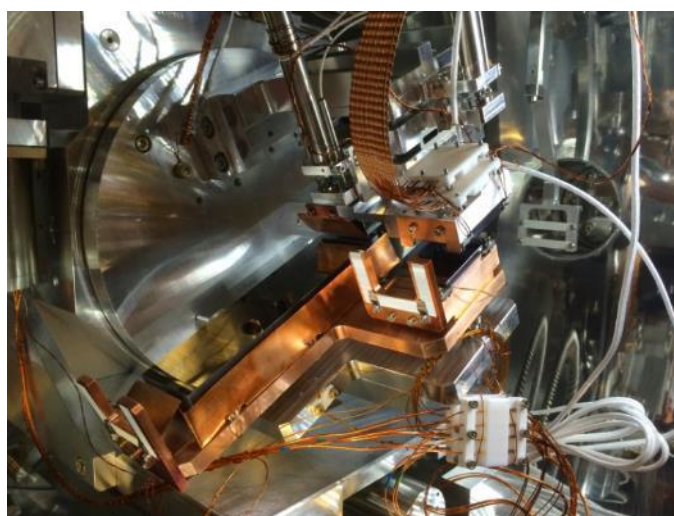


Figura 2.38: Novo monocromador (DMM & DCM) na linha IMX.

2.6.7 Grupos de Apoio

Grupo de detectores: No primeiro semestre de 2014 foram feitos vários testes, comissionamentos e calibrações nos detectores utilizados nas linhas de luz do UVX. A seguir apresentaremos alguns destaques destes testes.

O strip detector (HERMES) está sendo desenvolvido em colaboração com o grupo de detectores do BNL in Brookhaven para difração de raios X.

Foi feito durante o último semestre a caracterização de um módulo: resolução em energia e ruído eletrônico. Também testes em difração com um módulo. 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) está em fase de teste. Teoricamente, com monocromadores feitos de duplos cristais Si 111 (o que é caso da linha XRD2 do Síncrotron UVX nas medidas apresentadas nesse parágrafo), as reflexões de segunda ordem estão proibidas, deixando passar harmônicos a partir da terceira ordem [1]. Precisamos mencionar que a presença do segundo harmônico foi encontrada e explicada pela presença de oxigênio [2] e medida por nosso grupo com o detector Medipix3RX (resultados a ser publicados em 2014 [3]). A figura 39 (esquerda) mostra os espectros obtidos ajustando a energia da linha a 5 keV. Usando uma calibração em energia previa, nós podemos concluir que o feixe tem o primeiro e o terceiro harmônico no caso do espectro de 5 keV. A figura 39 (direita) mostra os sinais de difração obtidos com uma amostra de alumina. Esses sinais são representados em função do vetor de espalhamento $q = 4\pi\sin(\theta)/\lambda$. Seguindo a teoria, os 3 picos da energia principal devem ser presentes nos sinais dos harmônicos, o que é verificado experimentalmente com 15 keV.

Essa técnica tem as vantagens seguintes sobre experimentos clássicos de difração:

- 1) A medida do sinal dos harmônicos é complementar e assim não afeta a medida principal. Ela permite alcançar altos valores de q .
- 2) A medida do sinal da energia principal é corrigida da contribuição dos harmônicos.
- 3) Sabendo que as medidas de harmônicos e as medidas da energia principal são simultâneas, essa técnica evita duas medidas da amostra, o que é geralmente necessário para experimentos in situ com variação de fase função da temperatura ou da pressão por exemplo.

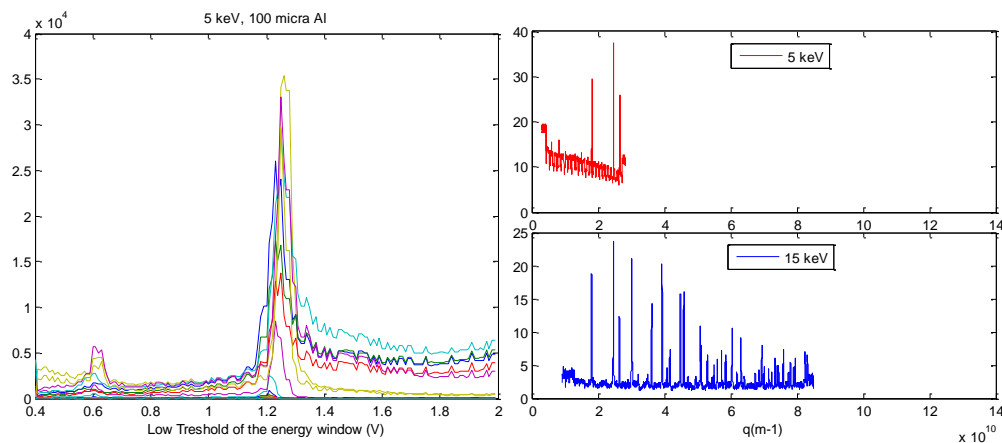


Figura 2.39: Análise do feixe de 5 keV a linha com filtro de Al (100 micrometros) e medidas de difração com o feixe de 5 keV usando o primeiro e terceiro harmônicos

Também foram caracterizados fotodiodos e câmara de ionização usadas para monitorar a atenuação das amostras nos experimentos nas linhas de SAXS.

2.7 O Projeto Sirius

2.7.1 Linhas de Luz

Os principais desenvolvimentos nas linhas dos Sirius são nos projetos conceituais da ótica destas linhas e na criação de protótipos dos principais componentes. A seguir apresentamos alguns destaques dos desenvolvimentos no primeiro semestre de 2014.

Linhas PAINEIRA e CARNAÚBA: Principais atividades neste semestre: avanços nas discussões sobre tipos de monocromadores que serão empregados nas linhas do Sirius e definição da participação do Douglas Araujo, analista de desenvolvimento tecnológico do grupo DRX, no grupo de monocromadores. Contato e discussão geral sobre as características das linhas com a pesquisadora Gema Martinez Criado, responsável pela linha ID15B do ESRF, por ocasião de sua visita ao LNLS.

Linha QUATI: Neste semestre foi finalizado o Conceptual Design Report da linha QUATI bem como os cálculos para simulação do feixe nos componentes ópticos considerando diferentes opções e distribuições dos elementos na linha de luz.

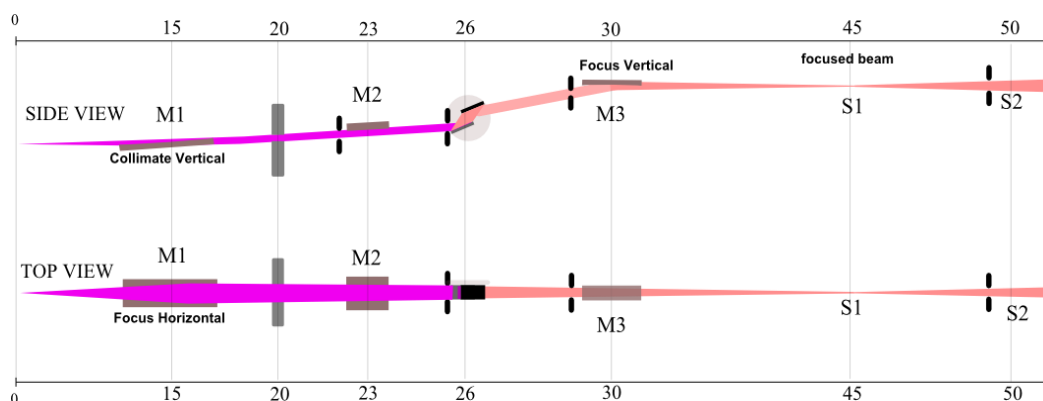


Figura 2.40. Design da linha de luz QUATI (Quick-EXAFS) proposto.

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 estamos estudando soluções alternativas para cobrir a faixa de energia de ultravioleta (entre 5 e 300 eV). Até o momento comparamos 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: SABIÁ é uma linha de luz a ser instalada em um ondulador elíptico na fonte de luz Síncrotron Sirius. Esta 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 espectroscopias 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 re-focalização 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 anel SIRIUS, cujos parâmetros são listados na tabela 2.2

<i>Parâmetro</i>	<i>Valor</i>
Energia	3 GeV
Corrente	350 mA
Emitância ($e_x \times e_y$)	280 x 2.8 pm.rad
Função beta ($b_x \times b_y$)	16.71 x 3.31 m
Dispersão em tamanho $s_x \times s_y$	86 x 54 μm
Dispersão em divergência $s'_x \times s'_y$	32 x 32 μrad

Tabela 2.2: Parâmetros da seção de alto beta do anel SIRIUS, utilizado para cálculo das características do ondulador da linha SABIÁ.

Para ter controle total da polarização sobre a faixa de energia planejada é necessário que o primeiro harmônico do ondulador cubra toda esta faixa (200-1400 eV). Esta condição impõe alguns vínculos nas características do ondulador. A tabela 2.3 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 ondulador. Baseado nestas estimativas preliminares, o período do ondulador deve estar no intervalo de 45-50 mm.

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

Tabela 2.3: máximo valor prático de energia para alguns valores de período do ondulator elíptico da linha SABIÁ.

Utilizou-se o programa SRW do ESRF para simular o fluxo de fótons para onduladores de 3m e diferentes períodos considerando os parâmetros do feixe de elétrons do SIRIUS (tabela 2.3) e energia mínima de 200 eV. Obtivemos fluxo máximo de 3-5 10^{15} fótons por segundo.

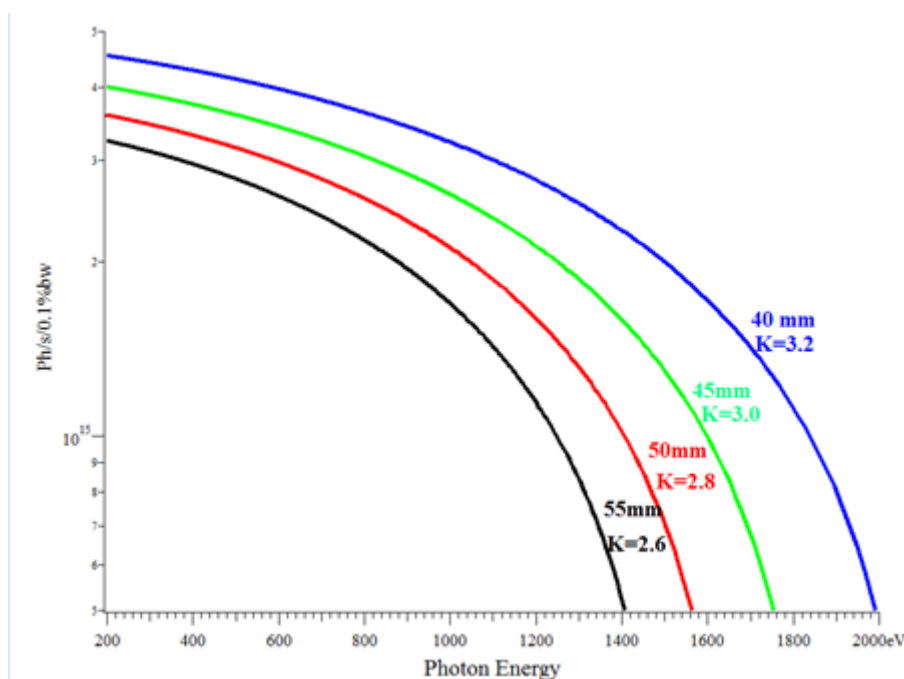


Figura 2.41. Simulação do fluxo de fótons para onduladores elípticos com diferentes períodos para a linha SABIÁ.

A próxima etapa no desenvolvimento desse projeto é determinar o layout básico da linha de luz, incluindo os elementos ópticos de forma aproximada para que 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 de cobrir um intervalo de energia começando em torno 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 ondulator 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 espalhamento inelástico, não é um instrumento comercial (ao contrário da maioria das estações experimentais utilizadas em linhas de raios X moles). Esse é um equipamento que deverá ser totalmente projetado e eventualmente construído dentro das atividades do projeto SIRIUS. Atualmente temos um pesquisador (Dr. Marco Guarise) responsável pelo projeto desse instrumento, para o qual é desejável obter a maior resolução possível. Todavia a resolução é limitada por diversos parâmetros, entre eles o tamanho do feixe que incide na amostra. A otimização desse parâmetro 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 primeiro semestre 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 resolução. Em paralelo, novos cálculos foram realizados e indicaram que será necessário utilizar um caminho de vôo de aproximadamente 20 metros com o objetivo de se estudar células de mamíferos. Foi ressaltado também pelo Dr. Miao que a possibilidade de utilizar um “beam-stopper” semitransparente provavelmente será uma estratégia muito interessante objetivando acessar os “speckles” (espalhamento coerente da amostra) mais próximos do feixe direto possível (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 de desenvolvimento de porta-amostras que ainda hoje é uma limitação muito grande para a técnica. Além disso, o Dr. Sandy ressaltou que desenvolvimento de detectores é, com toda 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 primeiro semestre 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 contará com automação de forma a alocar o maior número de usuários por turno. Isso está alinhado com o já desenvolvido 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 entre 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 IMBÚIA: Um dos fatores mais importantes a serem definidos no projeto da linha IR do Sirius, a IMBÚIA, 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 Figura 2.42, a) apresenta os detalhes dimensionais do trecho reto da IMBÚIA.

Os dipolos B1 do trecho reto da IMBÚIA ainda não possuem função de campo magnético definida e assim criou-se uma função teórica a qual varia o “sharpness” do campo na entrada e saída do dipolo, um fator importante para fontes de radiação de borda. A Figura 2.42 b) ilustra diferentes curvas produzidas pela função “box-car” no detalhe da figura com a variação do fator de “sharpness”. Dentre as opções das curvas, optou-se pelas que defletem o pacote de elétrons seguindo a órbita do trecho. Figura 42 c) ilustra as órbitas produzidas pelos campos para os diversos valores.

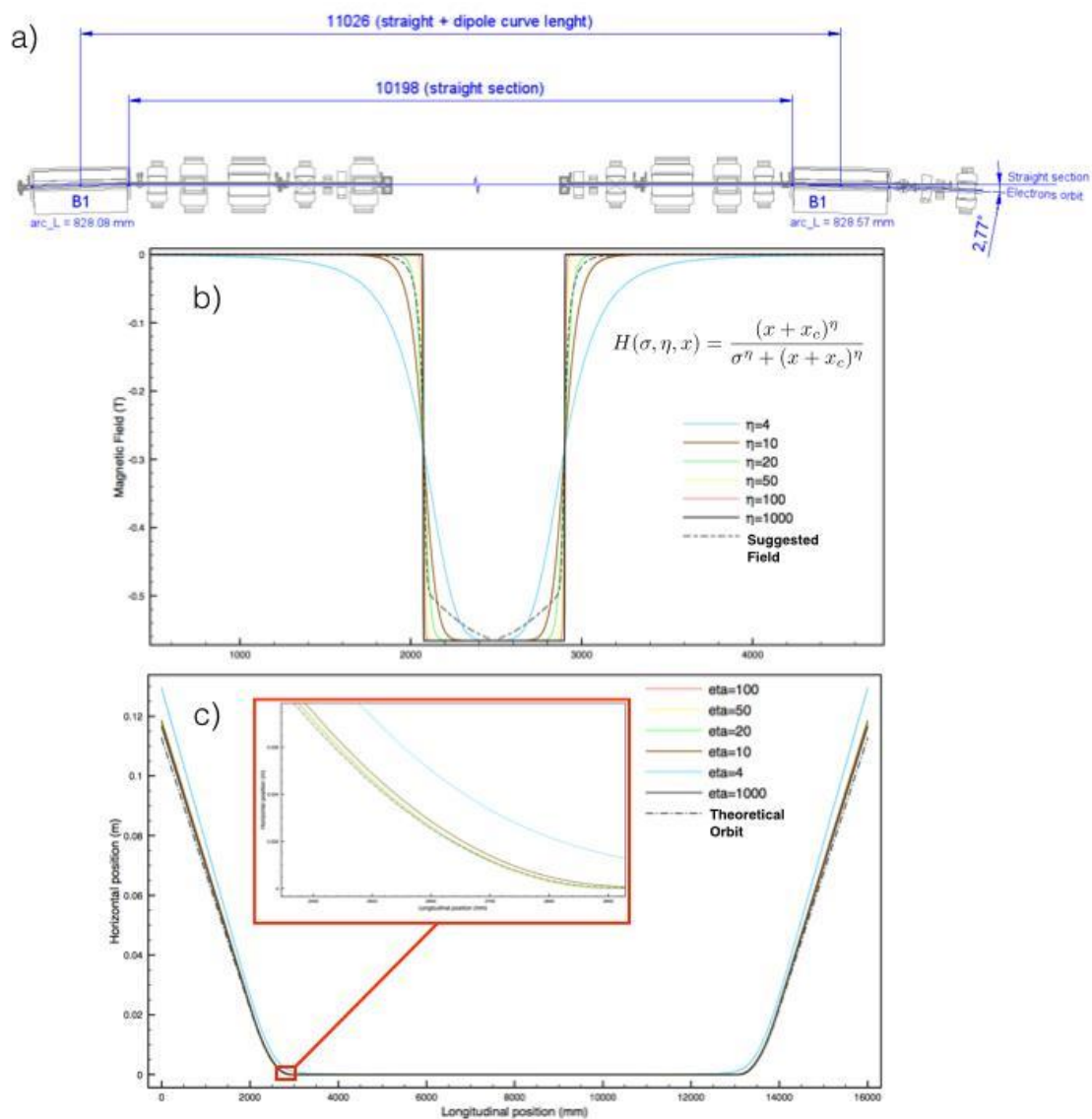


Figura 2.42 a) Trecho reto do Sirius onde será extraída a radiação IR para a linha IMBÚIA. b) Simulação de possíveis funções de campo magnético para os dipolos B1 e c) as órbitas produzidas pelos diferentes campos simulados.

A conclusão é que qualquer valor maior que 20 satisfaz a órbita da máquina. Definida a função de campo magnético nos dipolos B1, calculou-se a intensidade emitida na posição que será colocado um espelho para extração da radiação, como ilustra a Figura 2.42. A radiação de borda apresenta o perfil característico de interferência gerado pelas ondas criadas nos 2 dipolos do trecho e a intensidade integrada da radiação com comprimento de onda de $20\ \mu\text{m}$ em uma janela de $15 \times 15\ \text{mm}^2$ à $200\ \text{mm}$ da saída do dipolo é de $\sim 4 \times 10^{12}\ \text{ph/s}/0.1\text{bw}$. Este fluxo é similar à linha SIMS do laboratório Soleil-Paris, um dos melhores da atualidade.

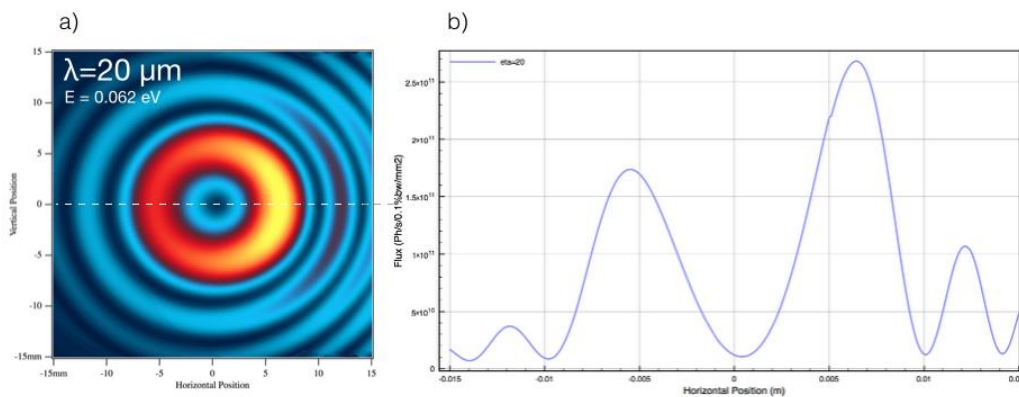


Figura 2.43: a) Janela de observação de intensidade de IR de $20\ \mu\text{m}$ a $100\ \text{mm}$ da saída do dipolo B1 e b) corte horizontal de perfil de intensidade.

Para a extração da radiação, se faz necessário posicionar o primeiro espelho na saída do dipolo, de preferência à $\sim 200\ \text{mm}$ da saída do dipolo B1. Para isso será necessário abrir um rasgo no espelho para eliminar a carga térmica dos raios X. Este espelho não pode ser refrigerado por motivos de vibração e por isso o rasgo é obrigatório. A Figura 2.44 apresenta um mapa de densidade de potência na posição do primeiro espelho. O corte vertical demonstra que mais de 95% da carga térmica se encontra dentro de $0,5\ \text{mm}$. Com isso será construído um espelho com um rasgo de $1\ \text{mm}$ que terá uma margem de segurança em caso de variações na posição do feixe. Com estes primeiros passos foi possível confirmar a possibilidade de construção de uma linha de infravermelho médio com fonte puramente de borda e com fluxo compatível com máquinas referência no campo. Estes cálculos auxiliarão no eventual projeto de uma câmara de dipolo especial para a linha IMBÚIA.

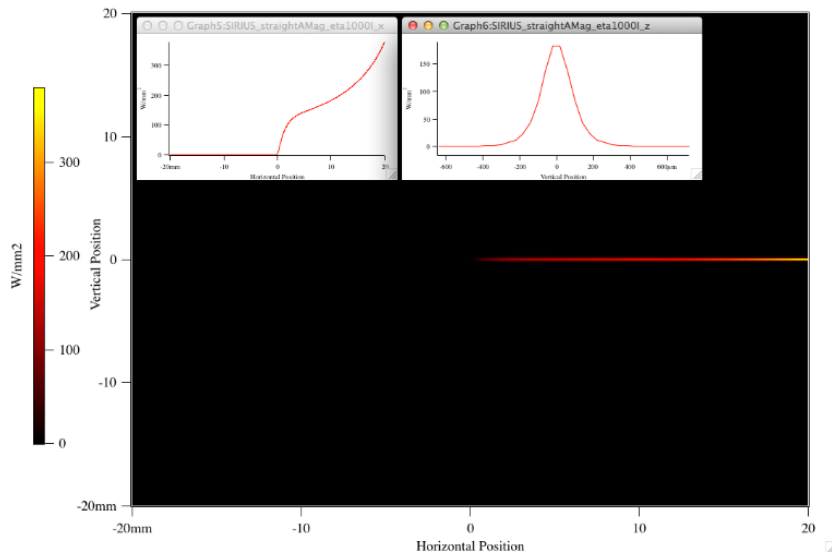


Figura 2.44: Mapa de densidade de potência em janela de observação a 200 mm da saída do dipolo, onde será posicionado o espelho de extração da IMBÚIA. No detalhe cortes horizontal e vertical com perfis de densidade de potência.

Tendo tais cálculos como pontos de partida, é possível fazer uma previsão do layout da linha com as duas cabanas experimentais, uma dedicada à μ -FTIR e outra à nano-FTIR, como a linha em comissionamento no LCLS atualmente. O layout da óptica primária e estações experimentais de μ -FTIR e nano-FTIR da IMBÚIA está ilustrado na Figura 2.45.

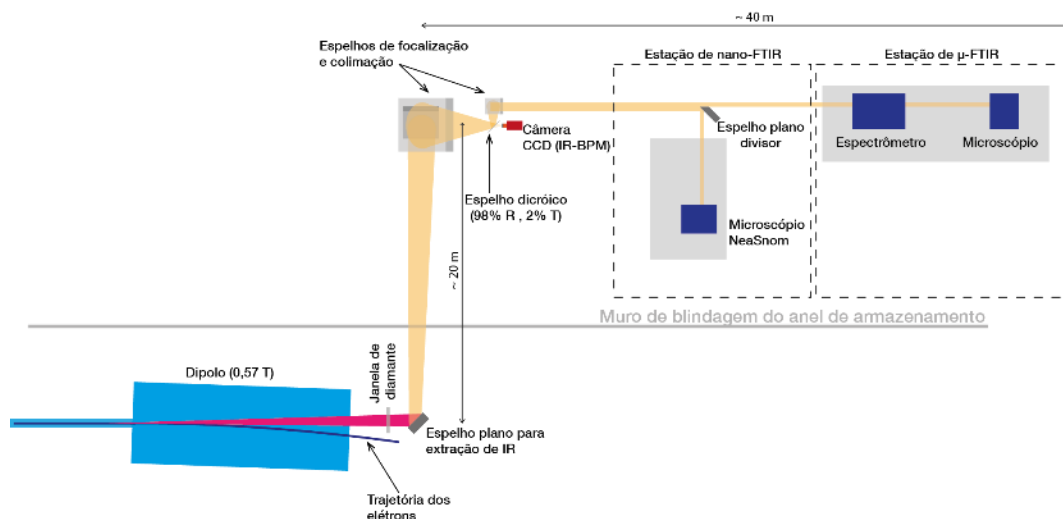


Figura 2.45: Layout da linha IMBÚIA com óptica primária e estações experimentais de μ -FTIR e nano-FTIR.

Linha MOGNO: 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.

Esta 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 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. O layout da óptica primária e estação experimental de μ -CT da MOGNO está ilustrado na figura 2.46.

Faixa de energia (keV)	6-45
Resolução de energia ($\Delta E/E$)	10^{-2}
Conteúdo de Harmônicos	-
Varredura de energia	Não
Tamanho do feixe (FWHM, mm)	30(h) x 2(v)
Divergência do feixe (FWHM,mrad)	0.0(h) x 0.3 (v)

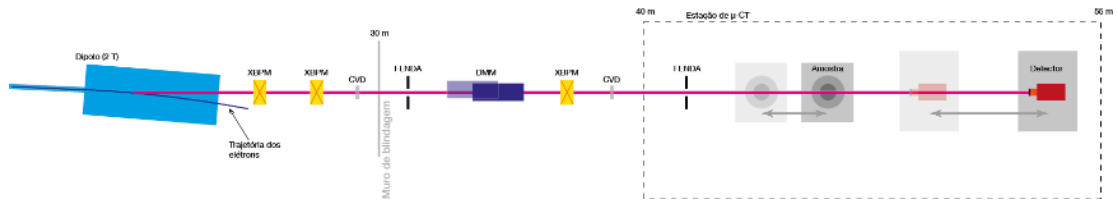


Figura 2.46: Layout da linha MOGNO com óptica primária e estação experimental de μ -CT.

Detectores

Introdução aos detectores Medipix3RX: Os detectores híbridos para detecção de raios X, como o Pilatus e os detectores da família Medipix desenvolvidos no CERN, tem características muito interessantes em termos de razão sinal a ruído e de velocidade de leitura. Eles têm também a possibilidade de ser adaptados a várias energias de feixe, usando sensores de Silício para energias em baixo 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 permitindo a correção por espalhamento das cargas entre os pixels vizinhos, melhorando assim a resolução espacial. Enfim, ele tem uma boa resolução espacial intrínseca, com um pixel de 55 micra.

Desenvolvimento de 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*):

Desenho e realização (pela empresa CADService em Campinas) da placa PCB de leitura tendo como principal componente o FPGA – 100%.

Montagem e testes dos componentes (reguladores de tensão, resistências e capacitâncias), comprados da empresa Digi-Key (US) – 100%.

Desenvolvimento do firmware (do FPGA na placa de leitura) – 100%.

Desenvolvimento do software em EPICS para controle dos chips, leitura e processamento de dados - 80%.

Desenvolvimento de algoritmos para tomografia com Medipix3RX: Algumas características dos circuitos analógicos e digitais dos ASICS são responsáveis por uma

relação não linear entre a medida e fluxo incidente. Uma dessas características é a largura dos pulsos dos fótons individuais diretamente relacionada com o tempo morto do sistema, o qual é responsável pelo efeito de empilhamento. Em tomografia, as dispersões pixel-a-pixel dessas características são responsáveis por artefatos em forma de anéis na imagem reconstruída, além de erros quantitativos nos coeficientes de atenuação reconstruídos. Embora os principais métodos de correção desses anéis são puramente matemáticos, nossa estratégia consistiu em desenvolver um método baseado na calibração do tempo morto para ser capaz de remover esses anéis e ao mesmo tempo restaurar os coeficientes de atenuação quantitativos. O nosso método de correção é baseado numa calibração do tempo morto de cada pixel do detector mapa associado a uma correção iterativo dos sinogramas. Os resultados da correção com um detector Medipix3RX ASIC com sensor de 300 micrometros de silício apresentaram melhorias quantitativas de reconstruções de amostras adquiridas na linha de feixe tomográfica do Síncrotron (LNLS). Um exemplo é dado na Figura 2.47. Esse método foi apresentado num congresso.

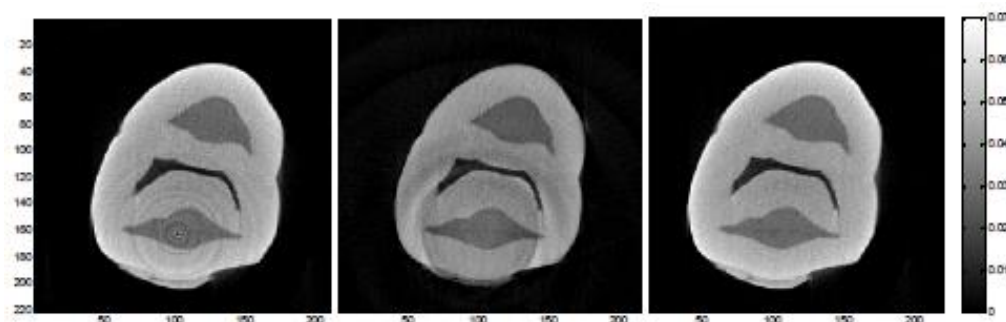


Figura 2.47: Reconstruções tomográficas de um dente (molar de adulto) na linha de imagem IMX do Síncrotron UVX. Esquerda: sem correção – Centro: com “state-of-the-art” correção dos anéis

2.7.2 Aceleradores

O Projeto Sirius apresentou diversos avanços e resultados na fonte de luz Síncrotron no primeiro semestre de 2014, destacando-se:

Câmaras de Vácuo do Anel de Armazenamento: Foram desenvolvidos procedimentos de limpeza e decapagem para as câmaras de cobre do Sirius que fazem uso de soluções químicas menos agressivas e permitem a obtenção de uma qualidade superficial (rugosidade média $Ra < 0,5 \mu\text{m}$) adequada para o posterior recobrimento com o filme fino NEG. Paralelamente, o processo de deposição do filme NEG vem sendo melhorado para as diferentes câmaras de vácuo do anel de armazenamento do Sirius para que se

obtenha máxima eficiência dos filmes no que diz respeito à velocidade de bombeamento do gás residual das câmaras.

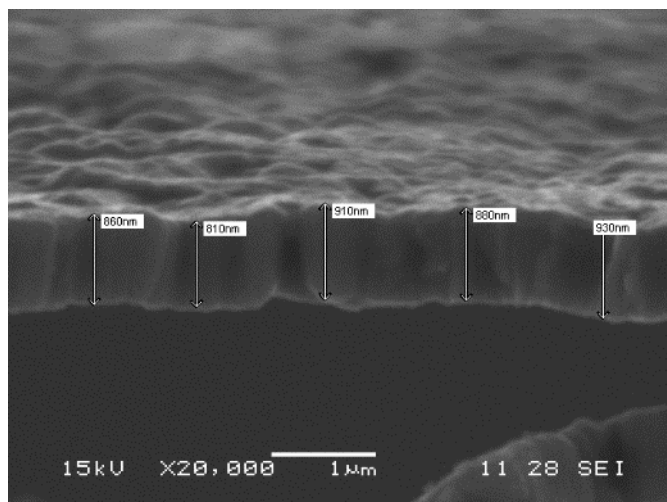


Figura 2.48: Micrografia de eletrônica de filme fino NEG depositado em cobre

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.



Figura 2.49: Primeiro protótipo de Câmara de Dipolo do Booster

Magnetos do Booster: Foram concluídos os projetos de todos os eletroímãs do Booster do Sirius. Já recebemos o lote piloto das corretoras e protótipos dos quadrupolos fabricados pela WEG que foram caracterizados pelas técnicas de bobina girante e mapeamento Hall. As ferramentas de estampagem das lâminas para os demais eletroímãs (sextupolos e dipolos) já foram fabricadas.

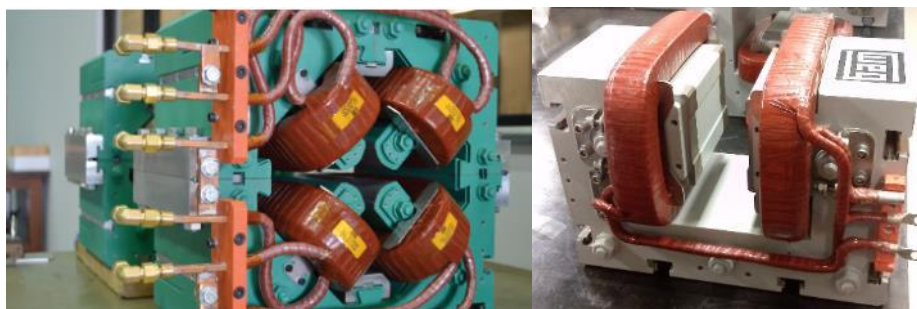


Figura 2.50: Quadrupolo (à esquerda) e corretor do Booster fabricados pela WEG

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.

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. Ele deve ser projetado de modo a não amplificar vibrações porventura 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, ele precisa ser facilmente posicionando com precisão da ordem de $\pm 30\mu\text{m}$. Em 2013, projetamos diferentes versões de berço, pedestais e mecanismos de alinhamento do berço. Em Janeiro de 2014, foram entregues 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 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 foi de 354 Hz, muito próxima do valor calculado de 355,9 Hz. No segundo semestre de 2014, serão realizados testes com os magnetos montados sobre o berço e testes de estabilidade dimensional em longo prazo. Em paralelo, será estudada a possibilidade de fabricação do berço pelo processo de fundição, que melhoram as propriedades de atenuação de vibração e de estabilidade mecânica.

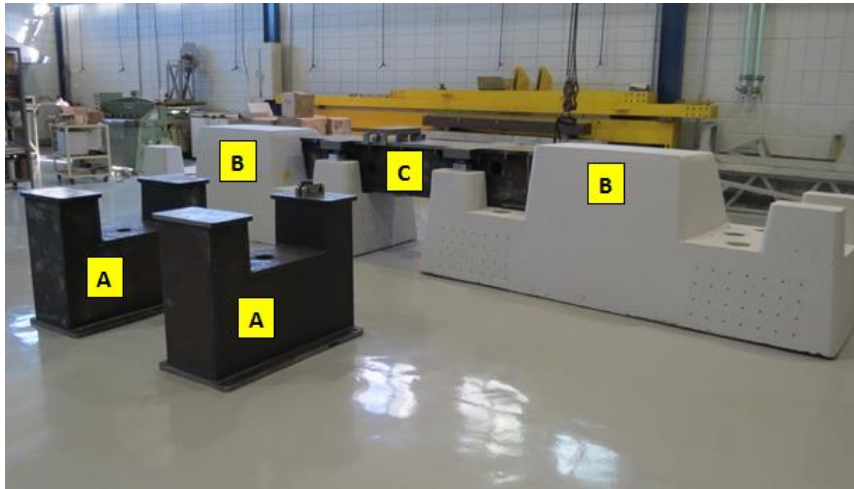


Figura 2.51: Protótipo do Sistema de Posicionamento do Anel. A – Pedestais de Aço Soldado, B – Pedestais em Concreto, C – Berços

Magnetos Pulsados: No primeiro semestre de 2014, foi realizada a montagem da eletrônica de potência pulsada e a montagem do magneto do kicker de injeção no Booster. Posteriormente, será desenvolvido o processo de caracterização magnética desse magneto e serão verificados os resultados obtidos.



Figura 2.52: Kicker de Injeção do Booster durante a Caracterização Magnética

Sistema de RF: O projeto conceitual das torres amplificadoras do Booster foi concluído. Todos os componentes de RF serão encomendados para montagem de uma torre amplificadora piloto para o Booster.

Fontes de corrente para eletroímãs: No primeiro semestre de 2014, foram construídas 2 unidades do 1º protótipo de fontes de corrente de baixa potência, com características de saída de $\pm 10A/10V$, que poderão alimentar, entre outros magnetos, as bobinas corretoras de órbita. Esses protótipos estão em teste. As primeiras unidades do Sistema de Regulação Digital, que haviam sido construídas no final de 2013, foram testadas isoladamente e serão testadas com estas fontes. Quanto às fontes DC de alta potência, foi construído um 1º protótipo de $225A/22,5V$, que será usado para caracterização de eletroímãs. Por fim, o 1º protótipo das fontes do booster ($130A/10V/2Hz$) foi entregue e está sendo usado na caracterização dos quadrupolos do Booster – uma segunda unidade foi testada em bancada e será montada em seu gabinete ainda em 2014.

Sistema de diagnóstico de feixe: Em março de 2014 foram realizados testes comparativos dos primeiros protótipos das eletrônicas de monitores de posição de feixe (BPM) em um anel de armazenamento da universidade de Stanford (EUA). Durante os testes no laboratório SSRL (Stanford Synchrotron Radiation Laboratory) foram simuladas condições extremas de operação e conclui-se que os protótipos atendem as especificações de desempenho para o Sirius. Um segundo lote completo de protótipos foi entregue no fim do semestre e permitirá realizar testes de durabilidade dos equipamentos usando para isso a atual fonte de luz Síncrotron do LNLS. Protótipos mecânicos do monitor de posição de feixe para o anel de armazenamento foram construídos em parceria com empresas nacionais e testados com sucesso. Será feito um novo lote com outro fornecedor para fins de comparação.

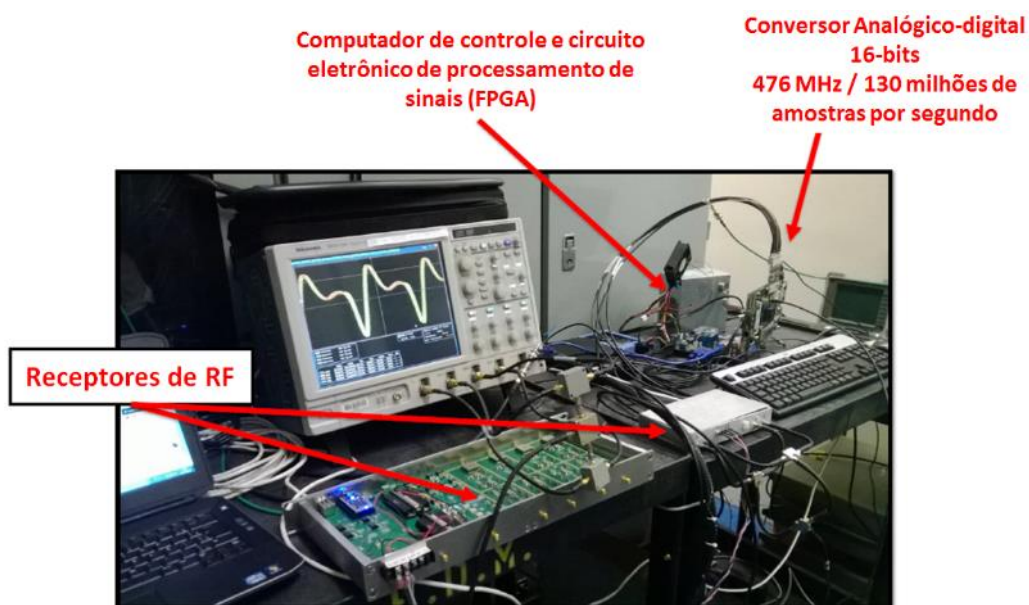


Figura 2.53: Testes da Eletrônica de BPM no laboratório SSRL

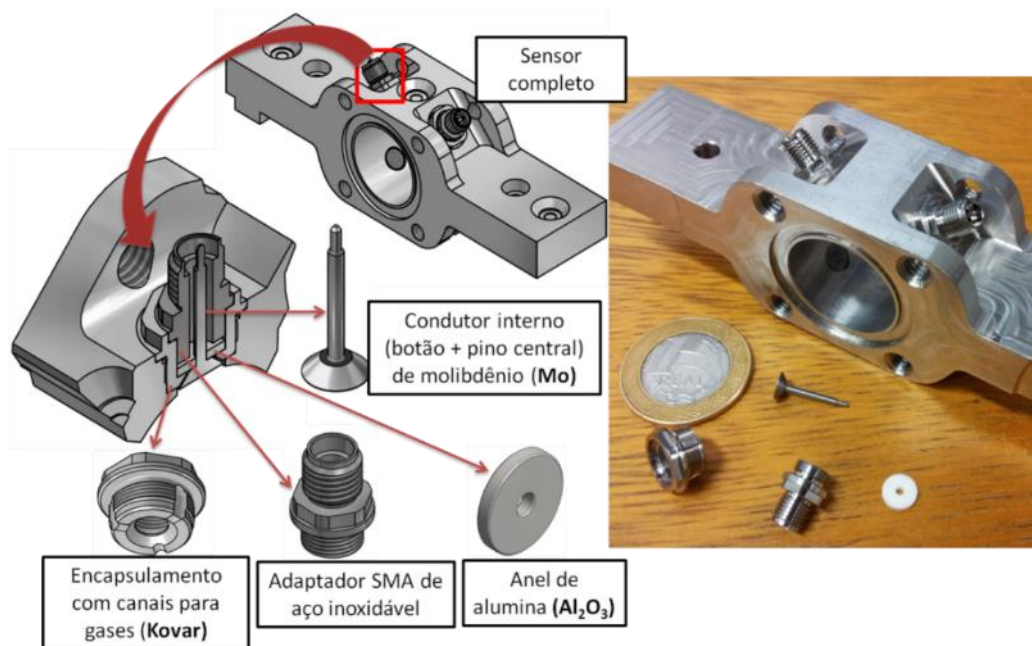


Figura 2.54: Projeto e protótipo mecânico do BPM

Sistema de Sincronismo: No início de 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.

Sistema de Controle: Durante o primeiro semestre de 2014, foram realizados testes finais para seleção dos computadores em placa única (SBC – single board computer) e dos equipamentos de conectividade Ethernet. A escolha para as SBCs foi o modelo BeagleBone Black que é “open-hardware”. Essa placa, executando o sistema operacional Linux, apresentou a melhor relação custo x benefício, quando comparada aos outros modelos testados. Seus processadores auxiliares (PRU – Programmable Real Time Unit) permitiram simular a transmissão de sincronismo com atrasos e jitter adequados à geração das formas de onda de corrente do booster. Em relação aos equipamentos de conectividade, optou-se, até o momento, pelo modelo Arista 7048T, com 4 canais de Fibra Óptica de 10Gbps. 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 do ambiente de trabalho. No caso do Sirius, optou-se 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, abertura no teto e soquetes de alinhamento. Cada grupo do LNLS poderá 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. As calhas elétricas já foram adquiridas e devem ser instaladas em agosto.



Figura 2.55: Estágio atual da montagem do Cruzeiro do Sul

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 alat precisão e estabilidade para caracterização magnética da empresa Kugler. A bancada, composta de um monobloco de granito de 8,0 metros de comprimento, possui 8 eixos de movimentação com erros angulares de $\pm 8,0 \mu\text{rad}$ e posicionamento longitudinal absoluto de $\pm 2,0 \mu\text{m}$. 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.



Figura 2.56: Nova bancada para mapeamento de eletroímãs

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 para 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.



Figura 2.57: Equipamento de limpeza/decapagem das câmaras de cobre do Sirius

2.7.3 Outros eventos

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

2.7.4 Infraestrutura e Obras

Neste período foi concluída a execução da terraplenagem e instalação de drenagem provisória no terreno. Como parte do cumprimento às Exigências Técnicas da Licença Prévia de Instalação obtida para preparação do terreno, foi elaborado e apresentado relatório fotográfico da obra. Desta maneira, além do terreno estar preparado para receber o início das obras previsto para o segundo semestre, é possível requerer as licenças para construção junto à Prefeitura Municipal de Campinas.



Figura 2.58: Terraplenagem do Terreno do Sirius

Ainda com relação a licenças, foi realizada manutenção e entregue a Secretaria do Verde e do Desenvolvimento Sustentável da PMC, relatório semestral de acompanhamento do projeto de compensação ambiental, conforme requerido em Termo de Compromisso Ambiental firmado para supressão de vegetação no terreno.

O projeto executivo foi finalizado e encontra-se atualmente em revisão final a cargo da equipe do LNLS e da gerenciadora da obra.

O processo de seleção da construtora seguiu com quatro empresas pré-qualificadas, que neste semestre apresentaram propostas técnicas e comerciais. A avaliação, equalização e correção das mesmas foram realizadas ao longo de todo o período e tem previsão de encerrar-se no terceiro trimestre de 2014.

2.7.3 Gestão

No primeiro semestre de 2014, a equipe de Engenharia, Aceleradores e Divisão Científica do LNLS dedicaram uma fração substancial de tempo para o Projeto Sirius. As atividades realizadas nesse período serão descritas a seguir.

2.7.4 Gestão do Projeto Sirius

O sucesso do Projeto Sirius requer um rigoroso planejamento e acompanhamento de diferentes áreas de conhecimento de gerenciamento de projetos, na qual serão detalhadas.

A evolução técnica do projeto Sirius 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 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 a seguir:

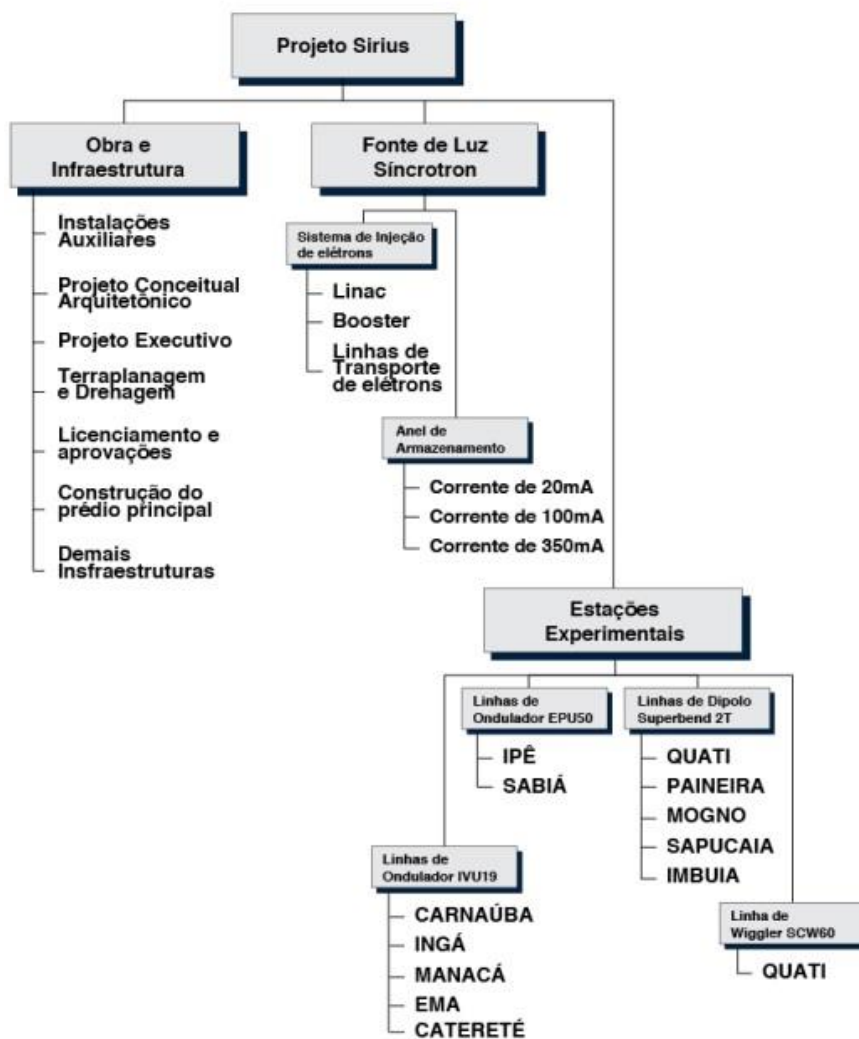


Figura 2.59: Estrutura Analítica do Projeto Sirius

Para compreender melhor os sistemas que compõem a fonte de luz Síncrotron pode-se observar a figura a seguir:

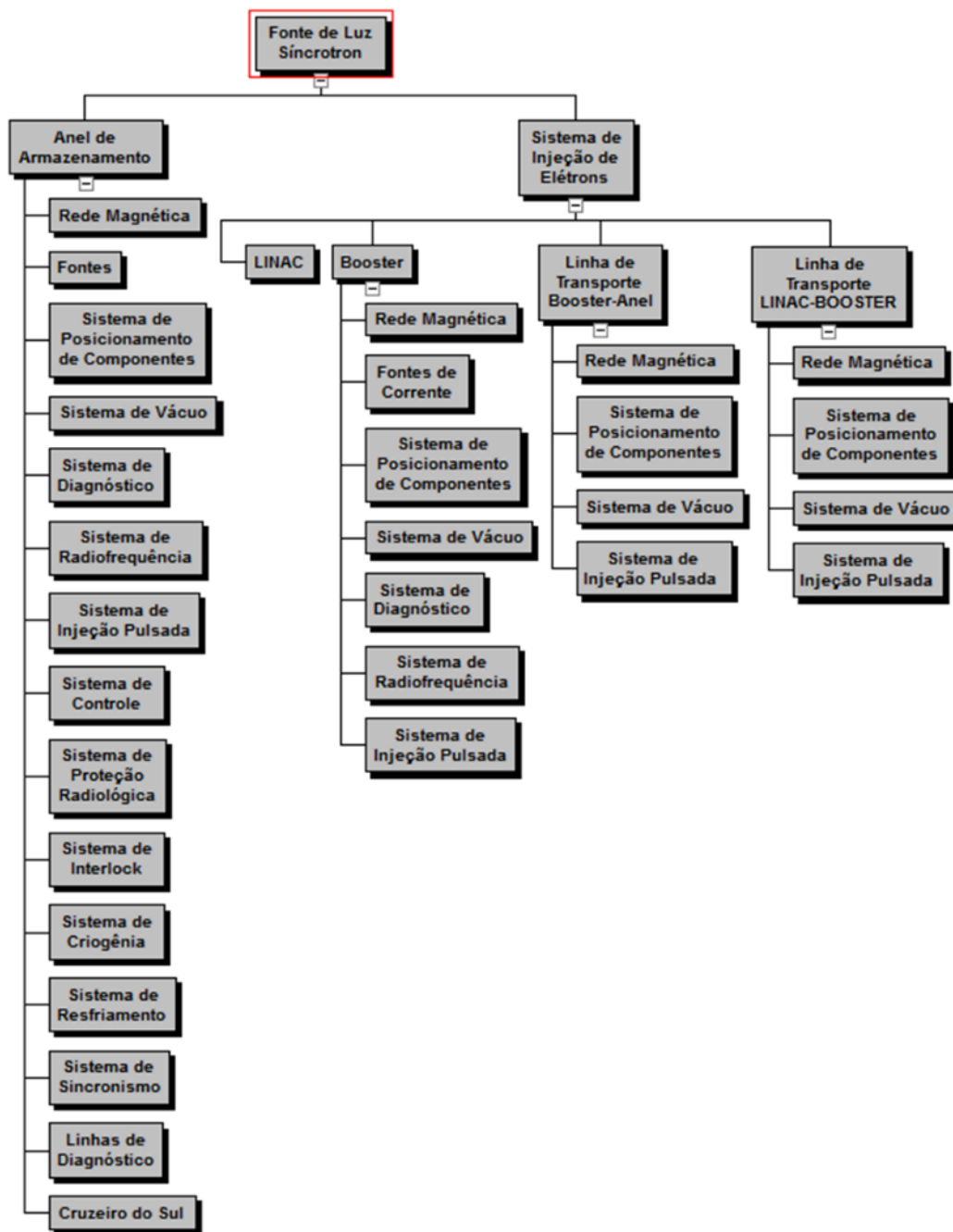


Figura 2.60: Sistema da Fonte de Luz Síncrotron

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, Obra Civil, 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 2.4: 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 2.5: Estimativa de orçamento do Projeto Sirius distribuída entre 2012 e 2020

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 5 linhas de luz baseadas em IVU19. E, ao final de 2020, serão entregues as 8 linhas de luz dos grupos de EPU50, Dipolo Superbend 2T e Wiggler SCW60.

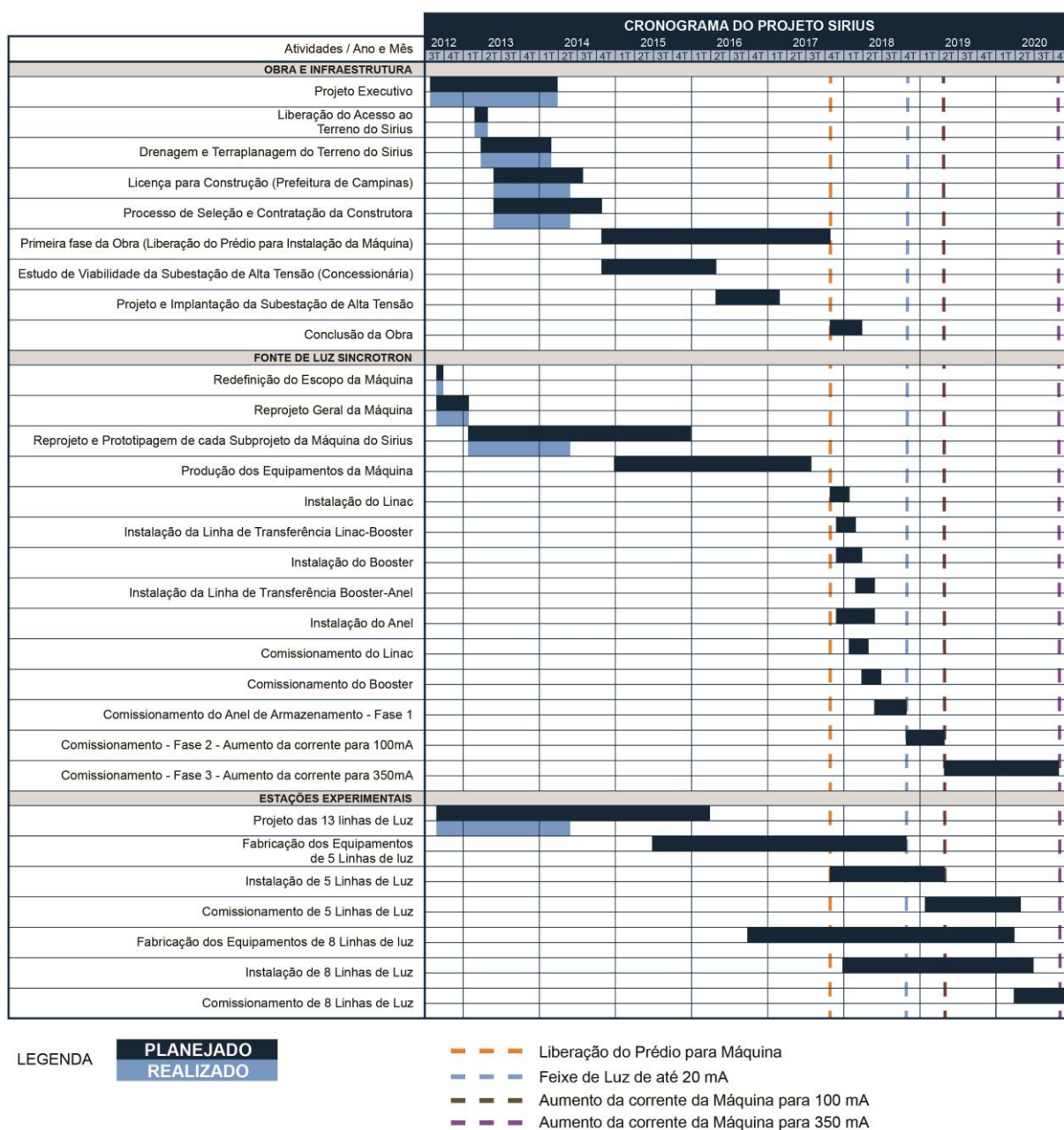


Figura 2.61: Cronograma do projeto Sirius

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.

Durante esse processo, há interação entre as equipes técnicas, responsáveis pelos projetos dos diferentes subsistemas – vácuos, 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.

Para melhorar o gerenciamento do Projeto Sirius e, principalmente, melhorar a integração das áreas e equipes, em 2014, implantamos 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.

3 LABORATÓRIO NACIONAL DE BIOCÊNCIAS

3.1 O LNBio em 2014

O Relatório de Atividades do LNBio 2014 busca expor as ações nos 4 eixos estratégicos do CNPEM, a contribuição para os indicadores de desempenho do CNPEM e as melhorias em infraestrutura e operação em suas Instalações Laboratoriais.

No âmbito do eixo 1, o LNBio realizou 128 propostas de pesquisa nas Instalações Abertas com a utilização de quase 5000 horas de equipamentos, e beneficiou cerca de 160 pesquisadores de 24 Instituições de Ensino e Pesquisa sediadas em sete estados brasileiros, o que consolida o LNBio como um laboratório nacional aberto e multiusuário.

Já no eixo 2, foram produzidos 32 artigos científicos publicados em revistas de médio e alto impacto das áreas de ciências biológicas e biomédicas, e elucidadas 43 novas estruturas cristalográficas de proteínas, depositadas no PDB (Protein Data Bank). As Instalações abertas do LNBio contribuíram com mais de 4.300 horas de uso equipamento dedicados à realização de pesquisa científica interna, com destaque ao atendimento também de propostas do CTBE e do LNNano.

O primeiro semestre de 2014 foi marcado pela elaboração de novos projetos, incluindo aqueles para participação na Chamada INCT – MCTI/CNPq/CAPES/FAPs. No âmbito de cooperações internacionais, foi dado início à elaboração de parcerias com a Universidade de Nottingham e com a Universidade de Cambridge, ambas na Inglaterra. 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, merecendo destaque os projetos em andamento com a empresa ColOff, com apoio FINEP no programa Inova Saúde, projetos no âmbito da Rede Nacional de Métodos Alternativos (RENAMA) e prestações de serviço tecnológico para as empresas Cristália e Eurofarma. Além desses, destaco o início do projeto LIMA em cooperação com empresa Recepta Biopharma, com recursos do BNDES, Ministério da Ciência e Tecnologia, Ministério da Saúde e da empresa. O projeto tem como foco a instalação e operação de uma unidade para a produção de linhagens celulares produtoras de anticorpos monoclonais e também um banco de armazenamento de linhagens celulares. 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 seminários semanais, treinamento técnico, orientação e treinamento de alunos de pós-graduação e de pós-doutorado. Somadas todas as modalidades, o LNBio contou com 111 bolsistas no primeiro semestre de 2014, o que adicionou um contingente expressivo de trabalho especializado ao corpo técnico-científico permanente da instituição. Outro fato a ser ressaltado é que 26 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\$ 2 milhões entre mensalidades e reservas técnicas, com destaque para a Fapesp que contribuiu com 75%.

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 adicional foi habilitada para uso em fevereiro de 2014 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 o final de 2014.

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 a Usuários Externos

O LNBio, em sua atuação como Laboratório Nacional, Aberto e Multiusuário, atendeu a 128 propostas de usuários externos submetidas via Portal de Usuários do CNPEM (Figura 3.1). Esse número corresponde a 36% do total de 358 propostas recebidas pelo LNBio, sendo que apenas 6 propostas (2%) foram recusadas.

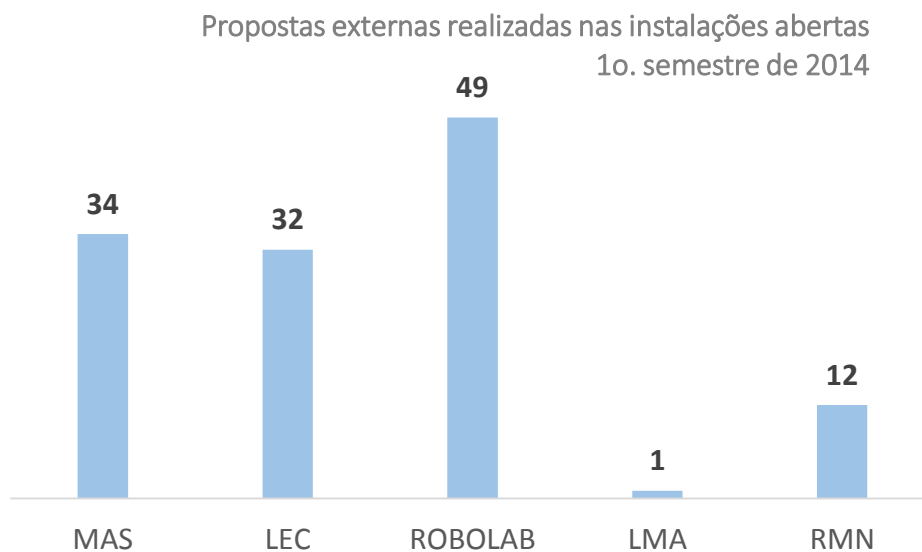


Figura 3.1: Propostas de pesquisa externas realizadas nas Instalações Abertas do LNBio no 1º. Semestre de 2014.

As Instalações Abertas do LNBio contabilizaram um total de 4.918 horas de uso de equipamento dedicadas a propostas externas (Figura 3.2), beneficiando 160 pesquisadores de 25 Instituições de Ensino e Pesquisa de sete estados brasileiros (Figura 3.3) e três pesquisadores estrangeiros, de Instituições de Portugal, Alemanha e Austrália (Tabela 3.1).

REGIÃO SUDESTE (19)

São Paulo (13)

Faculdade de Medicina de São José do Rio Preto – FAMERP

Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP

Fundação Erminio Ometto

Instituto Agrônomo de Campinas – IAC

Instituto de Botânica do Estado de São Paulo

Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares – IPEN

Instituto do Coração de São Paulo – INCOR

Pontifícia Universidade Católica de Campinas – PUC/Campinas

Universidade de São Paulo – USP

Universidade Estadual de Campinas – UNICAMP

Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho – UNESP

Universidade Federal de São Carlos – UFSCar

Universidade Federal de São Paulo – UNIFESP

Minas Gerais (3)

Universidade do Estado de Minas Gerais – UEMG

Universidade Federal de Minas Gerais – UFMG

Universidade Federal de Viçosa – UFV

Rio de Janeiro (3)

Fundação Instituto Oswaldo Cruz – FIOCrúz

Instituto Nacional de Câncer – INCA

Universidade Federal do Rio de Janeiro – UFRJ

REGIÃO SUL (4)

Paraná (2)

Instituto Carlos Chagas – FIOCrúz/PR

Universidade Tecnológica Federal do Paraná – UTFPR

Santa Catarina (1)

Universidade Federal de Santa Catarina – UFSC

Rio Grande do Sul (1)

Universidade Federal do Rio Grande do Sul – UFRGS

REGIÃO NORDESTE (1)

Pernambuco (1)

Universidade Federal de Pernambuco

INTERNACIONAIS (3)

Portugal - Universidade do Minho

Alemanha - Uniklinik Koeln

Austrália - The University of Queensland

Tabela 3.1: Instituições de Ensino e Pesquisa beneficiadas pelo atendimento a usuários externos do LNBio no 1º. Semestre de 2014.

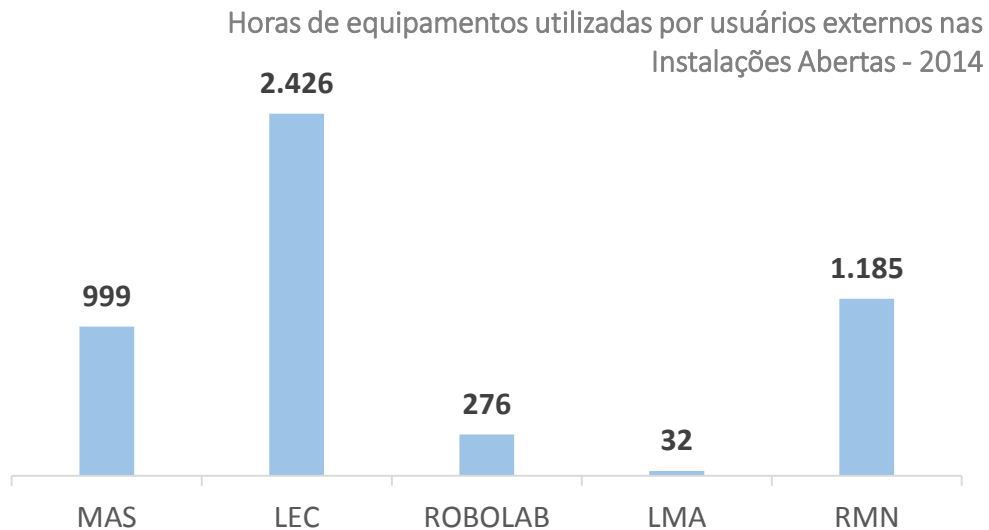


Figura 3.2: Horas de equipamento utilizadas por usuários externos nas Instalações Abertas do LNBio no 1º. Semestre de 2014.

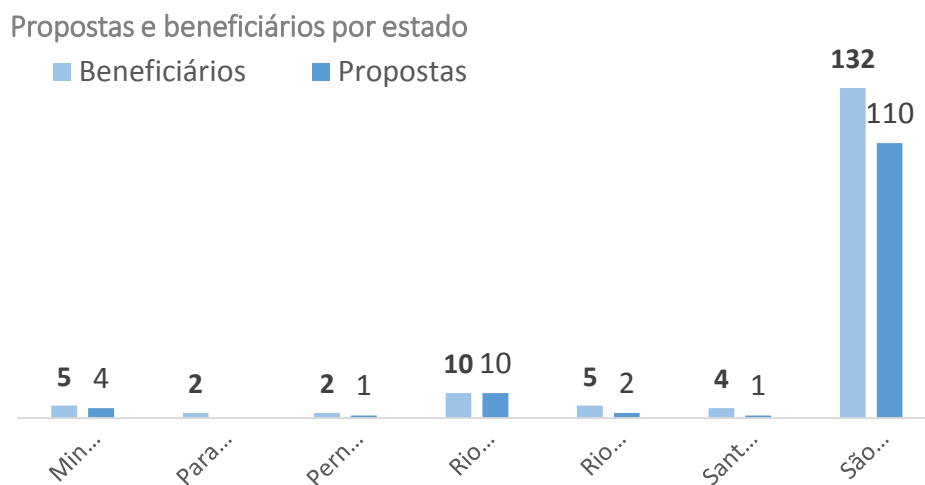


Figura 3.3: Número de beneficiários e de propostas de pesquisa atendidos pelas Instalações Abertas do LNBio no 1º. Semestre de 2014, de acordo com os estados brasileiros.

No primeiro semestre de 2014, foram levantadas nove publicações externas que utilizaram o LNBio, com um fator de impacto médio de 3,18. Até o momento, observa-se em 2014 um crescimento no fator de impacto médio dos artigos de usuários em relação a 2013 (Figura 3.4). É interessante notar que os artigos publicados pelos usuários do LNBio apresentam um fator de impacto médio comparável às melhores

médias de fator de impacto das áreas de conhecimento relacionadas às biociências (Figura 3.5).

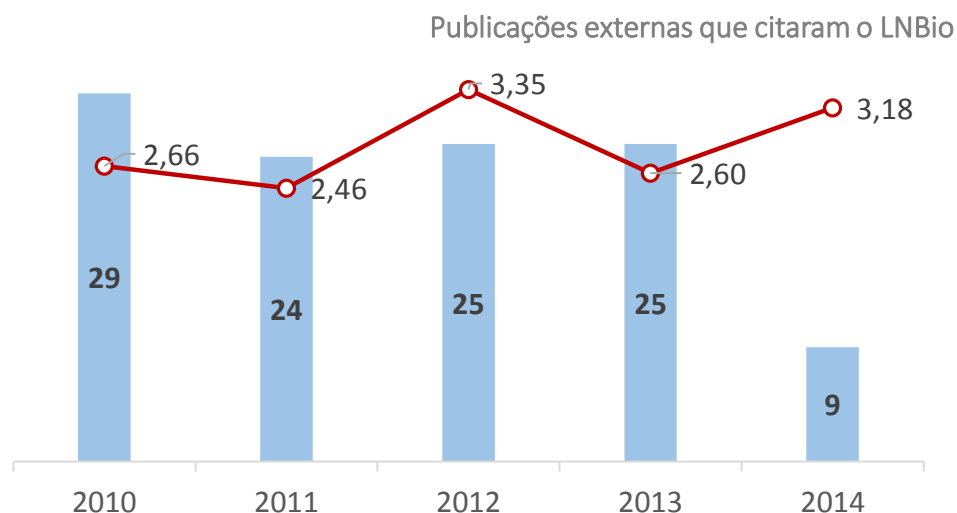


Figura 3.4: Número de publicações de pesquisadores externos ao CNPEM que citaram o LNBio e evolução do fator de impacto médio dessas publicações de 2010 a 2014, de acordo com o *Journal of Citation Report* (JCR).

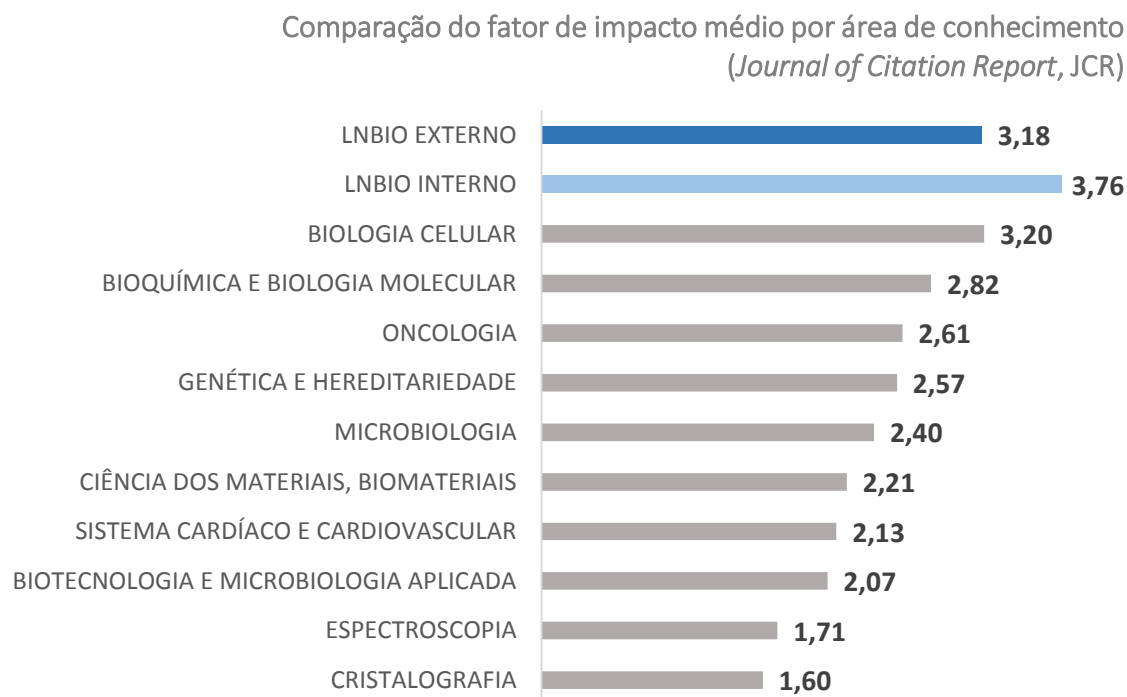


Figura 3.5: Comparativo do fator de impacto médio das publicações em áreas de conhecimento relacionadas às biociências, de acordo com o *Journal of Citation Report* (JCR).

3.3 Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Internos

A equipe científica do LNBio conta atualmente com 36 Pesquisadores em seu quadro de colaboradores, dentre os quais 15 são líderes de grupos de pesquisa e responsáveis pelo desenvolvimento dos projetos internos de P&D do LNBio. Os grupos de pesquisa são integrados também por 26 pós doutorandos, constituindo um conjunto de competências altamente especializadas dedicadas à realização de pesquisa científica de alta qualidade.

Em 2014, os pesquisadores do LNBio publicaram 37 artigos científicos, sendo 27 em periódicos indexados já disponíveis na Web of Knowledge (WOK), 5 em periódicos indexados cujo volume integrará a WOK no próximo semestre e 5 em periódicos não indexados na WOK. A mediana do fator de impacto dos artigos indexados foi 4,07, indicando que metade dos artigos publicados apresentaram fator de impacto superior a esse valor. O fator de impacto médio alcançado pelas publicações internas do LNBio, correspondente a 3,76, é superior à média apresentada pelos periódicos em diversas áreas do conhecimento relacionados às biociências, de acordo com o *Journal of Citation Report* (Figura 3.5). Outros 28 artigos foram produzidos no semestre e submetidos para publicação, ainda em fase de avaliação. Além da publicação de artigos, deve ser destacada a resolução de 43 novas estruturas cristalográficas de proteínas, depositadas no *Protein Data Bank* (PDB).

As Instalações Abertas do LNBio contribuíram para o desenvolvimento dos projetos internos pela realização de 138 propostas de pesquisa internas submetidas via Portal de Usuários do CNPEM (Figura 3.6), correspondentes a 3.298 horas de uso de equipamento (Figura 3.7). Merece destaque a utilização de 772 horas pelo CTBE e 9 pelo LNNano, o que representa 23,6% das horas dedicadas a propostas internas. Além disso, 1.010 horas de equipamento foram utilizadas em projetos internos e agendadas nas Instalações Abertas como eventos especiais, totalizando 4.308 horas de equipamentos dedicadas à realização de projetos de pesquisa científica interna do CNPEM (Figura 3.8).

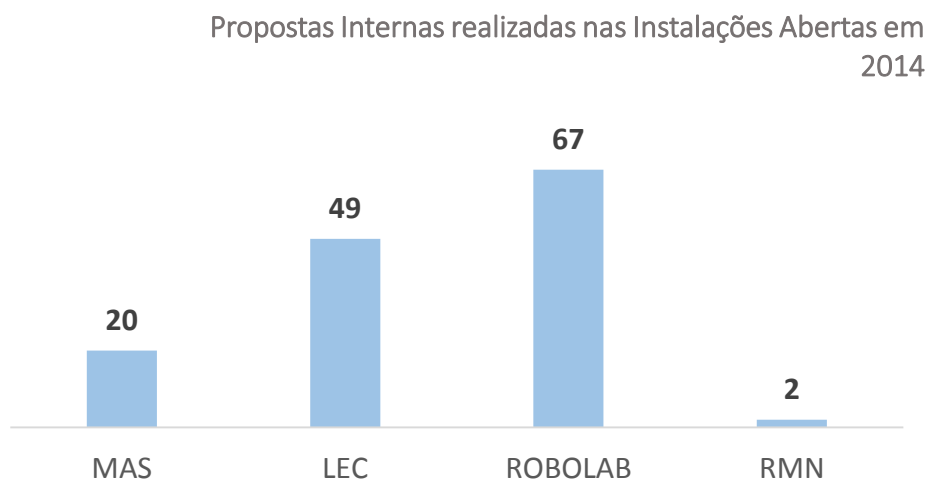


Figura 3.6: Número de propostas de pesquisa internas do CNPEM realizadas nas Instalações Abertas do LNBio durante o 1o. Semestre de 2014.

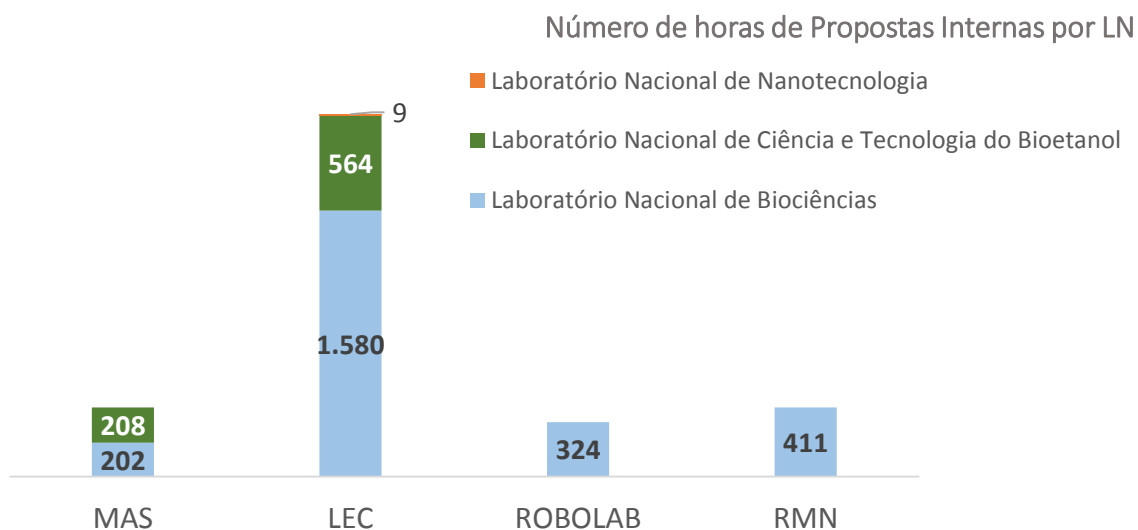


Figura 3.7: Número de horas de uso de equipamento para o atendimento de propostas de pesquisa internas do CNPEM nas Instalações Abertas do LNBio durante o 1o. Semestre de 2014.

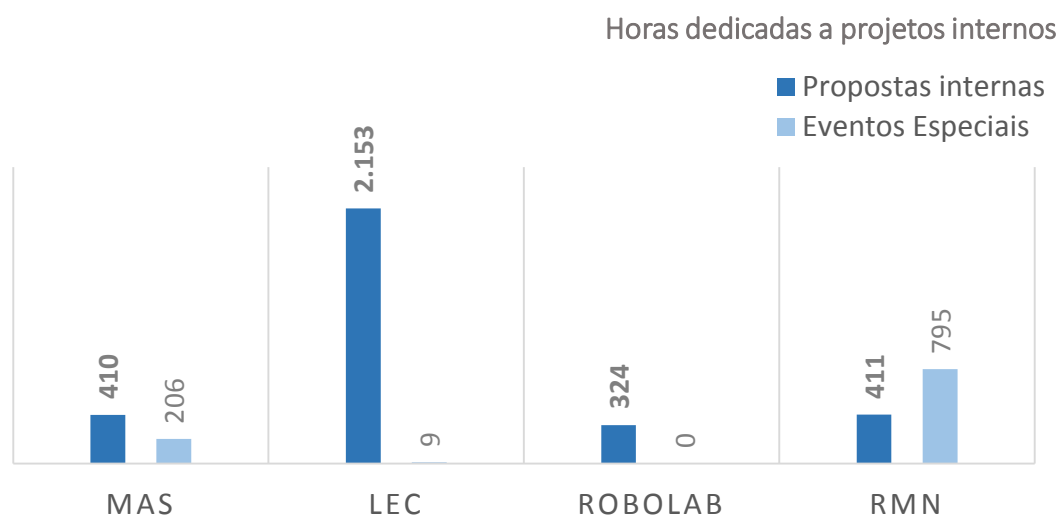


Figura 3.8: Número de horas de equipamento dedicadas a projetos internos do CNPEM nas Instalações Abertas do LNBio durante o 1o. Semestre de 2014.

Os projetos científicos detalhados a seguir integram os cinco Programas Temáticos do LNBio (1. Fármacos, Biomarcadores e Cosméticos; 2. Mecanismos moleculares de doenças; 3. Patógenos; 4. Engenharia Biológica e 5. Bioinformática) e são financiados com recursos de agências de fomento e de órgãos governamentais (Tabelas 3.2 e 3.3).

Outorgado	Agência (processo)	Tipo de Auxílio	Valor aprovado (R\$)	Valor aprovado (US\$)
Kleber Franchini	CNPq (400105/2014-4)	Encomenda COBRG	1.000.000,00	-
Mario Murakami	FAPESP (2012/18796-3)	Equipamento Multiusuário	217.580,00	-
TOTAL			1.217.580,00	-

Tabela 3.2. Auxílios aprovados no primeiro semestre de 2014.

Outorgado	Agência (processo)	Tipo de Auxílio	Valor aprovado (R\$)	Valor aprovado (US\$)
-----------	--------------------	-----------------	----------------------	-----------------------

Adriana Paes Leme	CNPq (470268/2013-1)	Edital Universal	60.000,00	-
Adriana Paes Leme	FAPESP (2010/19278-0)	Jovem Pesquisador	266.801,09	231.510,00
Adriana Paes Leme	CNPq (470549/2011-4)	Edital Universal	20.000,00	-
Ana Figueira	FAPESP (2013/08743-2)	Pesquisa Regular	138.808,64	83.383,05
Ana Figueira	CNPq (480254/2012-5)	Edital Univesal	20.930,00	-
André Ambrosio	FAPESP (2012/14298-9)	Pesquisa Regular	101.929,16	90.766,58
Andrea Dessen	FAPESP (2011/52067-6)	SPEC - São Paulo Excellence Chair	793.878,19	-
Artur Cordeiro	FAPESP (2013/03983-5)	Pesquisa Regular	81.868,60	87.135,00
Celso Benedetti	FAPESP (2011/20468-1)	Projeto Temático	752.681,19	290.370,88
Eduardo Pagani	CNPq (404630/2013-8)	Chamada Pública 58/2013 - MCTI	59.980,00	
Eduardo Pagani	CNPq (403580/2012-9)	RENAMA	149.504,47	-
Gabriela Vaz Meirelles	CNPq (483795/2013-5)	Edital Universal	25.000,00	-
Jörg Kobarg	FAPESP (2012/18796-3)	Pesquisa Regular	183.700,00	45.000,00
Jörg Kobarg	FAPESP (2011/17410-1)	Pesquisa Regular	101.000,00	36.567,00
José Xavier Neto	CNPq (481983/2013-9)	Edital Universal	60.000,00	-
Kleber Franchini	FAPESP (2013/14093-0)	Reserva Técnica Institucional	1.200.951,25	-

Kleber Franchini	FAPESP (2013/11149-5)	Reparo de Equipamentos	132.618,39	-
Kleber Franchini	CNPq (402566/2011-4)	Aditivo Encomenda COBRG	1.000.000,00	-
Kleber Franchini	CNPq (402566/2011-4)	Encomenda COBRG	416.603,00	-
Marcio Bajgelman	FAPESP (2012/13132-0)	Pesquisa Regular	73.714,60	76.120,65
Marcio Dias	FAPESP (2010/15971-3)	Jovem Pesquisador	281.526,62	270.749,88
Mario Murakami	FAPESP (2013/13309-0)	Pesquisa Regular	110.995,28	92.007,36
Mario Murakami	CNPq (486841/2012-0)	Editais Universais	21.000,00	-
Mario Murakami	FAPESP (2013/22098-2)	Auxílio Publicação	-	3.000,00
Marjorie Bruder	FAPESP (2013/16534-4)	Pesquisa Regular	151.720,10	63.428,48
Sandra Dias	FAPESP (2009/10875-9)	Jovem Pesquisador	417.763,88	253.863,72
TOTAL			6.622.974,46	1.623.902,60

Tabela 3.3. Auxílios vigentes em 2014, aprovados de 2009 a 2013.

O Programa de Desenvolvimento de Fármacos, Biomarcadores e Cosméticos, cujo foco é a investigação de compostos com atividade biológica e a realização de estudos estruturais de proteínas e inibidores, conta com a participação de 15 Pesquisadores. Abaixo, são destacados os resultados dos 21 projetos de pesquisa científica em desenvolvimento.

- **Descoberta de Fármacos para Virose Tropicais**

O projeto tem por objetivo a realização de todas as etapas que fazem parte do portfólio atual de ensaios, além de novos ensaios a serem desenvolvidos para Dengue e Chikungunya. Estão programadas as seguintes atividades: realização de triagem de alto conteúdo da biblioteca de compostos do LNBio, teste dos melhores compostos contra diferentes sorotipos dos vírus de Dengue e contra o vírus de Chikungunya, avaliação de atividade *in vitro* para compostos otimizados por Química Medicinal.

No período, foram contratados um pós doutorando e uma aluna de doutorado para serem treinados em modelos de Dengue e Chikungunya e realizarem a adaptação destes ensaios para campanhas de HCS durante o segundo semestre.

- **Descoberta de Fármacos para Leishmaniose - UNIMORE**

O objetivo do projeto é realizar todas as etapas que fazem parte do portfólio atual de ensaios para Leishmaniose, além de novos ensaios a serem desenvolvidos. Estão programadas as seguintes atividades: otimização do ensaio de Leishmaniose, realização de triagem de alto conteúdo (*High Content Screening* – HCS) da biblioteca de compostos do LNBio, teste dos melhores compostos contra diferentes isolados de *Leishmania*, desenvolvimento de ensaios de *time-kill* e recuperação, e avaliação de atividade *in vitro* para compostos otimizados por Química Medicinal.

Durante o primeiro semestre de 2014, foi implementado um laboratório de nível P2 adequado para trabalho com parasitas e iniciado o desenvolvimento de ensaio HCS de *Leishmania*. Foram adquiridas cepas de diversas espécies de *Leishmania*, e linhagens de macrófagos THP-1 para a realização destas atividades. O projeto é desenvolvido com recursos da *European Commission (FP7 – Seventh Framework Program)* e faz parte do escopo da parceria com a *Universita Degli Studi Di Modena e Reggio Emilia – UNIMORE*.

- **Descoberta de Fármacos para Doença de Chagas – UNIMORE, DNDi**

Este projeto é amplo e envolve diversas frentes de trabalho que serão desenvolvidas em colaboração com outros grupos de pesquisa do LNBio. Os objetivos principais são: realizar a triagem de alto conteúdo das bibliotecas de compostos do LNBio; testar os diferentes *hits* obtidos na triagem em ensaios com diferentes cepas de *Trypanosoma cruzi*, incluindo clones representativos de diferentes grupos filogenéticos e isolados clínicos recentes; estudo do mecanismo de ação dos compostos a partir de ensaios secundários de *time-kill* e recuperação; avaliação continuada da atividade *in vitro* de fármacos experimentais sob otimização por química medicinal; estudos de PK/PD *in vivo* dos compostos otimizados (modelo animal); identificação do alvo e estudos de

mecanismos de resistência dos compostos otimizados. O projeto é desenvolvido com recursos da *European Commission (FP7 – Seventh Framework Program)* e faz parte do escopo da parceria com a *Universita Degli Studi Di Modena e Reggio Emilia – UNIMORE*.

Em 2014, foi implementado o ensaio de HCS de *Trypanosoma cruzi* no LNBio e desenvolvido um novo método de análise automatizada de imagem no software *Harmony*, que é parte do *Operetta*. Tais atividades foram financiadas com recursos do *Drugs for Neglected Diseases Initiative (DNDI)* aportados em janeiro. O ensaio de HCS foi utilizado na triagem da coleção de compostos do NIH (cerca de 1000 compostos) previamente existente no LNBio, e será utilizado para a triagem de mais de 40 mil compostos no início do segundo semestre. 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.

Dois artigos científicos foram publicados no período: *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) e *Nitroheterocyclic compounds are more efficacious than CYP51 inhibitors against Trypanosoma cruzi: implications for Chagas disease drug discovery and development* (Scientific Reports 4:4703, 2014).

- **Biologia Química de Parasitos**

O principal objetivo deste projeto é entender como o microambiente da célula hospedeira influencia o desenvolvimento do *Trypanosoma cruzi* e na resposta a fármacos. Para tanto, será desenvolvido um ensaio fenotípico semiautomatizado para monitorar o ciclo celular do *T. cruzi*; estudada a relação do tipo de célula hospedeira e a taxa de replicação/resposta a fármacos; e investigado o mecanismo de ação de inibidores putativos de quinases e seu efeito sobre o ciclo celular e de desenvolvimento do *T. cruzi* na célula hospedeira.

No primeiro semestre de 2014, foram iniciados os estudos de desenvolvimento do *T. cruzi* em diferentes células hospedeiras, inclusive em culturas primárias de cardiomiócitos de ratos neonatos em colaboração com o Grupo de Pesquisa em Biologia Cardiovascular do LNBio.

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

As enzimas glicose-6-fosfato desidrogenase (G6PDH), enzima málica (ME) e isocitrato desidrogenase (IDH) atuam na produção de NADPH em *Trypanosoma cruzi*, *T. brucei* e *Leishmania*. A ME e IDH produzem NADPH quando os parasitas se alimentam de aminoácidos, enquanto a G6PDH trabalha quando estes consomem glicose. Este projeto tem como objetivo principal descobrir novos inibidores específicos contra as enzimas dos parasitas, que servirão como compostos de partida para o desenvolvimento de novos fármacos contra doença de Chagas, do Sono e Leishmanioses. O projeto é financiado pela FAPESP na modalidade auxílio à pesquisa regular (Proc. 2013/03983-5). Até o momento, foram identificadas e caracterizadas duas novas classes química de inibidores da G6PDH com potencial para desenvolvimento de fármacos contra Chagas. As campanhas recentes de HTS realizadas contra a biblioteca de 30 mil compostos da Chembridge resultaram em 528 *hits* para a enzima ME e 41 *hits* para a IDH de *T. cruzi*. Os compostos identificados foram readquiridos para serem caracterizados mais detalhadamente. Foram obtidas as condições iniciais de cristalização das enzimas ME e IDH.

- **Otimização de hits por síntese orgânica**

Este projeto tem como objetivo principal a preparação de moléculas bioativas, buscando eficácia e seletividade. Derivados esteroidais foram identificados pelo grupo de pesquisa como inibidores potentes da enzima G6PDH, levando à diminuição da viabilidade de parasitas tais como *Trypanosoma*, *Leishmania* e *Schistosoma*. Tendo sido observada uma rápida metabolização destes inibidores *in vivo*, foram sintetizados novos derivados que mostraram um aumento da eficácia em *Schistosoma*. Esta estratégia de otimização baseada na estrutura de um *hit* mostrou-se promissora. No entanto, basear-se na estrutura do alvo (enzima) também oferece vantagens, pois permite o aproveitamento de interações específicas com um inibidor a ser desenhado. Não foi possível até hoje isolar os complexos formados pela G6PDH e pelos inibidores esteroidais, dificultando a caracterização das interações inibidor-enzima por análises cristalográficas. Foi então proposta a derivatização de um esteroide com grupos químicos reativos que possam formar ligações covalentes irreversíveis com a G6PDH para possibilitar a caracterização dos complexos por cristalografia. O projeto é financiado pela FAPESP na modalidade auxílio à pesquisa regular (Proc. 2013/16534-4). Neste contexto, o projeto está em fase de síntese dos derivados planejados, com a intenção de gerar uma série de 3-amino-esteroides substituídos por porções reativas tais como carbonilas e sulfonas alfa,beta-insaturadas (aceitores de Michael), e alfa-halogenadas. Em breve será gerado um derivado 3-mercapto-esteroide para formar mais uma classe de inibidor covalente potencial da G6PDH. A finalização da síntese dos

inibidores bem como a avaliação bioquímica destes é prevista para o fim do ano de 2014.

- **Organização e Gerenciamento de Quimioteca para Triagem de Moléculas Bioativas**

O projeto visa a organização de quimioteca de produtos naturais com a finalidade de identificação de moléculas bioativas nos bioensaios do LBE. Estão previstas as seguintes atividades: contatar potenciais fornecedores de micro-organismos, extratos, frações enriquecidas e compostos puros; organizar laboratório e equipe que viabilize a produção de extratos e frações enriquecidas para montagem da quimioteca a partir de micro-organismos *in house*; formatar a quimioteca em modelo HTS e HCS; montar e gerenciar banco de dados eletrônico da quimioteca. Este projeto foi subdividido em 4 subprojetos, relacionados ao tipo e à origem dos produtos naturais: 1. Microorganismos marinhos - Rede Biomar (UNESP Rio Claro, Univali, USP); 2. Microorganismos brasileiros - ICBG (Embrapa, Univali, USP); 3. Plantas (Univali); 4. Plantas – Phytobios.

Os principais avanços no primeiro semestre de 2014 foram a aprovação da primeira autorização CGen para o recebimento e análise de amostras de organismos marinhos brasileiros; o recebimento dos primeiros lotes de amostras de organismos marinhos; e a seleção de bactérias de mar profundo e águas internacionais da coleção da Univali para início dos trabalhos de montagem da biblioteca de micro-organismos. O projeto está aguardando a alteração de cadastro do representante legal do CNPEM junto ao portal CNPQ/CGen para submissão de novos pedidos de autorização de acesso a amostras de produtos naturais e micro-organismos brasileiras.

Em relação às parcerias empresariais envolvidas neste projeto, o contrato com a ChromaDex foi assinado e houve trocas de informações para envio de amostras de extratos para composição de biblioteca de produtos naturais do LNBio. Além disso, houve o alinhamento das atividades a serem realizadas com a empresa Phytobios para a constituição da biblioteca de produtos naturais de plantas brasileiras, com a previsão da disponibilização recursos da empresa para contratação de um pós-doutorando.

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

Triagem de compostos associada à análise bioquímica e estrutural de alvos bioquímicos contra câncer. Inicialmente foram selecionados os seguintes alvos bioquímicos: sistema proteassomo, glutatona-S-transferases e fosfatases. O projeto tem como objetivos a obtenção do alvo bioquímico; a triagem de inibidores por ensaios enzimáticos, a

caracterização bioquímica da inibição, a caracterização termodinâmica da interação; a obtenção de complexos cristalográficos do alvo bioquímico com o inibidor para estudos estruturais; a realização de estudos da relação estrutura e atividade (SAR); a elaboração de modelos computacionais para análise de inibidores *in silico*; e o desenho e proposta de modificação das moléculas de partida para otimização de potência, seletividade e farmacocinética. Os procedimentos experimentais podem ser aplicados a outros alvos bioquímicos diferentes dos selecionados pelo grupo de pesquisa, em colaboração com outros grupos do LNBio.

No primeiro semestre 2014, foram obtidos os seguintes resultados: 1. Sistema proteassomo: implementação de protocolos de expressão e purificação do proteassomo e proteassomo resistente; testes iniciais de cristalização do proteassomo resistente; implementação de protocolos de análise da inibição do proteassomo humano e de levedura no Enspire; planejamento racional de moléculas para inibição do proteassomo resistente. 2. Fosfatases: preparação de dois artigos para publicação.

O artigo relacionado a esta linha de pesquisa intitulado *Enzyme inhibition by hydroamination: design and mechanism of a hybrid carmaphycin-syringolin enone proteasome inhibitor* foi publicado no período (Chemistry & Biology 21(6): 782-91, 2014).

- **Enzimas envolvidas na biossíntese de produtos naturais com potencial farmacológico**

O projeto está baseado em colaborações com grupos de pesquisa em biologia sintética. O estudo da enzima epóxido hidrolase de *A. brasiliensis* (AbEH) com a Profa. Dra. Anita Marsaiolli (IQ, Unicamp) tem por objetivos a realização de estudos de estabilidade por *thermal shift*; cristalização da AbEH; resolução estrutural e compreensão do mecanismo catalítico; cristalização da AbEH mutantes e selvagem com substratos modificados. A colaboração com o Prof. Dr. Leonard Kaysser (Univ. Tubingen, Alemanha) visa a produção de enzimas envolvidas na rota biossintética de epoxomicina; a realização de estudos estabilidade por *thermal shift*; a cristalização e resolução estrutural destas enzimas; compreensão do mecanismo catalítico e estudos estruturais com substratos modificados, visando a manipulação da enzima ou dos substratos para a geração de análogos para química medicinal (alvo: proteassomo). No

primeiro semestre de 2014, os seguintes avanços nos foram obtidos nos estudos realizados com a AbEH: conclusão da análise por *termal shift* indicando melhores

condições de pH e sais para preparação da enzima (estabilidade); análise da proteína purificada por DLS e início dos ensaios de cristalização.

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

Um ensaio fluorimétrico para medição da atividade da glutaminase foi desenvolvido e empregado em uma campanha de HTS realizada com biblioteca de 30 mil compostos. Cem moléculas mais ativas foram inicialmente selecionadas e, destas, 23 foram adquiridas para confirmação dos achados e caracterização do modo de inibição. Estudos paralelos de toxicidade celular mostraram que muitas também inibiram seletivamente o crescimento de uma linhagem de células de câncer de mama. O composto mais ativo apresentou IC50 de cerca de 5 μ M. Estudos de citotoxicidade abrangendo a linhagem MDA-MB231 estão sendo aprofundados seguindo protocolos de *High Content Analysis* para definição de apoptose/necrose e parada de ciclo celular, assim como definição se as mesmas 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.

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

O objetivo básico do projeto é 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-embrionário. Avanços importantes na expressão, purificação, determinação de atividade e cristalização de ALDHs foram obtidos no período.

- **Busca de ligantes para receptores nucleares**

Atualmente, 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. No primeiro semestre de 2014, tiveram continuidade os estudos já padronizados para a busca de ligantes do PPAR gama, agora utilizando alguns compostos naturais oriundos da EMBRAPA. As moléculas selecionadas no semestre anterior estão sendo melhor avaliadas em termos de afinidade, por experimentos do ITC no LEC. As bases moleculares da interação receptor-ligante estão sendo investigadas por meio de estudos de *docking* molecular em

colaboração com o LBI e 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. Para isso, é necessário investigar como este receptor modula eventos que podem levar à maior produção de colágeno e elastina, auxiliando na manutenção da homeostase da pele. 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.

- **Inibidores de FAK e AK – planejamento e síntese**

O projeto visa à síntese de derivados de quinazolininas para tratamento de doenças cardiovasculares e metabólicas. Esses derivados heterocíclicos nitrogenados têm sido avaliados como inibidores das enzimas quinase de adesão focal (FAK) e adenosina quinase (AK). Dos 70 compostos sintetizados, três derivados foram selecionados como *hits* para a enzima AK em experimentos realizados no Laboratório de Bioensaios (LBE). Em paralelo, avalia-se a influência da dessa enzima em tecidos de camundongos para dimensionar 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 através da utilização do silenciamento gênico da enzima pelo método de siRNA e de inibição por fármacos. A AK também tem sido estudada do ponto de vista bioquímico por meio de ensaios de caracterização dos parâmetros cinéticos e inibitórios no LBE, objetivando 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 (DMA=180 nM e Task=11nM) foram concluídos neste semestre.

- **Síntese da Sunitinib para tratamento de doenças negligenciadas**

Este projeto visa ao desenvolvimento de rota sintética de derivados de indolinonas (Síntese da Sunitinib) para tratamento de doenças negligenciadas e é 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 TcNDKb

(nucleosídeo difosfato quinase B de *Trypanosoma cruzi*), com aplicação nos tratamentos de Leishmaniose e de doença de Chagas. Serão sintetizados os derivados de indolin-2-onas com F ou Cl no carbono C-5, capazes de inibir as enzimas acima mencionadas em baixas concentrações. Para tanto, planejou-se e discutiu-se a execução da rota sintética para a obtenção dos derivados, iniciada com uma síntese clássica de pirrol de Knorr, que se tratou da condensação de um α -amino- β -cetoéster com um composto metilênico ativo, seguida de uma etapa de descarboxilação em presença de ácido trifluoroacético e de formilação em presença de trimetóximetano. Após a formilação, realizou-se uma etapa de desesterificação em meio básico. Ainda a ser realizada, há uma etapa de amidação em presença de 1-hidróxibenzotriazol (HOBt), catalisada por uma carbodiimida. Desse modo, será obtido o pirrol altamente substituído a ser utilizado na condensação com uma indolinona halogenada. Todos os compostos sintetizados foram caracterizados por espectroscopia de RMN de ^1H e de ^{13}C . Falta uma etapa para a conclusão da síntese destes derivados da indolinona.

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

O projeto visa à obtenção de estruturas cristalográficas de enzimas chaves na biossíntese de diferentes antibióticos utilizados clinicamente ou não. Com suas estruturas, é possível aplicar técnicas de biossíntese combinatorial para descoberta de derivados com melhores propriedades farmacológicas. O projeto continua em fase de clonagem, superexpressão e cristalização de enzimas. Temos clonado, ou adquirido do nosso colaborador cerca de 30 diferentes genes. A expressão das proteínas ainda está sendo realizada, mas temos com sucesso, expressado cerca de 10 enzimas. Testes de cristalização estão em andamento, mas não foi obtido ainda novos cristais. O projeto é financiado com recursos da FAPESP (Proc. 2010/15971-3) na modalidade Jovem Pesquisador.

- **Identificação e Desenvolvimento de Novas Moléculas Contra *Mycobacterium tuberculosis* Baseado na Inibição de Proteínas do Metabolismo de Enxofre Utilizando a Metodologia Baseada em Fragmentos**

Este projeto visa à caracterização estrutural de proteínas do metabolismo de sulfato de *M. tuberculosis* para o desenvolvimento de drogas baseadas em fragmentos. O projeto foi iniciado com oito proteínas-alvo cujos genes foram clonados e expressos produzindo proteínas solúveis. As proteínas foram purificadas e submetidas aos ensaios de cristalização. Três proteínas geraram cristais que difrataram em torno de 3 Å. Paralelamente, foram realizados ensaios espectroscópicos e de caracterização de duas proteínas CysA e SubI, o que gerou dados para a publicação de dois artigos em

preparação. As proteínas solúveis serão usadas para a realização de ensaios de interação com drogas utilizando a biblioteca de fragmentos da Universidade de Cambridge, na Inglaterra, em colaboração com o Prof. Tom Blundell.

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

O objetivo do projeto é a identificação de pequenas moléculas que possam servir como base para a construção de inibidores de alta afinidade para as diferentes enzimas da via de síntese de folato de *M. tuberculosis*, e depende da aquisição de uma biblioteca de fragmentos. A triagem para a enzima dihidrofolato redutase foi realizada com sucesso na University of Cambridge, sendo identificados quatro fragmentos com atividade. A estrutura cristalográfica de um deles foi resolvida e determinada a afinidade. Outro fragmento, ainda sem estrutura cristalográfica, teve o Kd determinado em 500 uM, que é o valor esperado para um fragmento. A estrutura que foi resolvida está sendo no momento servindo de base para a construção de moléculas mais complexas em colaboração com grupos de Química orgânica e de Bioinformática. Parelalmente, foi identificada uma das possíveis razões que drogas antifolato, inibidores da enzima DHFR, não apresentam atividade em *M. tuberculosis*. O artigo *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).

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

O objetivo deste projeto é 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, são alvos de estudo. Cinco estruturas da enzima MtDHQase já foram resolvidas, e os dez conjuntos de dados da enzima de *Streptomyces coelicolor* (organismos modelo) em complexo com diferentes inibidores continuam sob avaliação.

- **Metabolômica por RMN no estudo da resistência ao tratamento da Leucemia Linfóide Aguda (LLA) – Centro Infantil Boldrini/UNICAMP**

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.

- **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 hematopoéticas - 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 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.

Um pós-doutorando do LNBio foi contemplado com uma bolsa FAPESP/BEPE e desde Novembro de 2013 se encontra 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, e este pesquisador se interessou pela metodologia de estudo. Esta colaboração irá aumentar expressivamente o número de amostras disponíveis para a pesquisa, permitindo a realização de um estudo mais ambicioso nos próximos meses.

- **Metabolômica por RMN em modelo de ataxia cerebelar**

O projeto tem como objetivo acompanhar o 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 serão analisadas por espectroscopia de Ressonância Magnética Nuclear (RMN) de alta resolução, em líquidos e semi-sólidos, para a avaliação global das identidades e concentrações de pequenas moléculas. Uma avaliação estatística

multivariada dos dados obtidos por RMN pode apontar padrões e sugerir marcadores do desenvolvimento da patologia, que poderão ser avaliados em humanos futuramente. Esta análise pode também sugerir novas vias para intervenção e futuras terapias. Campos magnéticos podem induzir um aumento da permeabilidade da barreira hematoencefálica. Durante este estudo serão buscados indícios de uma mudança na composição metabólica do sangue periférico com a ação de campos magnéticos. 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 Programa de Pesquisa em Mecanismos Moleculares de Doenças visa estudar o papel de macromoléculas na sinalização, regulação e ativação de processos metabólicos envolvidos em câncer, doenças cardiovasculares e doenças metabólicas; identificar alvos moleculares; estudar o desenvolvimento genético e evolução de caracteres associados; e estabelecer competências multidisciplinares para o desenvolvimento de ciência básica voltada para a saúde humana. O Programa, com foco em pesquisa científica básica voltada para o Câncer e a Biologia Cardiovascular, conta com a participação de 15 Pesquisadores que desenvolvem 17 projetos de pesquisa financiados por FAPESP e CNPq.

- **Adaptação metabólica em câncer: estudos estruturais e funcionais de proteínas-chave nesse processo**

Quatro componentes-chave para a manutenção das altas demandas biossintéticas e bioenergéticas características das células cancerosas estão sendo estudados neste Auxílio Regular financiado pela FAPESP (2013/14298-9): (1) as glutaminases fosfato-dependentes, que são enzimas-chave no processo de anaplerose do ciclo do ácido tricarbólico e na consequentemente manutenção da homeostase mitocondrial; os fatores de transcrição (2) HIF-1 e (3) MondoA, que regulam diretamente a expressão de centenas de genes ao metabolismo da glicose, respondendo diretamente aos níveis intracelulares desse nutriente, e o (4) carreador mitocondrial de piruvato, MPC, que é um complexo transmembrana que realiza o transporte do piruvato citosólico para a mitocôndria.

Com relação ao tema (1) foi publicado um artigo na *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 trabalho onde avaliamos a relação de sua atividade glutaminase não-mitocondrial com a regulação do balanço redox de células tumorais e sua interação com proteínas inéditas. O artigo está em fase de escrita e em breve será submetido. Além disso, estão sendo aprofundados os estudos da interação inédita entre KGA e o receptor nuclear PPAR γ do ponto de vista bioquímico. Com relação ao tema (2), uma classe inédita de cofatores intracelulares (lipídeos) 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 lipídeos 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 (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 que vem da Índia, e iniciará suas atividades em Novembro. Protocolos de larga escala estão sendo adaptados visando à purificação dos complexos e posteriores ensaios de cristalização.

- **Estudos celulares e estruturais da enzima glutaminase e sua relação com o câncer**

A enzima glutaminase é um importante alvo em câncer, servindo de plataforma bioenergética e Biossintética para as células proliferativas. Além de conversora de glutamina em glutamato na mitocôndria, passo inicial para o seu metabolismo, esta enzima apresenta estrutura modular a possibilidade de contato com outras proteínas. Avançamos nos estudos da interação da isoforma Kidney-type glutaminase com o receptor nuclear PPAR γ (identificado pela técnica de duplo híbrido em levedura), um receptor nuclear importante para o metabolismo de lipídeos e implicado na diferenciação e inibição do crescimento celular. Estudos *in vitro* e de duplo híbrido 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 segundo dados de microscopia confocal. Estudos de micrografia eletrônica seguida de *immunogold labelling* estão em curso para definir-se o compartimento de interação entre as proteínas, assim como ensaios de FRET celular. qPCR array com alvos transcricionais do PPAR γ indicaram que 5 genes tem expressão alterada em função da

superexpressão da KGA em células PC3. Os estudos estão sendo continuados para tentar entender-se o impacto desta interação para o metabolismo tumoral.

Estudos de RNA-seq e metabolômica de linhagens de câncer de mama triplo-negativo, assim como análises de banco de dados de micorarranjo de tecidos de pacientes revelaram rotas metabólicas e enzimas de especial importância para proliferação deste tipo de tumor. Alguns destes alvos foram confirmados por qPCR em linhagens disponíveis no laboratório e avaliação da importância dos mesmos por *knock down* está em andamento. Estudos de sinalização celular 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; agora busca-se o exato mecanismo de ação desta via sobre a glutaminase. Hur também mostrou influenciar o nível de mRNA da GAC via interação com seu 3'UTR enquanto que pode atuar sobre a escolha de KGA via *splicing* alternativo. Novos alvos metabólicos em células de tumor de mama, quando a supressão da anaplerose de glutamina apresenta pouco impacto na viabilidade da célula, estão sendo avaliados por meio do uso de biblioteca de shRNA e ensaios de *High Content Analysis*. Fontes anapleróticas alternativas foram identificadas e estão em fase de confirmação. Tais genes podem se configurar em potenciais novos alvos para terapia co-adjuvante contra glutaminase.

Dois manuscritos estão em preparação. Um, intitulado *Liver type glutaminase as an important rescue mechanism for glutaminase C inhibition*, 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 lipídeo. O artigo mostra que este lipídeo é um potencial co-fator deste regulador nunca antes descrito e sua importância funcional é discutida.

- **Sinalização celular e vias regulatórias em câncer: Nek Kinases**

NIMA-related kinases (Neks) estão entre os maiores reguladores mitóticos e sua desregulação tem sido fortemente correlacionada 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. Através de duplo híbrido em levedura, foram identificados 25 parceiros de interação com a Nek7 humana que pertencem a diferentes processos biológicos, dentre eles mitose e citocinese, onde se incluem as proteínas: MNAT1, beta-tubulina, RGS2 e Nek9. Observou-se por fosforilação *in vitro* que beta-tubulina, RGS2 e Nek9 são substratos de Nek7 atribuindo o papel da atividade de Nek7 na manutenção da

integridade do ciclo celular. Além disso, ensaios de *knockdown* para Nek7 utilizando shRNA mostraram a necessidade de Nek7 para a acumulação de beta-tubulina e Nek9 na interfase. Usando microscopia confocal, observou-se que Nek7 colocaliza com pericentrina no polo do fuso na prometáfase, e com beta-tubulina na midzone do fuso na anáfase e na ponte citoplasmática na citocinese. Beta-tubulina colocaliza com Nek9 no polo do fuso na anáfase e na ponte citoplasmática na citocinese e Nek9 colocaliza com pericentrina na prófase, prometáfase, anáfase e telófase, destacando a participação de Nek7 e suas proteínas de interação em importantes processos celulares através dos diferentes estágios do ciclo celular. Entretanto, dada às funções de MNAT1, beta-tubulina, RGS2 e Nek9 no ciclo celular, a questão de como a Nek7 pode regular e integrar a via de sinalização destas proteínas através dos diferentes estágios do ciclo celular permanece sem resposta. Isto leva-nos a identificar e caracterizar os mecanismos moleculares, celulares e funcionais destas proteínas através do ciclo celular, especialmente em mitose e citocinese.

O artigo "*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*" foi publicado no período (World J Biol Chem 5(2):141-160, 2014).

- **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 via a via NFkB, pouco se conhece sobre outras proteínas que ligam na região citoplasmática extensa da CD30. O principal objetivo do projeto é a identificação e caracterização funcional de interatores adicionais desta região, que possivelmente explicariam os efeitos pleiotrópicos da sinalização de CD30 observados. Uma triagem de interatores pelo sistema de duplo-híbrido em levedura foi realizada, levando à identificação de vários novos candidatos de interatores, 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. Também foram obtidos anticorpos monoclonais específicos para três regiões citoplasmáticas da CD30. No momento, estudos funcionais continuam em

andamento para analisar alterações da atividade da creatina quinase em dependência da sinalização via CD30.

- **Sinalização celular e vias regulatórias em câncer: o papel da proteína FEZ1**

A proteína UNC-76 foi identificada como essencial para a fasciculação e alongação de axônios do verme *Caenorhabditis elegans*. Da mesma forma, a proteína ortóloga de mamíferos FEZ1 apresenta expressão em tecidos neuronais, e 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 (hub), capaz de interagir com inúmeras proteínas, naturalmente desovelada e se apresenta como um dímero em solução. Juntos, esses dados sugerem que a FEZ1 atua junto ao citoesqueleto como uma proteína adaptadora dimérica e bivalente. Essa hipótese é reforçada pelas observações de que a FEZ1 interage e colocaliza com elementos do citoesqueleto (e.g., tubulina, CLASP2) e proteínas motoras do tipo kinesina (KIF3A). Neste contexto, a superexpressão de FEZ1, em células HEK293, provoca o aparecimento de núcleos multilobulados (“*flower-like*”) em mais de 40% das células transfectadas. Tal fenótipo é comum em alguns tipos de leucemia e já foi associado à resistência das células tumorais a drogas. A proteína humana paróloga FEZ2, de expressão ubiquitária, pertence à família de proteínas FEZ e demonstramos que FEZ2 interage com as mesmas proteínas que a FEZ1 e com mais outras 19 proteínas. Isso pode sugerir que FEZ2 ganhou novas funções adicionais.

Os seguintes experimentos foram realizados no primeiro semestre de 2014: expressão de FEZ1 e seus fragmentos em bactéria, os quais serão utilizados em novos ensaios de anisotropia de fluorescência para transfecção em célula; clonagem e subclonagem de domínios de RAR, que também serão utilizados em ensaios de anisotropia e transativação; padronização da transfecção de RAR em células HEK293T para futuro ensaio de colocalização e análise de interactoma por espectrometria de massas; preparo de amostra para *cross-linking* de FEZ1-RAR em espectrômetro de massas, visando mapear a interface de interação entre FEZ1 e RAR; e cultivo de células-tronco embrionárias com gene FEZ2 nocauteado para futura geração de camundongos *knockout*.

- **Regulação de ADAMs em câncer oral**

A questão biológica da linha de pesquisa é estudar o 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. Os principais avanços destacados foram (1) estabelecimento de metodologia para validações dos candidatos a marcadores em câncer oral utilizando *tissue array*; (2) produção de ADAM17 recombinante, permitindo o avanço da determinação de sítios de clivagens de ADAM17 por espectrometria de massas; (3) validação de novas interações dos domínios não proteolíticos de ADAM17 e validação funcional desses ligantes; (4) padronização e realização de experimentos utilizando proteômica baseada em alvos; (5) estudo retrospectivo em amostras de pacientes com câncer oral utilizando tecidos fixados microdissecados associados a análise proteômica. Para o desenvolvimento desses projetos temos utilizado principalmente a instalação MAS e os laboratórios de Cultura de Células e de Purificação de Proteínas (LPP). Todos os projetos desenvolvidos são financiados pela FAPESP (Proc. 2010/19278-0) e CNPq (Proc. 470268/2013-1) nas modalidades Jovem Pesquisador e Edital Universal, respectivamente. Vale ressaltar que alguns projetos são realizados em colaboração com pesquisadores da Faculdade de Odontologia de Piracicaba-UNICAMP e Instituto do Câncer do Estado de São Paulo.

Quatro artigos científicos foram publicados no período: *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); e *Integrated proteomics identified up-regulated focal adhesion-mediated proteins in human squamous cell carcinoma in an orthotopic murine model* (PLOSOne 9, e98208, 2014).

- **Tráfego intracelular mediado por miosinas não-convencionais**

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. Neste trabalho, identificamos vários possíveis novos parceiros moleculares da MyoVa e, no primeiro semestre de 2014, realizamos experimentos de coimunoprecipitação, *pull-down* e localização celular para validar tais interações. Além disso, pelo menos 12 mutações no CBD da MyoVa foram analisadas por duplo híbrido em levedura, revelando os sítios de interação da MyoVa

com esses novos parceiros moleculares. Como perspectivas para o próximo semestre, podem ser citadas a confecção do manuscrito desses estudos funcionais e o início de uma investigação detalhada da fosforilação na conformação e função da MyoVa por uma abordagem multidisciplinar. Outros objetivos a médio e longo prazo incluem a comparação evolutiva com miosinas V de planta e inseto e a elucidação do papel funcional do domínio N-Terminal RA da miosina IX humana.

- **Inibição de células T regulatórias**

O alvo do projeto consiste em 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 efectoras. 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. Os resultados obtidos neste ano demonstram a possibilidade de utilizar a inibição de FOXP3 para inativar o fenótipo de Treg. O projeto é executado com recursos da FAPESP (Proc. 2012/13132-0) na modalidade Auxílio à Pesquisa Regular, com aditivo aprovado em 2014. Recursos adicionais estão sendo solicitados ao CNPq no Edital Universal.

- **Desenvolvimento de uma estratégia para eliminação de células tumorais metastáticas por meio da utilização de imunomoduladores veiculados por vetores virais recombinantes**

O objetivo do projeto é em desenvolver uma 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, que serão irradiadas e utilizadas como vacinas, inoculadas em animais recipientes de tumores singênicos. Num segundo momento, serão desenvolvidos vetores adenovirais 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.

Neste ano, foi padronizada a formação de tumores de melanoma metastático nos pulmões de camundongos e as linhagens contendo imunomoduladores foram estabelecidas e caracterizadas.

- **Caracterização estrutural do complexo Ragulator, regulador da sinalização por aminoácidos na via da quinase mTOR**

O complexo Ragulator é formado pelas proteínas MP1, p14, p18, c7orf59 e HBXIP e regula o heterodímero de GTPases Rag na via de sinalização por aminoácidos da quinase mTOR. Os objetivos deste projeto são: estabelecer um método de reconstrução *in vitro* do complexo Rag-Ragulator a partir de proteínas purificadas em *E. coli*; obter modelos estruturais dos complexos Ragulator e Rag-Ragulator integrando resultados de análises de SAXS, RMN, crosslinking/espectrometria de massas em combinação com ferramentas de modelagem e *docking*; realizar ensaios de cristalização com os complexos Ragulator pentamérico, Rag-Ragulator, heterodímero c7orf59 + HBXIP, e Rag-heterodímero, usando mutantes das GTPases Rag nos estados ativo e inativo. Durante o primeiro semestre de 2014, foram finalizadas as análises de SAXS com dados coletados para o complexo Ragulator, e realizadas análises de *crosslinking*-MS com o mesmo complexo. Com esses dados, foi possível construir um modelo estrutural do complexo Ragulator contendo as sequências completas de MP1, p14, c7orf59 e HBXIP e a sequência parcial de p18. A validação do modelo será iniciada com mutações sítio-dirigidas.

- **Estudos da biogênese das subunidades catalíticas das fosfatases 2A (PP2A, PP4 e PP6) e da função celular das holoenzimas**

PP2A é a principal fosfatase de fosfoserina e fosfotreonina de células animais e sua forma ativa é uma holoenzima heterotrimérica composta por uma subunidade catalítica, uma de ancoragem (PR65/A) e uma regulatória (B/B'/B"). A montagem da holoenzima ativa requer uma complexa série de interações e modificações pós-traducionais, envolvendo principalmente as proteínas $\alpha 4$, PTPA, PME-1, LCMT-1 e TIPRL. Este projeto tem o objetivo de elucidar os passos envolvidos na biogênese da PP2A, fundamentada na análise do perfil de interações, localização subcelular e atividade enzimática de versões mutadas da subunidade catalítica, e na resolução da estrutura da proteína TIPRL que é a única das proteínas citadas que ainda não teve sua estrutura determinada. Até o momento, foram obtidos cristais de TIPRL que difratam até 2,6 Å e esforços estão sendo investidos na produção da proteína marcada com selenometionina para a resolução de sua estrutura. Foram realizadas análises de SAXS, *crosslinking*-MS, ultracentrifugação analítica e gel-filtração analítica para a caracterização da proteína em solução, demonstrando a formação de dímeros em altas concentrações. Também está em andamento o processo de obtenção das linhagens com expressão estável dos mutantes de PP2Ac e caracterização funcional das proteínas mutadas.

- **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. Dentre 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. 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 SHP2 indicam que mutações causadoras da Síndrome de Noonan (D61G) e de leucemias (E76K) induzem a alterações de dinâmica conformacional nessa proteína e interferem na associação da SHP2 com a FAK. Dados cristalográficos do complexo de interação FAK/MEF2 também foram recentemente 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 desdiferenciação 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. Outros esforços têm sido realizados visando a uma melhor caracterização morfológica da hipertrofia e remodelamento cardíacos, assim como o

mapeamento da localização subcelular da FAK através 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.

- **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 desenvolver compostos que modulem os níveis de 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 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. Em 2013, a expressão das proteínas foi testada em diversas cepas de *E.coli* visando à obtenção das proteínas recombinantes na fração solúvel. Todas as proteínas foram obtidas na fração solúvel, porém com a presença de contaminantes. Foi iniciada a padronização da purificação das proteínas por afinidade seguida de troca iônica e/ou gel filtração, a fim de obter proteínas mais puras para o ensaio de *cross-linking*.

- **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, ainda 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. Foram realizados ensaios de diferenciação de C2C12 por períodos diversos com tratamento com rapamicina, um conhecido ativador de autofagia. A análise dos marcadores de autofagia (p62 e LC3) e da via de mTOR (S6K) foi realizada por *western blotting*. Este projeto não apresentou muito progresso neste semestre.

- **Fósseis cardíacos: um estudo paleontológico do sistema cardiovascular a partir da bacia do Araripe**

Projeto com um grau de evolução de 90%. Os mapeamentos das duas estruturas tentativamente atribuídas a restos cardíacos do peixe *R. buccalis* foram realizados utilizando técnicas como RAMAN, XFs, XANES e TOFF-SIMS, além de reconstrução detalhada das tomografias de contraste de fase por Raio-X de Síncrotron e comparações morfométricas com os corações de peixes viventes. Há elementos para crer que pelo menos uma das estruturas parece mesmo ser de origem cardíaca, tanto pelo critério de localização anatômica, quanto por presença de Fe (Ferro) como determinado por XFS e XANES. XFS e XANES mostram que o Fe da matriz é abundante, enquanto que o Fe do interior do fóssil é raro (XFS) e que a composição do Fe do fóssil é diversa da matriz, o que sugere conservação de Fe ligado à biologia do animal. Dados de RAMAN e TOFF-SIMS indicam a presença de orgânicos e de picos com presença de compostos que contém ligações C-N.

- **Origem evolutiva das redes regulatórias da segmentação cardíaca em câmaras de influxo e efluxo**

Projeto com um manuscrito em fase de redação. Análises comparativas de desenvolvimento em camundongos, galinhas e zebrafish mostraram que a sinalização pelo ácido retinóico é um mecanismo ancestral de vertebrados. Comparações com vertebrados primitivos, tunicados e cefalocordados indicam que a sinalização pelo ácido retinoico foi cooptada por vertebrados para a especificação das câmaras cardíacas, embora tenha surgido muito mais precocemente na evolução no ancestral comum de tunicados e vertebrados.

- **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. Após obtenção de recursos da FAPESP (proc 2013/08743-2), foi possível dar continuidade a este projeto. Foram registrados os avanços: (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. Este projeto destina-se a melhorar o entendimento das funções que são atribuídas a alguns receptores nucleares para a construção de modelos que expliquem seu modo de ação. Com isso, vários aspectos do metabolismo basal e de patologias como câncer e síndrome metabólica podem ser melhor evidenciados. Por fim, 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, já redigida e submetida à revista *Nuclear Receptor Research*, estando em fase de correções.

Dois artigos foram publicados relacionados a este projeto: *Identification of a New Hormone-Binding Site on the Surface of Thyroid Hormone Receptor (Molecular Endocrinology 28 (4): 534-545, 2014)* e *Nanostructured Sensors Containing Immobilized Nuclear Receptors for Thyroid Hormone Detection (Journal of Biomedical Nanotechnology 10 (5): 744-750, 2014)*

O Programa de Pesquisa em Patógenos tem por objetivos estudar mecanismos moleculares e químicos envolvidos na patogenicidade e virulência de patógenos de vegetais e de humanos; investigar mecanismos envolvidos no desenvolvimento e diferenciação dos patógenos, na interação com o hospedeiro e na liberação de

respostas de defesa; e estudar modelos biológicos de doenças vegetais e humanas causadas por bactérias e parasitas de forma a estabelecer estratégias para inibição da ação dos patógenos. O Programa conta com a participação de cinco pesquisadores, que desenvolvem sete projetos de pesquisa financiados por FAPESP e CNPq.

- **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 conta com financiamento da FAPESP (Proc. 2011/20468-1) na modalidade Projeto Temático. O objetivo do projeto é elucidar a estrutura e função de proteínas de citros identificadas como interatoras dos efetores tipo TAL de *Xanthomonas citri*. O principal resultado obtido no primeiro semestre de 2014 foi a obtenção de cristais da proteína CsMAF1, com o uso do Laboratório de Cristalização de Proteínas – ROBOLAB.

- **Estrutura e função de proteínas de fitobactérias envolvidas em adaptação do patógeno na hospedeira**

O objetivo do projeto é elucidar a estrutura e função de proteínas de fitobactérias envolvidas em adaptação e sobrevivência do patógeno na planta. O principal resultado obtido no primeiro semestre de 2014 foi a publicação de um artigo científico na revista *BMC Genomics*, intitulado *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).

- **Transportadores ABC de bactérias**

O projeto estudou 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. Dois artigos foram publicados no período: *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); e *Phosphate regulated proteins of Xanthomonas citri subsp. citri: A proteomic approach* (Journal of Proteomics 108C:78-88, 2014).

- **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 cacauzeiro, causada pelo basidiomiceto *Moniliophthora perniciosa*. Desde 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 estes, 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 está em fase de finalização para submissão 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 da integração de especialistas das áreas de fitopatologia molecular, biologia estrutural, química sintética e medicinal e agronomia. Pesquisadores do LNBio terão participação na elaboração e viabilização das rotas sintéticas para a obtenção dos compostos com potencial atividade antifúngica.

- **Transportadores ABC de *Mycobacterium tuberculosis***

O projeto 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 primários são 17 transportadores do tipo exportadores que formam complexos proteicos na membrana celular. No ano, foram clonados e avaliados a expressão dos 47 genes envolvidos na formação dos complexos. Cinco componentes de membrana diferentes 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 próximo passo será a reconstituição de três transportadores em lipossomos para ensaios de cristalização, difração de raios-X e ensaios funcionais de interação com drogas.

- **BACWALL – Estruturação de Complexos Moleculares da Parede Bacteriana envolvidos na Biossíntese e Virulência – CNRS, IBS**

A parede bacteriana é uma estrutura tri-dimensional 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. Em 2013-2014, os esforços foram concentrados na elucidação estrutural 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, foi iniciada a caracterização bioquímica e estrutural da macroglobulina MagD de *Pseudomonas* em complexo com proteínas parceiras periplasmáticas e do complexo flippase:PBP, essencial para a formação da parede bacteriana.

Dois artigos foram publicados no primeiro semestre de 2014 referentes ao projeto: *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) e *Resistance to antibiotics targeted to the bacterial cell wall* (Protein Science 23(3):243-59, 2014).

- **Secretoma e quinases de tripanosomatídeos**

Como no semestre anterior, foi dada continuidade aos experimentos e análises para comprovar um novo mecanismo regulatório por cálcio de peroxirredoxinas (Prxs) mitocondriais de tripanosomatídeos. A elaboração da primeira versão do manuscrito rendeu novas ideias e sugestões de experimentos que poderiam fortalecer as interpretações do grupo. Assim, foram realizadas mais 8 mutações pontuais, bem como a produção e caracterização desses mutantes perante oligomerização. Tais dados confirmaram os determinantes estruturais para a dependência de cálcio das Prxs mitocondriais e como um resíduo de histidina atua como um biosensor de pH para desencadear a oligomerização dessas enzimas. Espera-se que o trabalho seja concluído e publicado no próximo semestre, bem como realizados os estudos com as nucleosídeos difosfato quinases, que também estão relacionados aos elementos estruturais chave para a oligomerização e inibição. Em médio e longo prazo, pretende-se avançar nos estudos com as NEKs de tripanosomatídeos, abundantes nesses parasitas, porém não se sabe suas funções e características estruturais.

O Programa de Pesquisa em Engenharia Biológica tem por objetivos 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 participação de oito pesquisadores, responsáveis por seis projetos de pesquisa e desenvolvimento.

- **Plataforma Biotecnológica de Produção de Esteróides – IAC**

A diosgenina é uma sapogenina esteroidal 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. No primeiro semestre de 2014 foi estabelecida uma colaboração científica com a profa. Ana Vianna, da UFSC, para treinamento da equipe técnica do LNBio nos procedimentos de produção de mudas por micropropagação e aclimação de mudas em casa de vegetação. A parceria com o CTBE para o escalonamento da hidrólise enzimática da biomassa do barbasco foi consolidada e no momento está sendo realizada o processamento de 100 kg de farinha de barbasco na planta piloto do CTBE. 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 o catalisador químico da etapa de oxidação de Oppenauer por uma catálise enzimática, utilizando como biocatalisador uma enzima da via de oxidação do colesterol, produzida de maneira recombinante no LNBio.

- **Enzimas com aplicações biotecnológicas: estrutura, função, estabilidade e engenharia molecular**

Neste semestre, foi concluído o estudo mecanístico das enzimas da família GH43 que foi publicado na revista *Journal of Biological Chemistry* com o título *Mechanistic strategies for catalysis adopted by evolutionary distinct family 43 arabinanases*. Em síntese, foram explicadas as bases estruturais para o papel do cálcio na função dessas enzimas e redesenhada a função de uma enzima exo para endo por engenharia molecular, com melhoramento de atributos funcionais como K_m e K_{cat} . Além disso, foi realizado um estudo detalhado das bases moleculares para a estimulação de raras beta-glicosidases pelo produto que foi publicado na revista *Acta Crystallographica Section*

D com o título *Structural basis for glucose tolerance in GH1 β -glucosidases*. As análises revelaram que a geometria da entrada do sítio ativo restringe a entrada de glicose livre, que contribui para a tolerância de inibição pelo excesso de glicose em solução. Para o próximo semestre, espera-se concluir a investigação molecular do sistema xilanolítico do fitopatógeno *Xanthomonas axonopodis* pv. Citri, que tem papel chave na virulência e crescimento desta bactéria, além de confeccionar o manuscrito dos estudos estruturais com as xiloglicanases resolvidas por MAD-SeMet e SIRAS-Iodo no período anterior.

- **Caracterização estrutural e funcional de enzimas lipolíticas**

Este projeto tem como objetivo a caracterização estrutural de novas enzimas lipolíticas isoladas de ambientes contaminados com dejetos de indústrias químicas. Em 2013, foram finalizados todos os ensaios de cinética e caracterização funcional de três destas enzimas e obtidos, dados de difração de três delas e de dois mutantes do sítio catalítico, assim como a resolução de suas estruturas tridimensionais. Também foram realizadas análises de bioinformática para estudos de evolução dirigida. Os mutantes desenhados nessas análises foram purificados e estão sendo usados em ensaios com diferentes substratos para comparação com os demais. As proteínas mostraram capacidade de degradar ácidos graxos e gorduras de cadeias curta e longa e estão sendo analisadas para a preparação de coquetéis que serão testados em ensaios de microcosmos. Parte do trabalho vem sendo realizado na Universidade de Cambridge, em colaboração com o Dr. Marko Hyvonen.

- **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 mecanísticos, 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. Neste semestre, a 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 Madrid realizando parte dos experimentos relacionados a este projeto.

- **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. Não houve resultados relevantes no primeiro semestre de 2014.

- **Engenharia e Desenvolvimento de Vetores para Transferência Gênica**

O alvo deste projeto consiste em desenvolver e aprimorar diferentes plataformas de transferência gênica que possibilitem a veiculação de cassetes de expressão ou de RNAi para células alvo. Atualmente 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. Ensaios preliminares indicam sucesso da estratégia. Ensaios 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 cargas em aptâmeros de RNA está sendo desenvolvida.

O objetivo do Programa de Bioinformática é conduzir projetos de desenvolvimento e aplicação de ferramentas baseadas em bioinformática 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, com o objetivo de disponibilizar tais ferramentas para utilização pelos pesquisadores internos e para a comunidade científica e empresarial brasileira. O programa conta hoje com três pesquisadores, envolvidos nas atividades descritas a seguir.

- **Bioinfo4Biotech – Núcleo de Bioinformática para Aplicações Biotecnológicas**

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. Ao mesmo tempo em que tem potencial para um melhor entendimento do sistema biológico, 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 objetivo do projeto é a criação de um Núcleo de Bioinformática com potencial de atuação nas três grandes subáreas, distribuídas em três sub-núcleos, a saber: bioinformática estrutural (StrBioinfo); armazenamento, processamento e análise de dados em ciências 'ômicas' (Bioinfo4Omics); e bioinformática de sistemas biológicos (Bioinfo4SB). Nesse modelo, cada um dos subnúcleos pode ser utilizado isoladamente ou de forma sinérgica, de acordo com o problema biotecnológico de interesse. Para tal,

será necessário investimento em infraestrutura e em pessoal. Essa iniciativa é única no Brasil, pois une várias complexidades de Bioinformática com um grupo de excelência em biologia experimental.

- **StrBioinfo – Métodos de análise de interação proteína-proteína *in silico***

Esta linha de pesquisa visa o 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.

- **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 da área de biologia estrutural. Neste sentido, a aplicação de técnicas computacionais que auxiliem 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. Assim, procurando contribuir para a área de análise, nós desenvolvemos um algoritmo de análise de cavidades proteicas que permite uma identificação rápida e acurada de várias propriedades topológicas e físico-químicas, divulgado no artigo *KVFinder: Steered Computational Identification of Cavities within Protein Structures* (BMC Bioinformatics 15(1):197, 2014).

- **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 sejam incompletos ou pouco entendidos. Estes modelos permitem o

entendimento da função biológica através da avaliação estrutural levando em conta parâmetros termodinâmicos obtidos a partir de avaliação conformacional por mecânica molecular e métodos estatísticos.

- **StrBioinfo – 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). Em 2007, entretanto, foi publicado na revista Nature Medicine que a bactéria E. coli é capaz de se ligar diretamente a um receptor de IgG, nomeado de CD16, e inibir 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, através da análise estrutural de outros receptores e de outras bactérias.

- **Bioinfo4Omics – Ferramenta de análise de dados de espectrometria de massa**

A nossa colaboração com pesquisadores do Brasil e dos Estados Unidos na análise de dados de espectrometria de massa auxiliou no entendimento da ubiquitinação de proteínas após o processo inflamatório. Nós mantivemos a colaboração com o grupo da UNIFESP que estuda o fungo *Paracoccidioides brasiliensis* causador da Doença de Lutz-Splendore-Almeida, uma doença pulmonar. O entendimento da biologia desse fungo pode ajudar no desenvolvimento de um novo fármaco para a cura dessa doença. O artigo *Proteome of cell wall-extracts from pathogenic Paracoccidioides brasiliensis: Comparison among morphological phases, isolates, and reported fungal extracellular vesicle proteins* foi publicado no período (EuPA Open Proteomics 3: 216–228, 2014).

- **Bioinfo4SB – Modelagem dinâmica e estrutural de redes biológicas e descoberta de alvos e drogas**

Este projeto tem como foco o desenvolvimento de novos módulos (pipelines) dentro de uma plataforma integrativa, recentemente desenvolvida em nosso laboratório, para (i) o processamento e análise estatística de dados oriundos de transcritômica, proteômica e metabolômica, (ii) a construção de redes condicionais e estruturais a partir desses dados, e (iii) a 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, em particular o interactoma das Neks (NIMA-related kinases) e o interactoma de carcinoma e melanoma, 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 anti-câncer. Pretendemos ainda, a partir dessa proposta, implementar uma linha de pesquisa em Biologia de Sistemas em nosso laboratório, 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 a câncer e descoberta de drogas.

O artigo *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* foi publicado no período (PLoS ONE 9(6): e100385, 2014).

- **Computação de Alta Performance voltada pra Bioinformática – ACCamargo Cancer Center, UNIFESP (UFRN), USP**

A proposta visa a aquisição e estabelecimento de um cluster de alta-performance voltado para análises computacionais aplicados à genômica. A disponibilidade de diversos sequenciadores de nova-geração tem gerado um gargalo no processamento e análises computacionais dos dados gerados. Os grupos envolvidos nessa proposta têm muita experiência com dados de sequenciamento e estão (e estiveram) diretamente envolvidos em vários projetos na área de genômica. A proposta engloba também a execução de dois cursos sobre processamento e análise de dados genômicos, abertos à comunidade interessada.

- **Rede Nacional de Bioinformática – LNCC, UFMG**

O presente projeto pretende primeiramente identificar no país 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, como as grades computacionais, computação na nuvem, entre outras, para plataformas de desenvolvimento de softwares na área de Bioinformática. Desta forma, serão necessários investimentos expressivos direcionados em bioinformática, para atender às demandas crescentes desta área. Atualmente estamos prospectando recursos para o estabelecimento da Rede junto ao MCTI na ordem R\$ 1,8 milhões, que serão utilizados para a aquisição e atualização de clusters computacionais de alto desempenho.

3.4 Parcerias Tecnológicas e Institucionais

O primeiro semestre de 2014 foi marcado pela continuidade dos projetos de pesquisa e desenvolvimento em cooperação com a indústria, refletindo o investimento nos objetivos estratégicos do LNBio de identificar novas áreas de atuação estratégica em biociências e biotecnologia e 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.

O LNBio possui atualmente seis acordos de cooperação científica e tecnológica vigentes com empresas, um número que corresponde à média de acordos vigentes no Laboratório nos últimos três anos (Figura 3.9). No primeiro semestre de 2014, houve a liberação de recursos relacionados a acordos com AIS no montante de R\$ 4.812.500, a serem executados nos projetos LIMA (R\$ 2.300.000 do BNDES e R\$ 2.500.000 do Ministério da Saúde – MS) e ColOff (R\$ 12.500). O Projeto LIMA também contou com a liberação de R\$ 2.500.000 do MCTI, recebidos por meio do 8º. Termo Aditivo ao Contrato de Gestão 2013 do CNPEM.

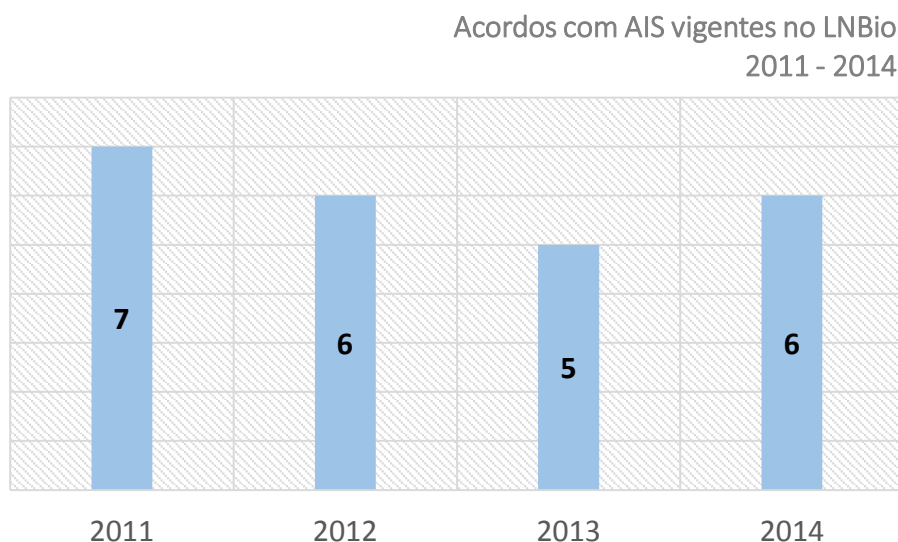


Figura 3.9: Número de acordos em parceria com empresas dos setores Agricultura, Indústria e Serviços vigentes no LNBio de 2011 a 2014.

Os projetos para desenvolvimento de fármacos para doenças negligenciadas *New Medicines for Trypanosomatidic Infections – NMTrypl*, coordenado e financiado pela *European Commission* por meio do *Seventh Framework Programme (FP7)*, e para a validação e customização de softwares e implementação de ensaios de HCS para *T. cruzi* e *Leishmania*, financiado pelo *Drugs for Neglected Diseases Initiative (DNDi)*, tiveram os recursos liberados para execução no primeiro semestre de 2014, e

encontram-se em andamento sob a coordenação do Dr. Lucio Freitas do Laboratório de Bioensaios (LBE). Recursos adicionais da ordem de US\$ 200 mil estão em negociação com o *DNDi* para desenvolvimento de projeto de cooperação científica em doenças negligenciadas.

Merece destaque também a negociação com a empresa Brasil Kirin, envolvendo projetos de biotecnologia para o desenvolvimento de novos biocatalisadores para produção de bebidas alcoólicas e não alcoólicas, com recursos totais da ordem de R\$ 800 mil e previsão de início das atividades em 2014.

Em relação à prospecção de recursos relacionados à inovação, O LNBio participou da elaboração de projeto para estruturação de NIT submetido à Chamada Pública 92/2013 do CNPq, bem como do projeto de financiamento amplo submetido pelo CNPEM à EMBRAPAII no primeiro semestre de 2014 na área estratégica de aproveitamento de biomassa vegetal. Ambos os projetos estão em fase de julgamento.

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, e duas propostas com a empresa Eurofarma iniciadas em 2014. 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) e de Espectrometria de Massas (MAS). Outras frentes de trabalho continuam em negociação aberta com as empresas Cristália e APSEN, também farmacêutica.

Os principais avanços obtidos no primeiro semestre de 2014 nos projetos de pesquisa e desenvolvimento em parceria com empresas são apresentados a seguir.

- **Recepta Biopharma: Projeto LIMA – Geração de linhagens celulares produtoras de proteínas recombinantes e de banco de linhagens celulares**

O projeto recebeu a denominação LIMA (Linhagens + *Master Cell Bank*). Seu objetivo é suprir uma deficiência na cadeia brasileira de medicamentos biológicos. Cada proteína recombinante é produzida por um clone celular específico, responsável pela produção industrial por décadas. Pequenas variações na produtividade, ou na qualidade da proteína produzida apresentam grande impacto na competitividade das empresas. É estratégico que a tarefa de criação e estocagem dos clones seja realizada no Brasil. A certificação BPF/GMP (Boas Práticas de Fabricação / Good Manufacturing Practices) também é necessária para que as proteínas produzidas por esses clones obtenham registro em agências regulatórias (ANVISA, FDA e EMA entre outros). A parceria com

a Recepta viabilizou o projeto no LNBio/CNPEM por meio de transferência de tecnologia e encomenda dos cinco primeiros clones.

No primeiro semestre de 2014, foram aportados recursos do MCTI (8º aditivo ao contrato de gestão – Biotec) e do MS (Siconv). Também foi formalizada a contratação do BNDES-Funtec. Na parte de execução, foram realizadas as seguintes atividades com o apoio da consultora 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). Foi também contratada uma nova colaboradora para atuar na área de qualidade e certificação GMP. Realizamos ainda a avaliação competitiva de empresas de engenharia 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. A M + W criará o projeto executivo da reforma pelo valor de R\$ 448 mil e terá prazo até o início de dezembro para a conclusão do projeto.

- **Recepta Biopharma: Controle de qualidade de medicamentos biológicos**

A complexa cadeia de produção de medicamentos biológicos apresenta também uma lacuna na área de controle de qualidade. Em se tratando de macromoléculas produzidas por seres vivos, há numerosos fatores de variação decorrentes da diferença de clones, biorreatores, processos produtivos e também variações entre lotes de produção. Essas variações, ainda que pequenas, podem produzir grande impacto na eficácia e segurança desses medicamentos. Por isso, as autoridades regulatórias são exigentes nos testes de controle de qualidade para certificação BPL/GLP (Boas Práticas de Laboratório / Good Laboratory Practices). A empresa Recepta Biopharma está interessada em realizar seus testes no LNBio. Este projeto foi submetido ao sistema Siconv, mas não recebeu apoio devido a inadequações formais. Espera-se submetê-lo novamente com as devidas adequações no final de 2014.

- **ColOff: Desenvolvimento de kit diagnóstico para diarreia**

Este projeto é desenvolvido em parceria com a empresa ColOff e foi aprovado pela FINEP em 2013. Durante os próximos três anos, será realizada pesquisa e desenvolvimento de um teste rápido para diagnóstico *in vitro* do tipo *Point-of-Care* que atue como exame imunocromatográfico das fezes, capaz de diagnosticar o agente etiológico de doenças do sistema gastrointestinal, podendo inclusive detectar doenças

negligenciadas, com triagem sorológica imediata. O objetivo é desenvolver um protótipo de teste rápido, eficaz e de baixo custo para o rastreamento simultâneo de três formas de infecção causadoras de doenças diarreicas por meio da detecção de biomarcadores de infecção viral, bacteriana e por parasitas. Este tipo de teste poderá ser utilizado em qualquer localidade sem a necessidade de equipamentos e treinamentos específicos e caros. Desta forma, a administração de um tratamento mais indicado poderá ser aplicada de forma mais eficaz e direcionada.

Após a assinatura do contrato em fevereiro, tivemos alguns obstáculos a serem superados, como a aprovação dos testes que serão realizados pelo CEP e CONEP. Devido à falta de definição do laboratório de análises clínicas associadas, as aprovações não foram obtidas. Neste sentido, trabalhamos em duas vertentes: 1. Prospecção de acordo de cooperação com um laboratório de análises clínicas, que está em andamento após contato com o Prof. Dr. Carlos E Levy (UNICAMP); 2. Solicitação e aprovação de adiamento desta exigência junto à Finep, condicionando-a à segunda etapa de liberação de recursos do projeto. 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. Estão em andamento 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.

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

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 pelo LNBio. Até o momento, a parceria concentrou-se no estudo de microvesículas, fragmentos celulares circulantes relacionados ao estabelecimento de metástases. No primeiro semestre de 2014, tiveram continuidade os 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 portadores de melanoma.

- **Phytobios**

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 de acordo com os modernos padrões de bioprospecção que incluem: identificação botânica precisa, depósito de material testemunha em herbário certificado, localização por GPS, coleta em quantidade suficiente para a execução de todos os testes e conservação apropriada. 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 ao Cerrado nordestino para a coleta de novas espécies vegetais, dentro dos mesmos padrões acima. Esperar-se, para novembro de 2014, a recepção no LNBio de cerca de 500 frações de extratos (já incluídas as 200 anteriores) para realizar campanha de triagem (HTS/HCS) buscando descobrir um antidepressivo inovador proveniente da biodiversidade brasileira (projeto RENAMA *in vitro*).

- **Chromadex**

A parceria com a empresa Chromadex (California EUA) foi formalizada no primeiro semestre de 2014. O LNBio receberá no segundo semestre de 2014 cerca de 2.000 frações de estratos e produtos naturais purificados para testes diversos de atividade biológica. O primeiro teste a ser realizado será a triagem para atividade antidepressiva (projeto RENAMA *in vitro*).

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

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 (Boldrini), Jorg (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, serão realizados testes com amostras comerciais de células leucêmicas humanas.

- **Natura: Plataforma Tecnológica da Biologia da Pele**

O convênio com a empresa natura que visa ao compartilhamento de horas de uso da plataforma de HTS/HCS do LNBio foi prorrogado por mais 30 meses, prevendo-se no total a utilização de cerca de 1500 horas de uso da plataforma de triagem de compostos bioativos do Laboratório de Bioensaios (LBE). No primeiro semestre de 2014, 4 horas de equipamento foram utilizadas pela empresa.

- **UNIMORE: New medicines for Trypanosomatid Infections (NMTrypl)**

Trata-se de projeto montado por um consórcio de 13 entidades oriundas de nove diferentes países, coordenado e financiado pela *European Commission* por meio do *Seventh Framework Program (FP7)*. O LNBio foi escolhido de acordo com as publicações e *know-how* presentes no grupo do Prof. Lucio Freitas, mais especificamente em relação ao seu trabalho *Knowledge of HCS/HTS for kinetoplastid parasites for primary and secondary screenings*. O LNBio recebeu o primeiro aporte de recursos do projeto no primeiro semestre de 2014 e será responsável pela execução de triagens de compostos por meio de ensaios fenotípicos na Plataforma Cell::Explorer da PerkinElmer do Laboratório de Bioensaios - LBE. O projeto coloca o LNBio no cenário internacional de desenvolvimento de drogas voltadas a doenças negligenciadas.

- **DNDi – Drugs for Neglected Diseases Initiative**

O projeto para a validação e customização de softwares e implementação de ensaios de HCS para *T. cruzi* e *Leishmania*, financiado pelo *Drugs for Neglected Diseases Initiative (DNDi)*, teve o recurso liberado para execução no início do primeiro semestre de 2014, e encontra-se em andamento sob a coordenação do Dr. Lucio Freitas do Laboratório de Bioensaios (LBE).

- **FIOCRUZ**

Prosseguem as tratativas para celebração de parceria entre o LNBio e a FIOCRUZ/RJ. Está agendada para o início do segundo semestre de 2014 a visita ao LNBio do vice-presidente de pesquisa da FIOCRUZ, Rodrigo Stabile e do Diretor de Farmanguinhos, Hayne Felipe. Independentemente da formalização de uma parceria mais ampla, colaboradores do LNBio já estão interagindo com membros da FIOCRUZ e prestando assessoria para o desenvolvimento de fármacos do projeto PDTIS.

- **Participação em Redes Estratégicas – RENAMA**

A Rede Nacional de Métodos Alternativos (portaria nº 491, de 03.07.2012 do MCTI) apresentou grandes avanços no período. Foi aberto e concluído o edital 01 da RENAMA para a realização gratuita de testes *in silico* (simulações realizadas por computador) para o desenvolvimento de fármacos e cosméticos. Foram aprovadas 19 propostas das instituições: Fiocruz/Farmanguinhos, Cristália, Eurofarma, Grupo Boticário, Natura Cosméticos e Inforium Educacional. Os testes serão executados no segundo semestre de 2014 e primeiro semestre de 2015. Espera-se impacto importante na redução do uso

de animais de laboratório e na aceleração e facilitação dos projetos inovadores dessas instituições.

O projeto de testes *in vitro* avançou com a melhoria do planejamento e aquisição e/ou encomenda e dos insumos. O insumo de maior complexidade é constituído por linhagens de células de mamíferos que expressam proteínas humanas recaptadoras dos neurotransmissores serotonina, noradrenalina e dopamina. Essas linhagens serão usadas em processos de triagens de bibliotecas de produtos naturais fornecidas pela Phytobios e Chromadex. Os testes devem ser realizados no segundo semestre de 2014.

Prospecção Tecnológica

O LNBio tem como um de seus eixos de atuação o apoio à inovação tecnológica em empresas. Neste sentido, são criadas parcerias e redes tecnológicas colocando à disposição de empresas, indústrias e até mesmo de instituições de ensino e pesquisa seu corpo de pesquisadores e técnicos altamente qualificados para a realização de trabalhos científicos importantes para aplicações tecnológicas. Configura-se, portanto, não só um órgão de grande poder de resposta aos cenários futuros, como também um centro que participa da produção científica de excelência, estando atualizado com as tecnologias emergentes em seus setores e áreas. Esta capacitação interna permite trabalhar com as empresas gerando soluções tecnológicas condizentes com as tendências mundiais, como é o caso da parceria do LNBio com uma grande empresa de bebidas, Brasil Kirin. Mais especificamente, o pesquisador Mario Murakami fará uso de seu conhecimento em otimização de enzimas e bioquímica de carboidratos para propor melhorias no tratamento de biomassa realizado no processo de produção de cerveja. Outro exemplo se refere ao trabalho realizado pelos grupos ligados ao Laboratório de Espectroscopia e Calorimetria e ao Laboratório de Espectrometria de Massas, que têm usado suas competências técnicas em estudos biofísicos de macromoléculas na resposta a vários questionamentos realizados pela ANVISA para o registro de produtos farmacêuticos biológicos. Neste contexto, o LNBio não possui atividades voltadas especificamente à prospecção tecnológica, no entanto, ao prover constante capacitação do seu RH e de sua infraestrutura aberta a multiusuários, torna-se capaz de ser atrativo às empresas inovadoras, que necessitam de auxílio científico para responder suas questões tecnológicas nas áreas de biociências, biotecnologia e fármacos.

Gestão da Inovação

Frente à missão e aos objetivos estratégicos do Eixo 3, o setor de gestão de inovação do LNBio realizou atividades voltadas à ampliação da cooperação com empresas em projetos de pesquisa, desenvolvimento e inovação nas áreas de biotecnologia e fármacos, e ao apoio e articulação das competências internas com instituições inovadoras externas. Tais interações compreendem, mas não se limitam a: alinhamento estratégico e negocial com os parceiros; condições de exploração; alinhamento com políticas públicas nacionais; definição de projetos; forma de remuneração (ex. royalties); adequação às legislações cabíveis (incluindo CGEN); auxílio técnico ao jurídico do CNPEM; detecção de oportunidades; transferência de tecnologias; viabilidade da apropriação intelectual dos resultados; negociação da propriedade intelectual; confidencialidade e publicidade dos projetos; negociação de Propostas Comerciais (serviços especializados); auxílio na avaliação da liberdade de Operação (Freedom to operate - FTO); acompanhamento administrativo dos projetos; contratação de escritórios de Propriedade Intelectual; auxílio na obtenção de financiamentos governamentais; disseminação e acesso aos conhecimentos produzidos no âmbito do CNPEM e o conseqüente fomento à inovação. Em suma, o setor de inovação do LNBio realizou, no primeiro semestre de 2014, atividades voltadas à criação de condições favoráveis às interações com parceiros externos, realizando uma interface nas negociações com 22 entes, sejam instituições ou empresas.

3.5 Iniciativas de Capacitação e Treinamento

3.5.1 Seminários e Palestras

O LNBio realiza, semanalmente, reuniões científicas sobre temas atuais que refletem o estado da arte nas áreas de especialidade dos pesquisadores convidados, constituindo uma importante oportunidade de atualização e realização de discussões científicas de alto nível. Os palestrantes são 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. No primeiro semestre de 2014 foram realizados 13 seminários, dos quais oito foram conduzidos por Pesquisadores do LNBio, um por convidado da USP e quatro por convidados internacionais, da *University of Cambridge* e da *University of Durham*, ambas na Inglaterra, da *Stanford University*, dos Estados Unidos, e do *The Weizmann Institute of Science*, de Israel (Tabela 3.4).

Além disso, os Pesquisadores do LNBio ministraram aulas e palestras, convidados por coordenadores de disciplinas de pós-graduação de Instituições de Ensino e Pesquisa, participaram de bancas examinadoras de dissertações, teses e qualificações e apresentaram trabalhos em congressos nacionais e internacionais.

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.
Silvy 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.
Adriana Paes Leme	Are we ready for Targeted Proteomics in a context of Biomarkers and Therapeutic targets?
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

Tabela 3.4. Palestrantes e temas apresentados nas reuniões científicas do LNBio durante o primeiro semestre de 2014.

3.5.2 Eventos de Capacitação

O LNBio não realizou eventos de capacitação durante o primeiro semestre de 2014, porém as seguintes atividades foram realizadas para a concretização do curso a ser ministrado no segundo semestre de 2014.

Curso de Desenvolvimento Pré-Clínico de Medicamentos Biológicos: promovido e financiado pelo Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovação (MCTI), por meio do Centro Brasileiro-Argentino de Biotecnologia (CBAB/CABBIO), e o Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq). O evento será realizado entre os dias 8 e 19 de setembro de 2014, nas instalações do LNBio, em parceria com o Centro de Biotecnologia (CBiot) da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS). O curso conta com 100 inscritos brasileiros, provenientes de institutos acadêmicos e empresas privadas. Os interessados no evento serão submetidos a um processo de avaliação de currículo para seleção de 15 participantes. O curso contará ainda com a participação de estudantes da Argentina, Paraguai, Uruguai, Colômbia e Cuba.

3.5.3 Eventos Científicos

O LNBio/CNPEM e a RENAMA promoveram, no dia 12 de março de 2014, das 9h30 às 12h00, o evento “Testes *in silico* na Pesquisa e Desenvolvimento de Fármacos e Cosméticos”. O encontro abordou as principais características e aplicações dos testes *in silico*, assim como os softwares disponíveis para a realização destes ensaios no LNBio e as informações obtidas por meio destes programas. 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 evento contou com 21 inscritos, dos quais 16 estiveram presentes. Das sete empresas/institutos de pesquisa que tiveram propostas aprovadas no Edital Renama n.01, cinco contaram com a participação de representantes neste minissimpósio.

Em relação aos eventos científicos agendados para o segundo semestre de 2014, foram realizadas as seguintes atividades:

Workshop on Recent Advances and Applications in Confocal and Widefield Microscopy: o evento, organizado em parceria com a empresa Leica Microsystems, acontecerá entre os dias 6 e 8 de agosto de 2014 no campus do CNPEM. O período de inscrições para o evento foi encerrado no dia 31 de maio. Ao todo, 165 pessoas se inscreveram para participar do Workshop. Inicialmente, o evento atenderia 100 participantes, capacidade máxima do Auditório do Anel. Contudo, devido ao grande número de interessados, a contratação de um serviço de transmissão simultânea está sendo analisada pelo comitê organizador do evento. Pretende-se, dessa forma, transmitir as palestras em tempo real no Auditório do CTBE, possibilitando a participação de todos os interessados no evento.

V Proteomics Workshop: a quinta edição deste evento reconhecido pela comunidade acadêmica de espectrometria de massas e proteômica acontecerá nos dias 5 e 6 de novembro de 2014. Neste primeiro semestre de 2014, houve a produção do website e da proposta de patrocínio do evento. Esta proposta deve ser encaminhada para empresas da área ainda durante o mês de julho.

3.5.4 Orientação e Supervisão

O LNBio contribuiu para a formação de 54 alunos de doutorado, 19 de mestrado, 9 de iniciação científica e 3 de treinamento técnico durante o primeiro semestre de 2014 (Figura 3.10). Observa-se um aumento no número de bolsistas de doutorado em 2014, que considerados em conjunto com os 26 pós doutorandos atualmente em supervisão no LNBio, representam 72% do total de bolsistas do LNBio. Isso 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.

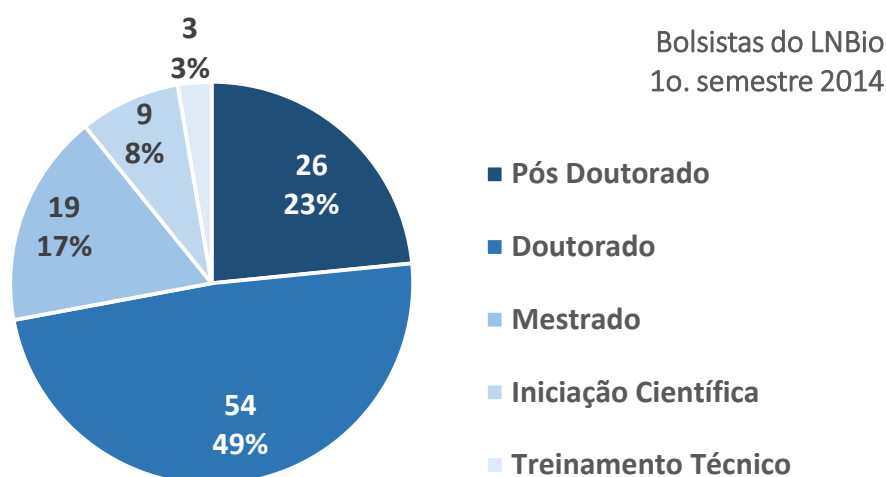


Figura 3.10: Número de bolsistas com projetos em desenvolvimento no LNBio durante o 1º. Semestre de 2014.

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 23 novas bolsas concedidas em 2014 somam um montante de recursos de R\$1.982.762 (Figura 3.11), considerando-se as mensalidades e reservas técnicas, para utilização durante a vigência dos projetos. O apoio à formação de alunos de pós-graduação se dá por meio do credenciamento de pesquisadores orientadores em Programas de Pós Graduação regulares de Instituições de Ensino e Pesquisa, como Unicamp e USP.

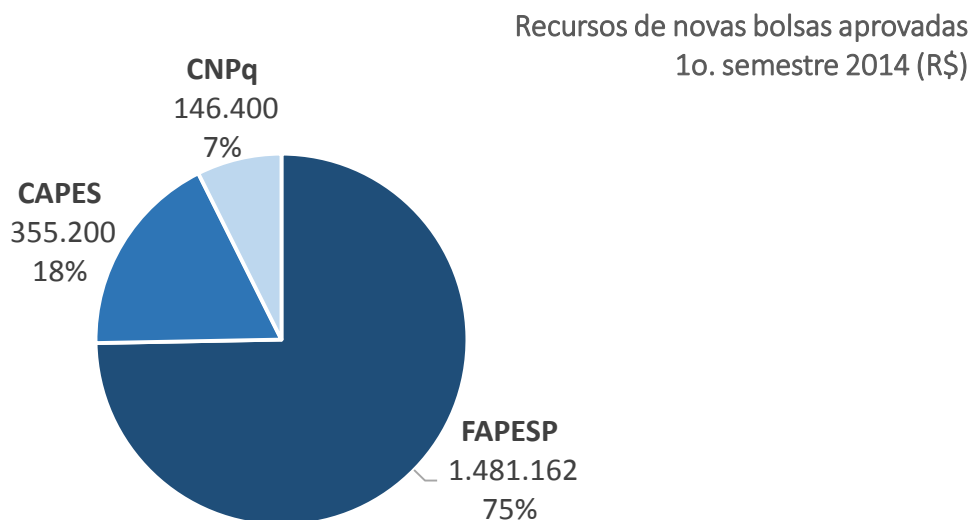


Figura 3.11: Recursos obtidos pelos pesquisadores do LNBio com a aprovação de novas bolsas no 1º. Semestre de 2014. Os valores consideram a vigência completa das bolsas, e incluem recursos de reserva técnica.

3.5.5 Educação Não-Formal

No primeiro semestre de 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 mini laboratório 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.

A 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, como usar as ferramentas disponíveis e comunicar o que estão vendo. 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 muito 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 em nosso site: WWW.LNBIO.CNPEM.BR/EDUCATION, e também no site da ONG: WWW.AAQQ.ORG.BR. Estamos trabalhando em materiais para divulgação, e em uma apostila com sugestões de atividades. Artigos em jornais:

A Cientista da Comunidade - Folha de São Paulo, 08/02/2014

Ciência para o Bem da Comunidade - Jornal da Cidade de Bauru, 16/02/2014

Física dos Sonhos - Revista Você S/A - Abril/2014

3.6 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. Atualmente está sendo finalizado o projeto executivo da Fase I, com previsão de início em setembro e conclusão no final de novembro de 2014. As Instalações beneficiadas por essa etapa da reforma serão o LEC, LBE e LQPN. Isso possibilitará a acomodação do novo “Centro de Descoberta e Desenvolvimento de Fármacos”, que será constituído pelo LBE, 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.

As Instalações Abertas do LNBio totalizaram 9.501 horas de uso de equipamentos distribuídas entre os quatro eixos do CNPEM (Figura 3.12): Atendimento a Usuários Externos (Eixo 1); Pesquisa e Desenvolvimento *in house* (Eixo 2); Apoio à Geração de Inovação nos setores AIS (Eixo 3); e Capacitação, Treinamento e Extensão (Eixo 4).

HORAS UTILIZADAS POR EIXO DO CNPEM

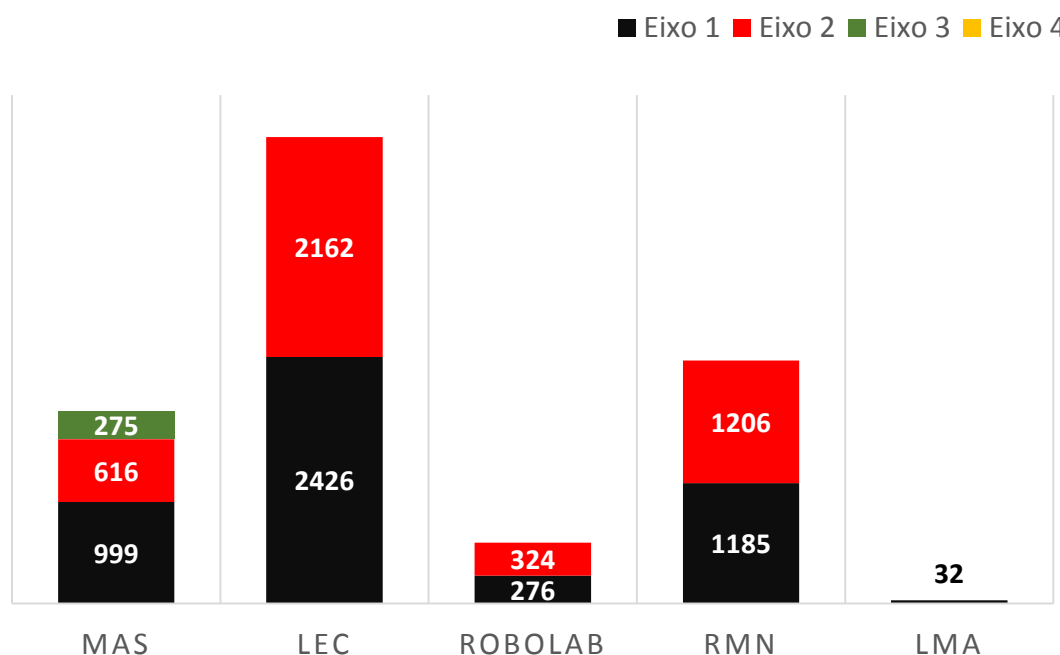


Figura 3.12: Número de horas de equipamento utilizadas por Eixo de Atuação do CNPEM nas Instalações Abertas do LNBio. Eixo 1. Atendimento a Usuários Externos; Eixo 2. Pesquisa e Desenvolvimento *in house*; Eixo 3. Apoio à Geração de Inovação nos setores da Agricultura, Indústria e Serviços (AIS); Eixo 4. Capacitação, Treinamento e Extensão.

As demais Instalações do LNBio, ainda não abertas via Portal de Serviços do CNPEM, são utilizadas de acordo com suas especificidades para o atendimento dos projetos de pesquisa e desenvolvimento internos do LNBio, bem como para a execução de projetos colaborativos e em parceria com empresas. O detalhamento das melhorias de infraestrutura e operação das Instalações Laboratoriais do LNBio será apresentado a seguir, iniciando pelas Instalações Abertas.

3.6.1 Laboratório de Espectrometria de Massas (MAS)

Neste semestre não houve aquisição de novos equipamentos nem alteração nos turnos de operação do MAS. O equipamento Q-ToF ULTIMA ficou parado em algumas semanas por instabilidade, porém foi reparado e já encontra-se em operação. O MAS dedicou um total de 1890 horas de equipamento ao atendimento de usuários, à pesquisa interna e ao atendimento de projetos com empresas (Figura 3.12).

3.6.2 Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear (RMN)

O RMN dedicou no primeiro semestre de 2014 um total de 2.391 horas de equipamento ao atendimento a usuários externos e internos (Figura 3.12). A sala de preparação de amostras foi transferida para uma área dentro da sala dos magnetos, facilitando o acesso de usuários e otimizando o desenvolvimento dos projetos.

3.6.3 Laboratório de Espectroscopia e Calorimetria (LEC)

Durante o primeiro semestre de 2014, foram consolidadas as modificações no modo de agendamento dos experimentos, que passou a ser feita pelo próprio usuário no Portal de Serviços do CNPEM. Isso melhorou a fluidez/logística do uso do laboratório, facilitando o agendamento e modificações na agenda. Com isso, o LEC contabilizou a utilização de 4.588 horas de equipamentos para o atendimento a usuários e pesquisa interna (Figura 3.12).

Também foi realizada a troca dos espelhos dos espectropolarímetros (CD), um dos equipamentos mais utilizados no LEC. 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 (dicroísmos 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.

3.6.4 Laboratório de Microarranjos de DNA (LMA)

O Laboratório de Microarranjos de DNA atendeu a apenas uma proposta de usuário externo em 2014, representando 32 horas de uso de equipamento (Figura 3.12). Um projeto foi preparado durante o primeiro semestre para submissão à FAPESP na modalidade Reparo de Equipamentos. 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.

3.6.5 Laboratório de Cristalização de Proteínas (ROBOLAB)

O ROBOLAB contabilizou 600 horas de atendimento a usuários externos e internos no primeiro semestre de 2014 (Figura 3.12). 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. Aquisição de 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 presentes participaram do minicurso.

3.6.6 Laboratório de Bioensaios (LBE)

No primeiro semestre de 2014, o LBE implementou um laboratório de nível P2, adequado para o trabalho com parasitas, permitindo o início do desenvolvimento de ensaios de HCS de *Leishmania*. Uma pesquisadora foi contratada para integrar a equipe do LBE, com início das atividades programada para o segundo semestre. O LBE atendeu a 23 projetos de pesquisa internos, sendo 13 no Operetta e 10 na Plataforma EnVision, o que representou 1.056 horas de uso de equipamento. Além disso, 16 horas de equipamento foram utilizadas por usuário da UFSCar, e 4h foram utilizadas pela empresa Natura, como parte do contrato de compartilhamento de horas de HTS/HCS vigente. O pipetador automático Janus MDT e a Plataforma EnVision passaram por 32 e 50 horas de manutenção, respectivamente.

3.6.7 Laboratório de Bioinformática (LBI)

No ano, foram dedicadas 3000 horas de equipamentos do Laboratório de Bioinformática – LBI – para pesquisas internas e para o desenvolvimento de ferramentas de análise computacional (2500 horas) e para análises em colaboração com outras instituições (500 horas). Os pesquisadores do LBI participaram de 50 projetos de pesquisa científica, sendo 15 colaborações com pesquisadores de 10 Instituições externas e 35 com 11 pesquisadores do LNBio. Cabe registrar a adição de 40 cores ao *cluster* de computadores do LBI, a aquisição de 24 Gb de memória RAM e a aquisição de 4 Tb de espaço em disco.

3.6.8 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.

3.6.9 Laboratório de Vetores Virais (LVV)

O LVV realizou 208 preparações virais no primeiro semestre de 2014, sendo 191 sob demanda de projetos internos e 17 de projetos externos. Foi realizada manutenção na autoclave e aquisição de cilindro reserva de CO2 para suprir pane no *backup*.

3.6.10 Laboratório de Purificação de Proteínas (LPP)

O LPP atendeu apenas a projetos internos do LNBio em 2014, correspondendo a um total de 12.915 horas de equipamentos dedicados à purificação de proteínas. Atualmente estão cadastrados 101 usuários ativos no sistema do LPP, sendo que 79 deles foram responsáveis por 1.213 agendamentos no período. Dez novos usuários foram treinados no primeiro semestre de 2014.

3.6.11 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%).

3.6.12 Laboratório de Química e Produtos Naturais (LQPN)

O LQPN adquiriu, durante o primeiro semestre de 2014, os principais equipamentos para síntese, fracionamento e análise de pequenas moléculas com recurso do CNPq (Proc. 402566/2011-4). Os equipamentos serão instalados após a finalização da reforma e readequação do espaço físico das Instalações Laboratoriais do LNBio, com previsão para o segundo semestre de 2014. Os trâmites junto ao Conselho de Gestão do Patrimônio Genético (CGen) para acesso a coleções químicas e biológicas oriundas da diversidade brasileira foram iniciados, sendo que a primeira autorização foi concedida em fevereiro de 2014. Esse procedimento é de extrema importância para a regularização da biblioteca de produtos naturais do LQPN. Três lotes com cerca de 80 amostras cada, contendo extratos, frações enriquecidas e compostos isolados de organismos marinhos já foram recebidos. Outros dois projetos (Embrapa e coleção Vibrio Unicamp) estão prontos para serem enviados ao CNPq/CGen para pedido de autorização de acesso, aguardando apenas a atualização do cadastro do CNPEM no CGen. Além disso, com a assinatura do contrato com a empresa ChromaDex, cerca de 2000 amostras de extratos, frações e compostos isolados de plantas estão previstas para serem enviadas para o LNBio entre agosto e setembro de 2014.

3.6.13 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 que permite a realização de análises de amostras biológicas *in vivo* ou fixadas por meio do módulo de varredura, reconstrução tridimensional e animação em 3D, colocalização 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 primeiro semestre de 2014, foram cadastrados mais de 20 projetos do LNBio e 3 do LNLS totalizando aproximadamente 1.000h de uso. Há projetos diversos, que visam desde localização de proteínas e ácidos nucleicos em células e tecidos como subsídio para estudos que buscam compreender como as macromoléculas são responsáveis pelas funções celulares e teciduais e como interagem na homeostase e nas doenças, até a identificação de fenótipos celulares mediante à atuação de nanopartículas seletivamente.

Ainda durante este período, foram realizadas 2 visitas técnicas preventivas para alinhamento completo do sistema, bem como 1 visita técnica para troca de fibra óptica de saída do laser de argônio.

Está prevista para o segundo semestre a realização do *Workshop on Recent Advances and Applications in Confocal and Widefield Microscopy* (<http://pages.cnpem.br/confocalmicroscopy2014/>), em parceria com a Leica, com mais de 130 participantes inscritos e de diversos estados do país.

4 LABORATÓRIO NACIONAL DE CIÊNCIA E TECNOLOGIA DO BIOETANOL

4.1 O CTBE em 2014

Durante o primeiro semestre de 2014, o CTBE está dando continuidade no avanço do seu processo de consolidação. Duas instalações pertencentes à Divisão de Processamento de Biomassa (PIN) foram inseridas no Portal de Usuários em dezembro de 2013: a Planta Piloto para Desenvolvimento de Processos (PPDP) e o laboratório de fracionamento e moagem do LDP (Laboratório de Desenvolvimento de Processos). Portanto, neste ano disponibilizamos essas instalações aos usuários externos, sendo possível realizar a submissão e a execução de suas propostas, atendendo aos meios científico e empresarial.

A PPDP operou de forma contínua com comissionamento da nova instalação composta por novos equipamentos, dentre eles fermentadores, centrífugas, tanques e bombas. Na Planta Piloto, foram realizados a validação da esterilidade e testes da automação, além da contratação de técnicos para a operação por vinte e quatro horas. O Reator de Pré-tratamento Contínuo de Biomassa (AdvanceBio) atualmente está em condições operacionais para realizar o pré-tratamento por explosão a vapor catalisado ou autocatalítico, sendo possível o atendimento a projetos externos ou internos que sejam relacionados à produção de etanol de segunda geração. Além disso, foi obtida a Certificação INMETRO de instrumentos e Controle de Eletricidade Estática de modo a complementar o projeto de Classificação Elétrica de Áreas da PPDP 2, concluindo a habilitação para operação de processos que utilizam solventes inflamáveis. Adicionalmente, neste semestre, foi instalada uma sala limpa com pré filtro para evitar a contaminação da centrifugação de células. O Projeto em parceria com a empresa BP (Título: Fermentação contínua multiestágio com recuperação, reativação e reciclo de fermento para obtenção de vinhos com alto teor alcoólico) está em sua fase de operação na planta piloto, sendo que os resultados confirmam que a nova tecnologia contribuirá com um aumento da produtividade para até 9,0 g etanol/ L.h, cerca de duas vezes mais os valores industriais atuais.

Durante o primeiro semestre de 2014, no Laboratório de Desenvolvimento de Processos (LDP) do PIN e no Laboratório de Desenvolvimento de Bioprocessos (LDB) foram realizados projetos internos, parcerias com indústrias e atendimento a usuários externos. Além disso, as metodologias analíticas para caracterização de bagaço de cana foram uniformizadas e validadas em parceria com o NREL, reconhecido instituto americano. Adicionalmente, iniciou-se a reorganização do LDB da Divisão, durante o período de fevereiro a julho de 2014, de modo a otimizar o atendimento aos projetos

vigentes e a possibilitar a inserção no Portal de Usuários e, assim, sua abertura aos usuários externos pelo sistema, futuramente.

Alguns avanços também foram realizados na Divisão de Produção de Biomassa (PAG), que finalizou a construção de um laboratório de apoio e depósito de equipamentos que auxilia as atividades da casa-de-vegetação localizada próxima ao Laboratório de Protótipos Agrícolas (LPA). Outro avanço de impacto foi realizado no equipamento de tráfego controlado (ETC), por meio do desenvolvimento de sistema de controle computadorizado das funções de direção, suspensão e movimentação do carro porta-ferramentas. Além disso, no primeiro trimestre de 2014, a frente de colheita de esteiras montada em trator invertido iniciou seus primeiros testes. Os experimentos com plantio de precisão e rotação de culturas, por sua vez, mostraram resultados promissores com relação à produtividade de biomassa.

A Divisão de Avaliação Integrada de Biorrefinarias (PAT), por sua vez, também produziu resultados importantes. Além de atuar no aprofundamento da construção da Biorrefinaria Virtual de Cana-de-açúcar (BVC), foi obtida uma nova versão do software de simulação Aspen Plus® (Aspentech) (8.4). Os trabalhos relacionados ao desenvolvimento do Banco de Dados para Gerenciamento de Cenários de Avaliação Tecnológica (BGCat) foram iniciados, o que permitirá a disponibilização dos cenários e avaliações desenvolvidos de forma mais rápida, além de sua documentação. Ademais, neste semestre, com simulações bem sucedidas, a primeira modelagem matemática da biodigestão da vinhaça foi realizada na plataforma EMSO. Outro avanço alcançado foi a elaboração de um modelo para otimização de indicadores de sustentabilidade para o recolhimento de palha. Adicionalmente, o potencial técnico, econômico e ambiental da produção de três diferentes rotas de combustíveis renováveis para aviação foi concluído em colaboração com empresas.

Destaca-se como resultado da Divisão de Avaliação da Sustentabilidade da Produção de Biomassa e Bioenergia (PSE), o projeto intitulado “Assessing Water Resources in Data Limited Regions and Changing Land Use”, em parceria com a empresa British Petroleum (BP) e a University of Texas, assinado no fim de 2013 e que apresentou seus primeiros resultados neste semestre. O projeto visa integrar diversas bases de dados públicas para o desenvolvimento de uma metodologia de baixo custo para avaliar a situação dos recursos hídricos em regiões de expansão que tenham pouca disponibilidade de informações. Entre os produtos, os resultados deste projeto incluem a montagem do banco de elementos meteorológicos, dados de quantidade/qualidade dos corpos d’água e de imagens de satélite bem como processamento das mesmas.

Por meio da disponibilização dessa nova ferramenta, espera ser possível fornecer informações que podem subsidiar a tomada de decisões relacionadas a exploração de áreas de cultivo em áreas de expansão canavieira e da quantificação da necessidade de suplementação hídrica por meio da irrigação.

A Divisão de Biologia Funcional, Biotecnologia e Biofísica (PPB) obteve vários avanços provenientes das atividades desenvolvidas em seus diversos laboratórios, no primeiro semestre de 2014. Dentre eles, destaca-se no Laboratório de Biologia Computacional e E-Science, a instalação de um novo servidor para armazenamento de dados provenientes dos sequenciadores de nova geração, adquirido com recursos da FINEP. Com isso, o grupo também iniciou a implementação de um sistema para o gerenciamento e compartilhamento das informações de sequenciamento, sendo que uma pesquisadora em bioinformática foi contratada para atuar em projetos em parceria com empresas, possibilitando a capacidade de atendimento da demanda de análises e interpretação de dados.

Outro avanço importante no PPB foi o início das atividades do Laboratório de Metabolômica, que no período analisou mais de 2700 amostras, contemplando projetos de pesquisa interna e parcerias nacionais e internacionais. Ainda, no primeiro semestre de 2014, o grupo de pesquisa foi nomeado, e contemplado com financiamento, como Grupo Associado à Sociedade Max Planck (Alemanha).

Além disso, no PPB, neste semestre foi montado um laboratório destinado à pesquisa com microrganismos classificados como classe de risco 2 (NB2), e atualmente o laboratório está sendo adaptado de forma a atender todas as normas da Comissão Técnica Nacional de Biossegurança (CTNBio). Outra nova instalação no PPB é o Laboratório de Sequenciamento de Ácidos Nucleicos, cuja implantação foi finalizada no primeiro semestre deste ano, com recursos provenientes da FINEP. Os sequenciadores MiSeq e HiSeq 2500 já estão em funcionamento, sendo que no período foram realizados sequenciamentos de amostras de DNA e RNA de diferentes origens.

Portanto, o primeiro semestre de 2014 mostrou resultados importantes que implicarão em grandes avanços até o fim deste ano.

4.2 Instalações Abertas à 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 alguns indicadores as propostas que passaram por esse sistema, que permite um maior acompanhamento e rastreabilidade. No

primeiro semestre, houve a participação de um usuário que utilizou a PPDP por nove horas.

No entanto, houve outras propostas que foram executadas em instalações que não estão ainda inseridas no Portal de Usuários. Essas propostas passam por análise e aprovação em reunião de Diretoria interna ao CTBE. Foram atendidos adicionalmente, no primeiro semestre, três usuários externos vinculados a Universidad Nacional del Litoral, na Argentina e Unicamp que utilizaram o Laboratório de Desenvolvimento de Bioprocessos e o Laboratório de Análises no Estado Sólido, somando 446 horas de utilização.

De acordo com a experiência adquirida neste ano no atendimento a usuários via Portal de Usuários, o CTBE pretende ampliar o número de instalações inseridas no sistema, de forma a atender mais usuários. Também estuda-se a possibilidade de realizar uma adequação das instalações já disponíveis no Portal, justamente para oferecer módulos que sejam mais interessantes aos usuários externos.

4.3 Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Internos

4.3.1 Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Internos

Divisão de Biologia Funcional, Biotecnologia e Biofísica - PPB

▪ Bases bioquímicas e genéticas da variabilidade do metabolismo de sacarose em cultivares brasileiros de cana-de-açúcar

O presente projeto visa fazer uso de diferentes tecnologias para acessar a atividade catalítica máxima de enzimas chave relacionadas à sacarose e ao metabolismo primário, ao conteúdo de metabólitos primários, especialmente açúcares redutores e fosforilados, e níveis de transcritos em cultivares de cana-de-açúcar brasileiros contrastantes para a habilidade de estocar sacarose. Nos meses de maio e junho de 2014, a coordenadora do projeto recebeu treinamento no grupo de Regulação de Sistemas do Max Planck Institute of Molecular Plant Physiology (Alemanha) para otimizar os procedimentos básicos dos ensaios de atividade enzimática já consagrados em espécies modelo para cana-de-açúcar.

▪ Análise comparativa de parâmetros fisiológicos e dos padrões transcricionais de diferentes estágios de desenvolvimento da folha +1 de cana-de-açúcar

Este projeto tem como objetivo identificar genes envolvidos no estabelecimento de altas taxas de fotossíntese por meio da comparação de diferentes segmentos ao longo da

folha +1 de cana-de-açúcar, que possuem células em diferentes estádios de desenvolvimento, com o uso da técnica de RNA-Seq. O projeto é financiado pela FAPESP na modalidade Auxílio à Pesquisa Regular. De modo a contornar o problema da demora de entrega de kits e diminuir os custos de produção de bibliotecas para sequenciamento de RNA, a coordenadora do projeto juntamente com especialistas participaram de um treinamento de protocolo alternativo para produção de bibliotecas de RNA fita-específicas sem a utilização de kits comerciais no Donald Danforth Plant Science Center. O projeto está gerando dados de transcriptômica de diferentes segmentos ao longo da folha de cana que estão em fase de análise *in silico*.

▪ **Estudos genômicos comparativos da expressão gênica global de fungos filamentosos crescidos em bagaço e colmo de cana-de-açúcar**

Este projeto, financiado pela FAPESP, foi encerrado em abril de 2014. Seu objetivo principal foi analisar a expressão global por RNA-seq dos genes de *A. niger* e *T. reesei*, em meio com bagaço e colmo de cana-de-açúcar. Além de contribuir com o entendimento básico do processo de degradação destas biomassas, todo conhecimento em âmbito molecular resultante deste trabalho refletirá em novas perspectivas para o desenvolvimento de coquetéis enzimáticos, possibilitando a produção de etanol de segunda geração em escala industrial.

▪ **Estudos genômicos de espécies envolvidas na cadeia produtiva do bioetanol e/ou outras fontes de bioenergia**

Com o início das atividades do grupo de Biologia Computacional e Evolutiva em 2013, houve um aumento na contribuição do CTBE com dados de informação molecular para a comunidade científica internacional. Por exemplo, em 2012, o CTBE não havia contribuído com sequências de proteínas disponibilizadas no NCBI. Neste primeiro semestre de 2014, o CTBE já disponibilizou 3358 sequências de proteínas, provenientes do projeto de sequenciamento da bactéria *Komagataeibacter rhaeticus* AF1 e outras informações serão ainda geradas.

Durante o período, o PPB 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 a sequência rascunho do genoma de cana-de-açúcar que serão liberados ao público posteriormente.

- **Criação de hemicelulases multifuncionais para estudo e aplicação em biorrefinarias de biomassa lignocelulósicas**

Este é um projeto que tem apoio do CNPq (Edital Universal) cujo objetivo é utilizar técnicas de Biologia Molecular na Engenharia de Enzimas em estudos e desenvolvimento de novas hemicelulases multifuncionais (quimeras) com aplicações biotecnológicas. Dentre outros, como resultado direto deste projeto, está sendo trabalhado o depósito do pedido de patente internacional referente ao pedido de patente nacional depositada para análise em julho de 2013 no INPI intitulada “Enzima bifuncional utilizada na degradação de biomassa para produção de xilose em uma única operação”.

Divisão de Avaliação Integrada de Biorrefinarias – PAT

- **Simulação da fase agrícola**

Neste primeiro semestre, foram realizados avanços e atualizações no desenvolvimento do Modelo CanaSoft com destaque para a inclusão de funções de automação de simulações para análises de sensibilidade e de risco, com construção de interface do modelo com o software @Risk para análise de incerteza e aperfeiçoamento da interface com o software de avaliação ambiental no SimaPro. Além disso, parâmetros de análise financeira e início da atualização dos custos de produção da cana foram incluídos e os cálculos para diferentes culturas de rotação e sistemas de preparo para o plantio foram aperfeiçoados.

- **Simulação da biorrefinaria virtual de cana-de-açúcar**

Neste projeto, foi realizada a avaliação técnica preliminar da rota termoquímica por meio da BVC. Utilizando dados da literatura, foi simulado um gaseificador produzindo gás de síntese para fins de geração de energia elétrica. Três opções de esquemas térmicos de cogeração de energia foram simuladas.

Além disso, foi realizado um estudo sobre a influência das condições de hidrólise enzimática e as características das enzimas por meio de um projeto de experimentos acoplado ao processo de simulação e avaliação técnico-econômica da produção integrada de etanol de primeira e segunda gerações. Ainda, foi concluído o trabalho sobre o potencial em termos técnicos, econômicos e ambientais da produção de três diferentes rotas de combustíveis renováveis para aviação em colaboração com as empresas detentoras das tecnologias.

Outro resultado deste projeto é a continuação das avaliações energéticas, econômicas e ambientais da inclusão da biodigestão e usos do biogás em biorrefinarias.

Também neste semestre, foi realizada na plataforma EMSO, a primeira modelagem matemática da biodigestão da vinhaça, com simulações bem sucedidas. Ademais, foi formulada uma revisão completa sobre a biodigestão de vinhaça no contexto de biorrefinarias de cana-de-açúcar.

- **Simulação de uso dos produtos**

Neste projeto, durante o primeiro semestre de 2014, foi iniciada a construção da planilha de comercialização e uso do etanol, com elaboração das estruturas de cálculo e inclusão de bases de dados de fatores de emissão para o uso do etanol hidratado e anidro (como gasolina C) em veículos brasileiros.

- **Metodologias de avaliação**

Durante o semestre, um dos resultados relevantes deste projeto foi o aprimoramento de um 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. Foi possível também revisar a metodologia de avaliação econômica de modo a permitir o detalhamento dos custos de produção e de capital (OPEX e CAPEX). Além disso, foi realizado o melhoramento dos inventários de ciclo de vida da fase industrial da cana-de-açúcar, incluindo equipamentos e tratamento de água. Também foi construído um inventário de ciclo de vida para o sorgo sacarino.

Neste projeto, foram desenvolvidos indicadores de impacto social da produção de cana-de-açúcar nos trabalhadores utilizando cenários, Análise de Ciclo de Vida Social (ACV-S) e o software Canasoft, assim como revisão bibliográfica relacionada ao tema. Ademais, indicadores socioeconômicos e ambientais em rotas de produção de bioetanol de primeira e segunda gerações foram avaliados, empregando a metodologia insumo-produto. Além disso, foi elaborado um modelo baseado em simulações e planejamento composto central para otimização de indicadores de sustentabilidade para o recolhimento de palha.

Outros resultados do projeto no semestre incluem as avaliações das alternativas de produção de butanol focadas na avaliação técnico-econômica da rota alcoolquímica: conversão 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.

Por meio de projeto específico no 23º Programa de verão do CNPEM, foi utilizada a programação matemática na avaliação técnico-econômica da produção de etanol.

- **Key points in the selection of the sugarcane ethanol production model: Scale of the distillery and the mechanization level in cane production**

Este é um projeto para a realização de um estudo sobre o impacto de escalas de produção em destilarias de cana-de-açúcar no âmbito do projeto Temático FAPESP “*Bioenergy contribution of Latin America, Caribbean and Africa to the GSB project - Lacaf-Cane-I*” apresentado em dois workshops na África do Sul e Moçambique.

- **Avaliação de impactos ambientais de diferentes configurações de biorrefinaria de cana-de-açúcar com aproveitamento integral da biomassa**

Neste projeto, que conta com apoio da FAPESP, o objetivo é a realização de estudos envolvendo cenários agrícolas e industriais de biorrefinarias incluindo o início da regionalização de inventários agrícolas da cana-de-açúcar e diferentes produtos (por exemplo, butanol e PLA) integrados à biorrefinaria de cana-de-açúcar.

Divisão de Produção de Biomassa – PAG

- **Agricultura de Precisão: AP**

O projeto visa à identificação de parâmetros de solo e planta determinantes no manejo sustentável da cana-de-açúcar para energia com recursos de agricultura de precisão. Na usina da Pedra onde o projeto de AP está em andamento, foi realizado o levantamento da biometria, os sensores de umidade de solo foram instalados, e as amostras para determinação da curva de condutividade hidráulica foram coletadas. A análise dos dois primeiros anos de safra (cana planta e primeira soca) permitiram visualizar os benefícios da AP aplicados à cana-de-açúcar, no que tange o manejo agrícola, relacionados principalmente a problemas de gerenciamento da aplicação de fertilizantes e a aspectos relacionados à colheita.

Os resultados obtidos contribuíram para que a Usina Santa Fé, em Nova Europa (SP), se interessasse em se tornar parceira neste projeto, fornecendo área, mão de obra e equipamentos. Nesta usina foi realizado o levantamento de atributos de solo, recomendada correção e adubação a taxa variada e medida a condutividade elétrica aparente do solo (ECa), utilizando sensores on-the-go.

Em conjunto com o PPB, o banco de dados dos projetos de agricultura de precisão está sendo desenvolvido.

- **Manutenção da palha em superfície do solo e seus impactos nos atributos do solo e na produtividade do canavial**

Este projeto visa 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. Para tanto, este projeto de pesquisa, o qual conta com recursos do CNPq e uma bolsa de doutorado da FAPESP, vem sendo conduzido nas Usinas Iracema e Quatá, pertencentes aos grupos São Martinho e Zilor, respectivamente. Este projeto está no segundo ano de execução e os primeiros resultados, decorrentes das primeiras colheitas em algumas das áreas avaliadas com diferentes quantidades de palha, estão sendo obtidos nos últimos meses e estão em fase de análises.

De modo geral, estes resultados preliminares indicam 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 do resíduo. O projeto será conduzido até setembro de 2015 e apresentará resultados de dois anos consecutivos.

Divisão de Processamento de Biomassa - PIN

- **Deslignificação organossolve combinada com processos físico-mecânicos**

O Projeto é financiado pela FAPESP na modalidade Jovens Pesquisadores em Centros Emergentes. Este projeto está em seu último ano de vigência, com o cronograma cumprido conforme planejado. Até o momento, foram publicados quatro artigos em revistas indexadas e dois artigos submetidos, também para revistas indexadas, aguardando avaliação. Foram apresentados quatro trabalhos em congressos internacionais e um em congresso nacional.

- **Desevolvimento de uma Plataforma Biológica para reaproveitamento do licor de pentoses e xilo-oligômeros para fermentação alcoólica**

Neste projeto foram realizadas fermentações por *Scheffersomyces stipitis* para obtenção de etanol de segunda geração a partir de hidrolisado hemicelulósico, com o objetivo de se verificar diferentes condições de microaeração no meio e tolerância ao substrato e seus inibidores naturais.

▪ **Plataforma para produção de complexo celulolítico aplicado na hidrólise enzimática de bagaço de cana-de-açúcar e produção de etanol de 2ª geração;**

O objetivo deste trabalho é o desenvolvimento de complexo enzimático celulolítico utilizando fungo filamentoso *Trichoderma harzianum* por fermentação submersa a ser utilizado na hidrólise enzimática de materiais lignocelulósicos. O projeto tem apoio do CNPq.

Os principais resultados obtidos no semestre incluem o início da construção de linhagem modificada por DNAr por meio da clonagem de fator de transcrição para superexpressão de celulase e hemicelulase. Além disso, foi realizada a 1ª rodada de mutação clássica (UV e EMS) para obtenção de linhagem hiperprodutora e o estabelecimento de modelo matemático do processo de biossíntese de celulase, xilanase, também o crescimento celular e consumo de substrato. Outro resultado foi a otimização de meio de cultura e condição de cultivo em biorreator de 3L obtendo-se FPase 1.3 FPU/ml; xilanase 200 IU/ml e beta-glucosidase 4 IU/ml em 72h de cultivo.

▪ **Rotas para a biotransformação de carboidratos da cana-de-açúcar em monoésteres de cadeia longa para fins energéticos**

O objetivo central deste trabalho é o estabelecimento em escala de bancada e a avaliação preliminar técnico-econômica da produção de lipídeos proveniente da bioconversão de carboidratos residuais do processamento da cana-de-açúcar utilizando levedura oleaginosa.

Os principais resultados obtidos no semestre 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.

▪ **Desenvolvimento de uma plataforma de expressão, baseada em *E. coli*, para a produção de enzimas envolvidas na hidrólise de biomassas lignocelulósicas**

O projeto é financiado pela FAPESP na modalidade Auxílio à Jovens Pesquisadores em Centros Emergentes. Este projeto está no seu quarto ano de vigência e tem mais um ano para a sua conclusão. Até o momento foram publicados dois artigos em revistas indexadas e dois artigos foram submetidos e encontram-se em análise. Este projeto está sendo desenvolvido na instalação de bioprocessos do CTBE e utilizará a planta piloto na fase de escalonamento futuramente.

- **Microbial cell factories and processes development for sugarcane hemicelulosic hydrolysate valorization**

Este projeto é financiado pelo CNPq na modalidade Pesquisador visitante Especial do Programa Ciência sem Fronteiras. Este projeto está no seu primeiro ano. Até o momento foram geradas algumas estratégias de otimização do metabolismo de Clostridia tendo-se iniciada a análise de proteção destas estratégias para posterior publicação. Este projeto está sendo desenvolvido na instalação de bioprocessos do CTBE.

Divisão de Avaliação da Sustentabilidade da Produção de Biomassa e Bioenergia – PSE

- **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**

O sistema de modelagem ambiental desenvolvido neste projeto permitirá comparar técnicas de reforma convencional, cultivo mínimo e plantio direto; 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. 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. Este projeto tem financiamento da FAPESP (Jovem Pesquisador em Centro Emergente).

Como resultados do projeto, uma base de dados de solo, clima e uso da terra no período de 1940-2000 para uso em testes do sistema GEFSOC foi gerada. 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.

- **Banco de dados em Sustentabilidade**

O objetivo do projeto é a criação de um banco de dados para o armazenamento de todas as informações utilizadas pelo PSE.

Como resultados já obtidos, foi redefinido o modelo conceitual do banco de dados; as informações relacionadas aos mapas utilizados pelo PSE foram inseridas no banco de

dados Postgre SQL e atualmente está sendo desenvolvido um programa de busca de dados geográfico em Java.

4.3.2. Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento em Colaboração

Divisão de Biologia Funcional, Biotecnologia e Biofísica – PPB

- Colaborações por instrumento oficial

▪ Sociedade Max Planck, Unicamp e INRA-Versailles - Regulação do Crescimento pela via "Target Of Rapamycin"(TOR) em Plantas

Este projeto tem como objetivo dissecar a via de sinalização TOR envolvida na regulação do crescimento e conseqüentemente 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. Resultados preliminares deste trabalho, que conta com financiamento da FAPESP (Jovem Pesquisador,), indicam um papel fundamental desta via em plantas C4. Neste contexto, no primeiro semestre de 2014, o grupo de pesquisa foi nomeado e contemplado com financiamento como Grupo Associado à Sociedade Max Planck (Alemanha). Além disso, esta temática também faz parte de 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", que envolve a participação de pesquisadores do CBMEG/Unicamp, INRA-Versailles, além do CTBE.

▪ USP, Unicamp, Unesp, UFABC, Oklahoma State University, Manchester University, University of Newcastle e Energy Biosciences Institute - Desenvolvimento de uma biblioteca enzimas envolvidas na conversão biomassa vegetal

Nesta linha de pesquisa, as ciências "ômicas" foram combinadas com estratégias de high-throughput screening e biologia sintética, visando o desenvolvimento de enzimas e rotas biotecnológicas para a conversão de biomassa vegetal em bioprodutos. Fazendo uso de instalações do CTBE (Laboratório de Sequenciamento de Ácidos Nucleicos e de High-throughput screening), LNBio (Laboratório de Espectrometria de Massas e Robolab) e LNLS (SAXS, MX1 e MX2), os esforços conjuntos vem proporcionando o desenvolvimento de uma coleção de enzimas, continuamente atualizada, além de micro-organismos, metagenomas e genes (artificiais) sintéticos. Essas enzimas têm

sido designadas para aplicações biotecnológicas específicas, bem como, sua atividade catalítica correlacionada com estudos estruturais, a fim de melhor entender as características moleculares das interações entre as enzimas e a biomassa vegetal. Como resultados neste primeiro semestre, vale destacar a descoberta de enzimas e domínios de ligação a carboidrato, decorrentes dos de estudos de metagenômica, bem como estudos que revelaram novas rotas para produção de nutracêuticos e componentes de cosméticos. Essa linha de trabalho do CTBE vem sendo continuamente agraciada desde 2009 com recursos de instituições de fomento, como FAPESP, CNPq e FINEP. Como aportes de fomento no período pode-se citar os Processos: FAPESP - Jovem Pesquisador, finalizado em abril de 2014; Auxílio Regular FAPESP; CNPq - Universal, finalizado em janeiro de 2014 e FINEP - Encomenda Paiss. Esta linha de trabalho envolve uma rede importante de pesquisadores de diversas instituições do Brasil, como CTBE, LNBio, IFSC/USP, FEA/USP, IB/UNICAMP, IBILCE/UNESP e CCNH/UFABC, bem com do Exterior: Oklahoma State University (EUA), Manchester University, University of Newcastle and Energy Biosciences Institute, Berkeley (Estados Unidos).

▪ **USP - Estudos bioquímicos de potenciais hidrolases extremofílicas aplicadas ao bioprocessamento de etanol de segunda geração**

Este projeto, apoiado pelo CNPq, é uma parceria de colaboração iniciada em 2014, junto ao projeto temático “A Vida Microbiana na Criosfera Antártica: Mudanças Climáticas e Bioprospecção (MICROSFERA)”, no âmbito do Programa Antártico Brasileiro – PROANTAR em colaboração com a Universidade de São Paulo. Em resumo, muitas pesquisas com etanol 2G têm visado o desenvolvimento de coquetéis enzimáticos que realizem a hidrólise completa e eficiente de biomassas vegetais pré-tratadas, gerando açúcares fermentescíveis. Estes coquetéis atuam sobre a biomassa vegetal a cerca de 50 °C em pH 4,8 durante 24 a 48 horas. Subseqüentemente, o hidrolisado é fermentado a álcool por leveduras cultivadas a cerca de 32 °C, aumentando os custos com a etapa de resfriamento. O projeto tem como objetivo explorar e caracterizar leveduras e hidrolases psicrófilas isoladas da Antártica, e, que, portanto, atuam no frio. Existem poucas hidrolases psicrófilas descritas e microrganismos potenciais completamente identificados. As enzimas e leveduras isoladas serão estudadas e caracterizadas para aplicações em pesquisas na produção de etanol de segunda geração, com testes de sacarificação e fermentação simultâneos. Nestes primeiros seis meses foram recebidas as primeiras amostras de solo da Antártida. Destas amostras foram montados consórcios microbianos e isoladas leveduras, bactérias degradadoras que serão estudadas. Ainda neste projeto estão sendo concluídos estudos e a aplicação de uma

nova e primeira vez descrita beta-glicosidase GH1 psicrófila de *Exiguobacterium antarcticum* (Filo Firmicutes, Antártica), que vivem 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).

- Colaborações por instrumentos extra-oficiais

▪ Universidade de Nottingham e USP - Novas abordagens visando o melhoramento funcional das enzimas sacarificadoras de fungos

Este projeto, que conta com apoio da FAPESP, é uma colaboração com pesquisadores da Universidade de Nottingham, Inglaterra, CTBE e USP-SP. Apesar de ter sido aprovado no ano de 2013, seu início no CTBE ocorreu apenas neste ano. O objetivo mais amplo é comparar e contrastar as respostas de dois dos mais importantes fungos filamentosos ao crescimento no bagaço pré-tratado da cana-de-açúcar. Mais do que simplesmente incorporar mais e mais hidrolases clássicas numa única cepa, que é a maior abordagem feita até o momento, investiga-se o aproveitamento das diferentes estratégias usadas por estas duas diferentes espécies para a degradação da lignocelulose. Uma atenção mais particular será dada as proteínas não-hidrolíticas que aumentam a atividades das enzimas coletivamente chamadas glicosil hidrolases (GHs), *i.e.*, celulases e hemicelulases. Análises de proteômica estão sendo realizadas em parceria e colaboração interna com o LNBio. O projeto está em sua fase inicial.

▪ Georg-August-Universität; USP - Synthetic Biology for Bioethanol Production by *Saccharomyces cerevisiae* from sugarcane (2nd generation of biofuel production)

Este projeto faz parte do programa Ciência sem fronteiras, contando, portanto, com apoio do CNPq e é realizado em parceria com a Georg-August-Universität, Göttingen, o CTBE e a USP de Ribeirão Preto. Ele foi aprovado em 2013 mas teve início em 2014, quando duas pós doutorandas iniciaram suas atividades. É proposto melhorar geneticamente as cepas industriais para a produção de bioetanol por meio de uma série de metodologias. Estes métodos incluem uma abordagem de biologia de sistemas comparativamente com as cepas novas construídas por biologia sintética. Esta abordagem de biologia de sistemas inclui uma comparação de várias cepas em diferentes condições através de proteomas e transcriptomas.

▪ USP - Identificação de leveduras fermentadoras de xilose isoladas a partir do trato intestinal de insetos que parasitam a cana-de-açúcar

Este projeto, que contou com apoio da FAPESP, foi encerrado no final de 2013 e contou com a atuação de duas alunas de mestrado, de uma parceria entre o CTBE e a USP de Ribeirão Preto. Em sua decorrência foi identificada uma nova espécie de levedura, com alto potencial biotecnológico, que produz uma xilanase com atividade superior a qualquer outra já descrita. O projeto já resultou em 3 publicações científicas, entre o fim de 2013 e início de 2014.

▪ **Complex Carbohydrate Research Center - Secreção de Glicoproteínas heterólogas em *Aspergillus*: efeito do padrão de glicosilação em parâmetros funcionais de glicosil hidrolases**

Este projeto se iniciou efetivamente em janeiro/2014 junto ao Programa de Pesquisa Básica do CTBE, e conta com financiamento da FAPESP por meio do Programa Jovens Pesquisadores em Centros Emergentes. Pode-se destacar dois objetivos centrais: o primeiro objetivo é otimizar cepas de fungos filamentosos para a produção de enzimas com interesse biotecnológico, com destaque para “Carbohydrate-Active Enzymes” ou CAZymes, que envolvem glicosil hidrolases, enzimas acessórias, esterases, liases e transferases. Para isso, está sendo utilizando o fungo filamentoso *Aspergillus nidulans* como modelo para estudar e manipular genes envolvidos no mecanismo de “unfolded protein response” (UPR), sendo que 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. Entre as várias vias afetadas por UPR, pode-se destacar a via pós-traducional de glicosilação. A glicosilação correta de proteínas fúngicas é fundamental para o enovelamento, secreção e atividade de proteínas. Este projeto gerou dados mostrando que aproximadamente 80% de todas as CAZymes de *A. nidulans* são glicosiladas, e portanto, o segundo objetivo do projeto é estudar os padrões de glicosilação de CAZymes através de glicoproteômica, o que será realizado em parceria com o LNBio, além de determinar o quanto os sítios de glicosilação são conservados, criando glicomutantes de algumas CAZymes, estudando assim, qual o importância desta modificação pós-traducional no enovelamento, secreção e propriedades funcionais destas enzimas. Ainda, análises de glicômica estão sendo feitas em parceria com o Complex Carbohydrate Research Center em Athens, Estados Unidos.

Divisão de Avaliação Integrada de Biorrefinarias – PAT

- Colaborações por instrumento oficial

- **UFSCar, UNICAMP, UFABC e USP - Simulação da biorrefinaria de cana-de-açúcar de 1ª geração na plataforma EMSO.**

Neste projeto, apoiado pela FAPESP, prevê-se a realização de várias atividades técnicas e administrativas, incluindo reuniões e seminários, além de um workshop. Foram geradas as primeiras versões de modelos simplificados das etapas de uma biorrefinaria de primeira geração para o simulador EMSO.

- Colaborações por instrumentos extra-oficiais

- **EMBRAPA e USP – Aproveitamento da Fração C5 da Biomassa Lignocelulósica Residual para Obtenção de Compostos Químicos de Alto Valor Agregado (rede C5 Agrega)**

Um dos objetivos do projeto é a avaliação dos cenários de utilização de C5 e comparação com rotas industriais existentes, juntamente com a Divisão de Processamento de Biomassa (PIN). Este projeto coordenado pela Embrapa Agroenergia com a participação das instituições: Embrapa Cerrados, Embrapa Agroindústria Tropical, Embrapa Instrumentação Agropecuária, e Universidade de São Paulo.

- **EBI – (Energy Biosciences Institute) - Avaliação de rotas de produção de etanol focadas no aproveitamento de pentoses**

Neste semestre, o projeto está sendo continuado, e tem como objetivo a avaliação de rotas de produção de etanol focadas no aproveitamento de pentoses. 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.

Divisão de Produção de Biomassa – PAG

Colaborações por instrumentos extra-oficiais

- **USP - Aproveitamento agrônômico e industrial da palha da cana-de-açúcar relacionado à heterogeneidade do resíduo**

Este projeto de pesquisa parte da constatação de que palha da cana-de-açúcar é um resíduo bastante heterogêneo e que recomendações de uso deste material, seja no campo ou na indústria, devem levar isto em consideração. Neste sentido, o projeto tem como objetivo geral caracterizar as diferentes frações da palha da cana-de-açúcar (ponteiro e folhas secas) e verificar a contribuição de cada fração deste resíduo na sustentabilidade do canavial e no rendimento industrial para a geração de energia

elétrica e etanol de segunda geração. Para a realização deste projeto 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 deste projeto vêm indicando 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. Para sua execução, este projeto conta com o apoio do CNPq.

▪ **EBI - Uso da discriminação isotópica para avaliar a contribuição da parte aérea e das raízes em aportar carbono para o solo**

Este projeto de pesquisa foi desenvolvido com recursos da FAPESP (modalidade Bolsa de Pesquisa no Exterior) no Energy Bioscience Institute (EBI), localizado na Universidade de Illinois de Urbana-Champaign no período de agosto de 2013 até abril de 2014. Neste projeto objetivou-se avaliar a contribuição da parte aérea e do sistema radicular de plantas produtoras de bioenergia no Brasil e Estados Unidos. Os resultados deste projeto indicaram que 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 e 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, os resultados indicaram que 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.

Os principais resultados deste projeto estão em fase final de redação e serão publicados em dois artigos científicos. Este projeto de pesquisa no exterior propiciou ainda o início da cooperação científica entre pesquisadores do EBI e do PAG do CTBE.

Divisão de Processamento de Biomassa – PIN

- Colaborações por instrumentos oficiais

- **Unicamp - 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**

O referido projeto tem apoio da Fapesp para seu desenvolvimento. Até o momento, foram testados dois distintos protocolos de metagênese (química e física) para a levedura e executadas fermentações preliminares para o reciclo de *S. stipitis* em meio sintético.

- **UNICAMP – Desenvolvimento de coquetel enzimático otimizado para a hidrólise de bagaço de cana-de-açúcar.**

Este projeto está sendo desenvolvido em colaboração com a UNICAMP no âmbito de um trabalho de mestrado. Parte dos resultados gerados neste trabalho foi apresentada em um congresso internacional. Este projeto está sendo desenvolvido na instalação de bioprocessos do CTBE.

- **UNICAMP - Estudos de adsorção/dessorção de enzimas lignocelulolíticas em lignina visando ao desenvolvimento de processos de reciclo de enzimas**

Este projeto está sendo desenvolvido em colaboração com a UNICAMP no âmbito de um trabalho de doutorado. Este projeto está sendo desenvolvido nas instalações da UNICAMP e do CTBE.

- **UNICAMP – Avaliação da viabilidade de aplicação do etanol como agente na precipitação de enzimas presentes no coquetel de *Trichoderma harzianum*.**

Este projeto foi desenvolvido em colaboração com a UNICAMP no âmbito de um trabalho de mestrado. O projeto encerrou-se tendo gerado uma dissertação de mestrado e um artigo científico aceito para publicação em revista indexada. Este projeto utilizou as instalações da UNICAMP e do CTBE.

Colaborações por instrumentos extra-oficiais

- **USP e Institut Polytechnique de Grenoble - New Cellulosic Derivatives from Sugarcane bagasse**

Este projeto recebe apoio do Programa Ciência sem Fronteiras com o objetivo de colaboração entre CTBE/CNPEM, IQSC/USP e IPG e está em seu segundo ano de vigência. Existem também recursos aprovados para a compra de consumíveis para o desenvolvimento do projeto.

- **EMBRAPA – Aproveitamento da fração de pentoses da biomassa lignocelulósica de cana-de-açúcar para obtenção de ácido succínico**

Nesta fase do projeto 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.

- **Universidade Federal do Pará - Biodiversidade para produção de etanol de segunda geração**

Este projeto tem apoio da FAPESP e tem como objetivo o estudo da potencialidade de uso de fungos filamentosos isolados do bioma Amazonas em conjunto com a Universidade Federal do Pará; desenvolvimento do processo de produção e ampliação de escala; acesso do potencial de uso do complexo enzimático obtido.

Os principais resultados obtidos no semestre são o estabelecimento de método de cultivo padrão e otimização de meio de cultivo e condições de cultivo (pH e temperatura) para produção de celulases por *Lasiodiplodia theobromae* isolada pela UFPA em frascos agitados e a efetivação de experimentos iniciais em biorreator de bancada com meio de cultura padrão.

Além disso, durante o semestre, foi realizada uma visita técnica de três integrantes do projeto a 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 relação 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.

- **IAC - Produção de substâncias esteróides por rota biotecnológica, limpa e inovadora.**

Uma plataforma biotecnológica para produção de esteróides vem sendo desenvolvida pela equipe de pesquisadores do LNBio, tendo na rede de colaboração o CTBE e o IAC. Este projeto tem como objetivo principal estabelecer a cadeia de produção de esteróides derivados da diosgenina, uma sapogenina esteroidal que serve de composto de partida para a produção de diversos medicamentos. Neste sentido, o CTBE atua nas etapas de processamento e extração deste princípio ativo por meio de rotas biotecnológicas. Os

protocolos padrões estabelecidos para os processos foram executados em escala de laboratório (20 L) e posteriormente em escala piloto (350 L). O domínio desta nova tecnologia pode levar o Brasil ao grupo de países que utilizam processos mais limpos na produção de esteróides.

▪ **USP - Bioprospecção de enzimas lignocelulolíticas a partir de actinomicetos endofíticos visando à produção de etanol de segunda geração.**

Este projeto está sendo desenvolvido em colaboração com a USP no âmbito de um trabalho de mestrado. Até o momento, os resultados desta pesquisa foram apresentados em um congresso internacional. Este projeto está sendo desenvolvido no Laboratório de Bioprodutos (ICB, USP).

Divisão de Avaliação da Sustentabilidade da Produção de Biomassa e Bioenergia – PSE

- Colaborações por instrumentos oficiais

▪ **UNICAMP - Integrated Sustainability Assessment of Bioethanol Production from Sugarcane in Brazil**

O objetivo deste projeto é melhorar as metodologias e a avaliação de alguns dos aspectos mais importantes da sustentabilidade da agroindústria canieira, com ênfase na obtenção de informações para o desenvolvimento de uma avaliação integrada. As metodologias serão aplicadas em três estudos de caso sobre envolvendo a produção de etanol de cana-de-açúcar no Brasil. O projeto tem financiamento da FAPESP pelo projeto BIOEN BE-BASIC.

Como resultados deste semestre, com relação ao tema de uso da terra, tem-se a criação de um banco de dados contendo variáveis geofísicas para as três áreas estudadas. Esse banco de dados será utilizado para alocação dos resultados do modelo BLUM. O BLUM - Brazilian Land Use Model ou Modelo da Terra para a Agropecuária Brasileira 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. Desenvolvido pelo ICONE em parceria com o FAPRI – Food and Agricultural Policy Research Institute da Universidade de Iowa dos Estados Unidos, o BLUM faz parte do modelo internacional de projeções agropecuárias que vem sendo utilizado como ferramenta para análise e formulação de políticas públicas americanas e brasileiras.

Na temática de recursos hídricos, foram realizadas simulações usando o modelo SWAT (Soil Water & Assessment Tool) para a bacia de Monte Mor e avaliação dos resultados do modelo diante do uso de diferentes fontes de dados de chuva. Também uma consulta para obtenção dos parâmetros sensíveis do modelo para o estudo foi realizada. Ainda, houve 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 cálculo de emissões de gases do efeito estufa causadas por mudança direta de uso da terra devidas à expansão da cana-de-açúcar na micro-região de Presidente Prudente.

Além disso, para se analisar os impactos à biodiversidade, foi realizado um estudo para avaliar se a cana-de-açúcar nos últimos dez anos expandiu sobre os biomas Mata Atlântica e Cerrado e, se ainda houve expansão sobre as áreas consideradas como prioritárias pelo Ministério do Meio Ambiente de acordo com o decreto n. 5092/04.

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.

▪ **USP, UNICAMP, APTA, IAC - Sustentabilidade da irrigação no setor sucroenergético**

O objetivo principal desta proposta é o desenvolvimento de uma ferramenta, composta por um conjunto de modelos, que fomente a tomada de decisão e gestão da irrigação no setor sucroenergético brasileiro de modo sustentável e fornecer ferramenta ao setor produtivo relacionado ao planejamento no uso da irrigação na cultura. Assim, torna-se uma alternativa para a integração dos instrumentos de gestão da Política Nacional de Recursos Hídricos visando subsidiar pedido de outorga. O projeto tem apoio financeiro do CNPq.

Neste semestre, foi adquirida a maior parte dos equipamentos de campo para a montagem dos experimentos que será realizada em Setembro 2014. Concomitantemente, iniciou-se a programação do modelo de crescimento vegetal e balanço hídrico na plataforma VBNet.

- **UNICAMP e Oak Ridge National Laboratory - Development of Common Indicators of Bioenergy Production**

A proposta de pesquisa se baseia na experiência no desenvolvimento de indicadores mensuráveis da sustentabilidade da produção de bioenergia, existente no Center for BioEnergy Sustainability (CBES) (<http://www.ornl.gov/sci/ees/cbes/>), no Oak Ridge National Laboratory (ORNL), e no Programa em Sustentabilidade do CTBE. Visitas de intercâmbio científico serão realizadas para: Avaliação do conhecimento existente a respeito da avaliação dos impactos sobre a biodiversidade, identificação de metodologias e de indicadores, e desenvolvimento de metodologias para identificar sinergias entre os diferentes aspectos da sustentabilidade, além da avaliação integrada da sustentabilidade: desenvolvimento de uma base de dados integrada, no CTBE, que permita a combinação de todos os parâmetros e indicadores, que serão geo-referenciados. O projeto tem apoio da FAPESP.

Como resultados do projeto, foi realizada uma visita de um pesquisador do PSE ao ORNL.

- **Colaborações por instrumentos extra-oficiais**

- **University of Aberdeen - Impacts of sugar cane production in Brazil**

Este projeto visa a estruturação de linha de pesquisa em modelagem ambiental no CTBE, por meio de intercâmbio de pesquisadores e alunos para capacitação e para 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, considerando: a 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. O Brazil Partnering Award do Biotechnology and Biological Sciences Research Council (BBSRC) está financiando o projeto no que diz respeito à mobilidade dos pesquisadores, já que ele está sendo realizado em colaboração com o Institute of Biological and Environmental Sciences, University of Aberdeen, Escócia.

O projeto teve seu início em março deste ano, e como resultados preliminares deste projeto, destaca-se a publicação de artigo intitulado "Sustainable energy crop production" na revista "Current Opinion in Environmental Sustainability".

- **University of Texas, APTA, EMBRAPA - Sugarcane and ethanol water footprint under rainfed and irrigation**

Este projeto iniciou-se em fevereiro deste ano e tem como objetivo 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. O projeto tem aporte financeiro do CNPq.

Os resultados já obtidos pelo projeto são a compilação de bases de dados de experimentos passados conduzidos sob irrigação por gotejo subsuperficial para confecção de dois artigos científicos.

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**

O projeto desenvolvido em parceria com a Eli Lilly, com início em setembro de 2013 e que recebe financiamento da Finep (PAISS), tem como objetivo principal a otimização da disponibilidade de energia e nutrientes extraídos de biomassa fibrosa, para aplicação na produção de bioetanol e nutrição de ruminantes. Ao longo do primeiro semestre de 2014, foram finalizadas as contratações dos membros da equipe executora, que incluíram 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. Visando à capacitação dos membros da equipe para a operação dos equipamentos que compõem esta sala, foi realizado treinamento teórico-prático sobre a tecnologia de sequenciamento de nova geração, 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. O projeto em questão é desenvolvido em parceria com o Programa Industrial do CTBE, que neste período realizou o processo de aquisição do conjunto de biorreatores paralelos que será utilizado no desenvolvimento do processo de produção das enzimas. O processo de aquisição envolveu a definição do escopo do equipamento adequado às demandas do projeto e reuniões técnicas com empresas representantes

deste tipo de produto. Além disto, iniciou-se o processo de certificação da planta piloto do CTBE, que será uma “facility” importante na fase de escalonamento. Neste período houve um grande esforço para adequar a estrutura física da planta 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. Desta forma, a planta piloto encontra-se apta para o desenvolvimento de atividades com OGM classe 1 de risco. 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;
- O desenvolvimento do projeto vem cumprido à expectativa, no que diz respeito ao fortalecimento das áreas de atuação do CTBE, avanços na infraestrutura e melhorias técnicas. Além disso, os primeiros resultados obtidos apontam para o bom andamento do projeto, cujo foco principal é o otimizar o aproveitamento da biomassa vegetal para a geração de bioprodutos.

▪ **BNDES - A produção de etanol pela integração do milho-safrinha às usinas de cana-de-açúcar: avaliação ambiental, econômica e sugestões de política.**

Este projeto tem como objetivo a utilização da BVC para realização de um estudo encomendado pelo BNDES e com a coparticipação da EMBRAPA, Pecege/Esalq e USP sobre a avaliação técnico-econômica e ambiental da integração da produção de etanol de milho em usinas de cana-de-açúcar. O trabalho completo foi publicado e será usado para a formulação de políticas públicas pelo BNDES.

▪ **BNDES/MDIC - Custo de Etanol 2G**

Neste semestre, houve o início da realização de um estudo, em parceria com o BNDES, utilizando a BVC, sobre a avaliação do custo de etanol de segunda geração. O projeto contempla uma avaliação do estágio de desenvolvimento da tecnologia baseada em resultados atuais e estimativas de empresas e instituições do setor. 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.

- **BRASKEM – Avaliação de investimento necessário para a produção de um álcool superior a partir da cana-de-açúcar**

O objetivo deste projeto é realizar uma estimativa de investimento e custos operacionais de uma planta de produção alcoóis superiores, baseada no processamento de cana-de-açúcar, utilizando a ferramenta Biorrefinaria Virtual de Cana-de-Açúcar. O projeto será finalizado em agosto.

- **Petrobras - Modelagem e simulação de biorrefinarias de produção de etanol 1G/2G**

Este é um projeto coordenado pela UFSCar em parceria com a COPPE e UFRGS. Neste primeiro semestre foram realizados ajustes no planejamento das atividades técnicas, reuniões de acompanhamento e contratações dos engenheiros que realizarão a modelagem dos processos.

- **DOW - Development of new products from sugar cane**

No período de janeiro à junho de 2014 tiveram início as atividades do projeto que trata 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 destaca-se também os procedimentos de cultura do microrganismo envolvido na biossíntese do produto.

Este projeto desenvolvido em parceria com a Empresa Dow prevê a realização, de análises técnico-econômicas com o objetivo de avaliar o custo oportunidade de diferentes substratos utilizados na obtenção do produto desejado.

- **BP - Fermentação contínua multiestágio com recuperação, reativação e reciclo de fermento para obtenção de vinhos com alto teor alcoólico.**

Neste projeto, durante o primeiro semestre de 2014, foram executadas atividades de modelagem e estimação de parâmetros da etapa de fermentação alcoólica contínua.

Este projeto está em sua fase de operação na unidade piloto e os resultados confirmam que a nova tecnologia contribuirá significativamente para a eficiência global da usina, visto que sua principal vantagem é o aumento da produtividade 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, bagaço de cana de açúcar.

▪ **Máquinas Agrícolas Jacto S.A. - Mecanização de Baixo Impacto para a Cultura da Cana-de-Açúcar**

O objetivo deste projeto é o desenvolvimento de tecnologias alternativas para reduzir o tráfego de máquinas sobre o solo e para 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 relacionados a seguir estão ligados a ganhos de produtividade, redução de custos, conservação do solo e redução de emissões:

- 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.

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 (Figura 4.1).



Figura 4.1: ETC em fase desenvolvimento do controle em pátio

Outro resultado é a formulação de projeto e a fabricação de estrutura para avaliação do comportamento estrutural e do equilíbrio da ETC. A estrutura permite simular as diversas condições de carga geradas pelas 8 posições diferentes que adotam as frentes de colheita durante a operação.



Figura 4.2: 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 e construído um protótipo de cortador de base duplo para ser avaliado no segundo semestre em termos de redução de perdas de colheita.



Figura 4.3: Cortador de base duplo instalado na frente de colheita de esteira

Foi projetada uma nova frente de colheita “conceito” 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 4.4.

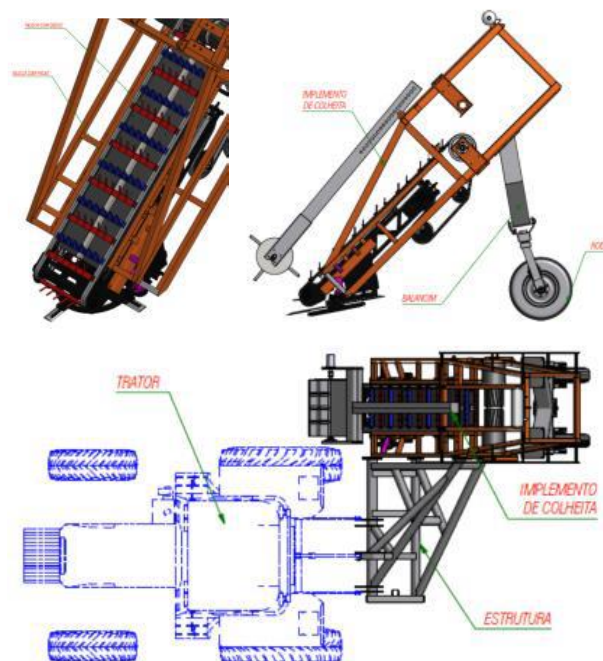
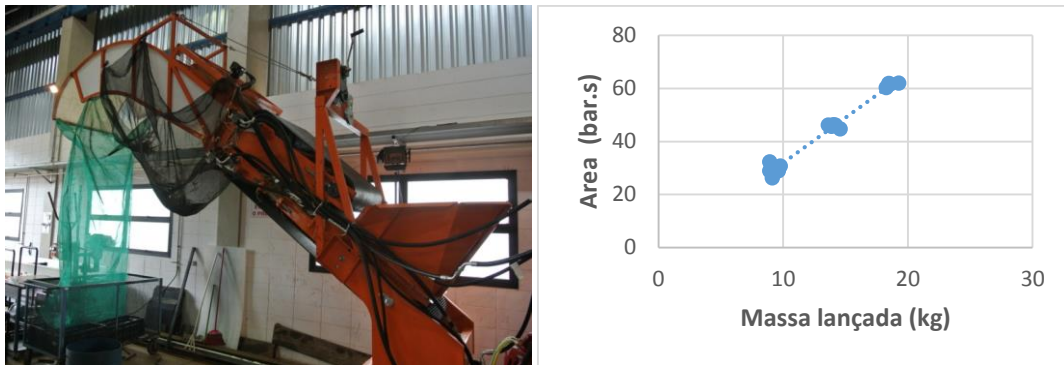


Figura 4.4: Implemento de colheita “em manta” acoplado ao trator

O lançador inercial ilustrado na Figura 4.5(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).



(a)

(b)

Figura 4.5: Lançador inercial em fase de desenvolvimento experimental

Processo de Plantio

O projeto de plantio teve atividades de desenvolvimento do processo mecânico de colocação com precisão dos rebolos dentro do solo e deu-se continuidade aos experimentos agrônômicos de avaliação de desempenho desse sistema de plantio.



(a)

(b)

(c)

Figura 4.6: 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

No S1-2014 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/2014 foram obtidos os primeiros resultados de segunda safra na usina Guaira os quais são apresentados na Figura 4.7, em que se pode observar a tendência descrita.

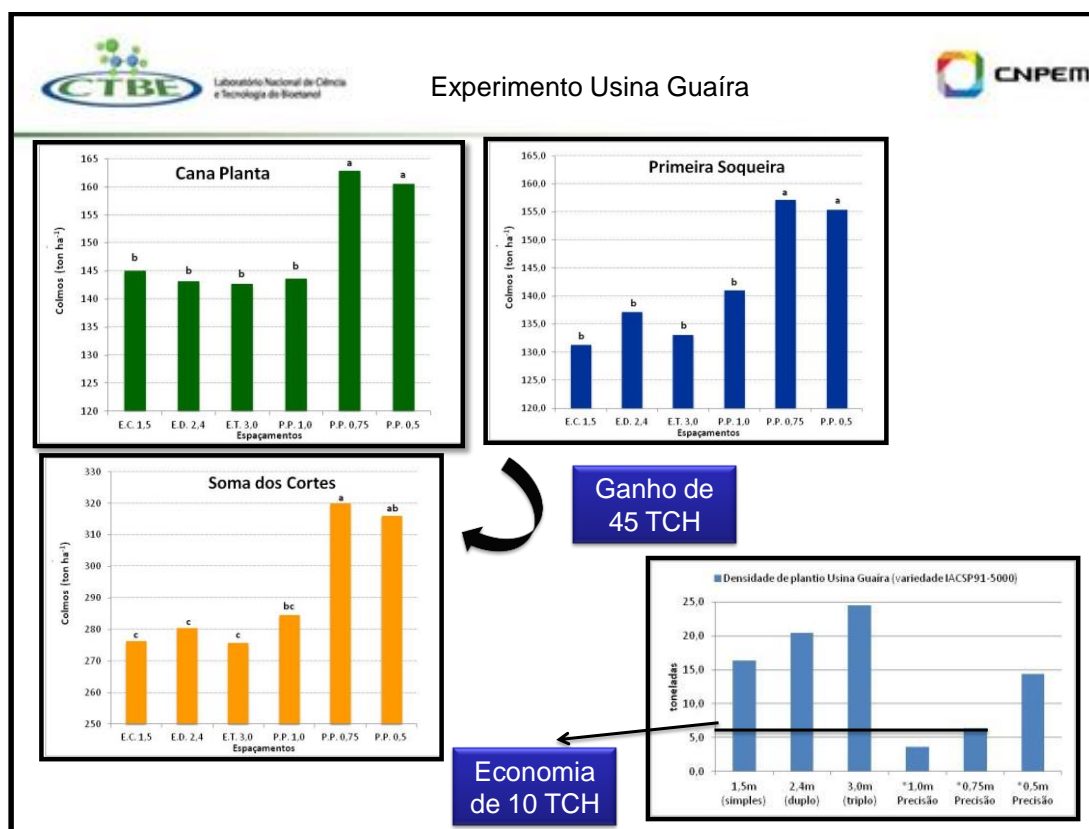


Figura 4.7: Produtividade de colmos e gasto de mudas de seis configurações de plantio em experimento conduzido na Usina Guaira.

- **Plantio Direto**

Este projeto de pesquisa vem sendo desenvolvido com recursos do BNDES e do CNPq pelo edital Ciência Sem Fronteiras e visa obter indicadores agrônômicos e ambientais da adoção de práticas conservacionistas de manejo da cultura da cana-de-açúcar, tal como o plantio direto na palha, a implantação de rotação de cultivos com leguminosas na reforma do canavial, adoção de estratégias de controle e redução do tráfego e manejo da palha do canavial. Para a realização deste projeto foram estabelecidas parcerias de pesquisas com os grupos sucroenergéticos São Martinho, Zilor e Cerradinho Bio, onde atualmente tem-se conduzidos experimentos de campo. As primeiras colheitas deste experimento foram realizadas no final do primeiro semestre de 2014 e indicaram que a adoção da rotação de cultivos com a cultura da crotalaria

resultou em um aumento médio de 12 toneladas de cana-de-açúcar por hectare cultivado. Somado a isso, os resultados preliminares indicam que a redução das operações de preparo do solo e adoção do plantio direto não afetaram significativamente o desenvolvimento e a produtividade do canavial. Nos últimos meses, foram instalados neste experimento os tratamentos de controle de tráfego e níveis de palha, os quais deverão apresentar os primeiros resultados em 2015. A condução deste experimento conta com o apoio do renomado pesquisador australiano Allan Garside através do edital do programa Ciência Sem Fronteiras.

▪ **Rhodia - Obtenção de intermediários químicos a partir de macromoléculas provenientes do bagaço de cana-de-açúcar**

Este projeto tem como objetivo a avaliação do desenvolvimento de tecnologia para produção de blocos químicos a partir das frações do material lignocelulósico de cana-de-açúcar.

O projeto é financiado pelo BNDES no âmbito FUNTEC em parceria com a empresa Rhodia Poliamidas e Especialidades LTDA. O montante de recursos aprovado foi de R\$ 7.747.042,19. 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 função dos resultados promissores obtidos neste projeto foi solicitada a aditivação do prazo de utilização dos recursos por mais 10 meses, concordada entre o CTBE e a empresa 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 - Rota tecnológica para produção de etanol 2G de bagaço de cana**

Este trabalho objetiva o desenvolvimento de rota tecnológica para produção de etanol de bagaço de cana-de-açúcar usando complexo enzimático celulolítico e linhagem de microrganismo para consumo de pentose 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. Os dados serão usados para elaboração de projeto conceitual de unidade industrial de produção.

Os principais resultados obtidos no semestre são a definição da concepção geral do processo; a pré-análise tecnológica e econômica e o início de experimentos em laboratório.

▪ **BP - Assessing Water Resources in Data Limited Regions and Changing Land Use**

O objetivo deste projeto é o desenvolvimento de uma metodologia de baixo custo que permita a avaliação da situação da dinâmica dos recursos hídricos em regiões hídricas com pouca informação e disponibilidade de dados. Em particular, o projeto vai integrar os dados já existentes de satélite, modelagem e informações georeferenciadas para avaliar a dinâmica da quantidade e qualidade da água, devido à mudança de uso e cobertura do solo. O projeto é realizado em parceria com a University of Texas. O projeto é financiado pela empresa BP.

Os resultados do projeto incluem a montagem do banco de imagens MODIS; e o processamento dessas imagens. No período, 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).

▪ **Microsoft Research - Using Azure to run an integration of process-based environmental models and geographic information systems**

Este projeto tem como objetivo fazer uso de computação em nuvem para integrar a modelagem baseada em processos e 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 (um modelo de 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 projeto é realizado em parceria com a Colorado State University e tem financiamento da Microsoft Reserach.

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. Os proximos passos sao a ampliaao da area avaliada para o Estado de Sao, e em seguida para a regiao Centro-Sul.

Prospeao Tecnologica

- A area de pesquisa em produao de biocombustiveis e biomaterias derivados de biomassa tem avanado consideravelmente nos ultimos 4 anos. Nos EUA e Brasil ja

estão em fase final de montagem 4 usinas de etanol de segunda geração que devem usar resíduos da produção de milho (EUA) e bagaço (Brasil). Além da produção de etanol de 2G, a produção de blocos químicos derivados da biomassa para a produção de bioplásticos e biocompósitos também é outro setor que cresce rapidamente. O CTBE está prospectando e acompanhando esses novos desenvolvimentos e estabelecendo parcerias com o setor privado para iniciar novos projetos. Outra área de interesse ao CTBE é a produção de bioquerosene de aviação, com grande potencial de produção a partir da biomassa, principalmente cana-de-açúcar.

Gestão da Inovação

No primeiro semestre de 2014, o CTBE assinou 12 acordos e manteve 31 em estágio de negociação adiantada, vários dos quais possuem acordo de confidencialidade assinado. Ademais, no primeiro semestre de 2014 foram treinadas 71 pessoas, entre novos funcionários e parceiros do CTBE, em confidencialidade, tema de extrema importância nas parcerias com a indústria. O website do CTBE foi reformulado com a disponibilização dos resumos comerciais das patentes do Laboratório em português e inglês. 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. Além disso, a manutenção da participação das equipes em eventos nas áreas de atuação do CTBE foi importante para o desenvolvimento de contatos. Cerca de trinta buscas de anterioridade foram realizadas, 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. 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 WO2014078924 e WO2014059502. Um banco de dados foi formulado para melhor gerir a carteira de patentes do CTBE e foi elaborada uma cartilha de orientação à comunidade interna do CTBE sobre o acesso ao patrimônio genético (CGEN). Adicionalmente, foram elaborados processo e solicitação de autorização de acesso ao patrimônio genético, de acordo com a MP 2186/16 – 2001, para projeto do CTBE (Processo 010336/2014-1; Protocolo 7411618299661478; submetido via plataforma Carlos Chagas).

4.5 Iniciativas de Capacitação e Treinamento

4.5.1 Seminários e Palestras

Os pesquisadores do PPB apresentaram seminários e palestras nos eventos a seguir:

- 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.
- Transcriptome analysis of the oil palm during its interaction with *Thielaviopsis paradoxa*. XXII Plant and Animal Genome Conference. San Diego, CA, Estados Unidos.
- Exploring microbial diversity to further the bioethanol supply chain in Brazil. 1er Foro Internacional de Bioinformática: Ciencia y Tecnología para el Futuro del País. Bogotá, Colômbia.
- Plant growth regulation and applications in bioenergy, Embrapa Agroenergia, Brasília-DF, Brasil.
- A systems approach to understand the regulation of plant growth and biomass production in bioenergy, 2nd Plant Organelles and Stress Response Symposium (Brazilian-German Workshop), UFV, Viçosa-MG, Brasil.
- *Aspergillus nidulans* como modelo para a secreção de proteínas alvo. Departamento de Bioquímica e Microbiologia, IB/UNESP - Rio Claro-SP, Brasil.
- Bioprospecção e Engenharia Molecular no Estudo e Desenvolvimento de Enzimas e Microorganismo. Congresso Paranaense de Microbiologia, Londrina- PR, Brasil.
- Desenvolvimento de Abordagens 'Omicas' para a Descoberta de Biocatalisadores para Conversão da Biomassa Vegetal. XI Seminário Brasileiro de Tecnologia Enzimática - ENZITEC, 2014.
- II Fórum de Ensino Técnico da Área Química – Fórum + 10 “O profissional da Química do Século XXI: Expectativas do Mercado”, CRQ-IV Região, “Pesquisa, Desenvolvimento e Inovação”.
- “Biorefinary and the role of Lignin”, palestra ministrada na University of Washington, Seattle-WA, e University of Arkansas, Fayetteville-AR, Estados Unidos.
- Bilateral Workshop Brazil-Sweden on Climate Change Challenges - Adaptation and Strategic Initiatives, Brasília, Brasil.

- 11º *Seminário Brasileiro de Tecnologia Enzimática (Enzitec)*, Rio de Janeiro, RJ.
- International Congress on Biomass (iconBM), Florença, Itália.
- SETAC Europe 24th Annual Meeting, Basileia, Suíça.
- Workshop Interno CTBE / Vale / UFPA no CTBE, intitulado Biodiversa 2G – Rede de Exploração do Bioma da Amazônia para Desenvolvimento de Tecnologias de Produção de Etanol 2G.
- Dielectric barrier discharge plasma on water to decrease recalcitrance of Lignocellulosic biomass. 36th Symposium on Biotechnology for Fuels and Chemicals. Florida, USA.

4.5.2 Eventos de Capacitação

No início de 2014, os Laboratórios de Metabolômica e Biologia Computacional e Evolutiva ofereceram treinamento para um estudante de mestrado da Universidad de Los Andes pelo período de três meses.

O PAT participou do Curso de pegada ecológica e avaliação de ciclo de vida de sistemas de bioenergia na Universidade de Concepción, na cidade de Concepción, no Chile, que foi realizado entre 26-30 de maio, totalizando 20 horas aula e que teve 12 participantes. Além disso, o PAG teve participação no curso “*Energy Capacity Building*”, organizado pelo British Council, na Universidade Escola de Engenharia de São Carlos, São Carlos, SP, realizado em fevereiro de 2014, totalizando 20 horas aula e 20 participantes.

Foi também oferecido um treinamento para usuário externo para o uso da metodologia de caracterização de biomassa vegetal desenvolvida no CTBE.

Além das atividades supracitadas, os pesquisadores do CTBE vêm colaborando 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.

4.5.3 Eventos Científicos

Em parceria com a Unicamp, os pesquisadores do PAT coordenaram o 3º Workshop do Projeto Temático FAPESP “Simulação da biorrefinaria de cana-de-açúcar de 1ª geração na plataforma EMSO” que ocorreu nos dias 15 e 16 de maio nas dependências da FEQ/Unicamp. O workshop contou com a presença de alunos, professores e pesquisadores das instituições: Unicamp, USP, UFABC, UFSCar e CTBE. Além disso, o coordenador do PAT é presidente do comitê local do 2º Brazilian Bioenergy Science

and Technology Conference (BBEST) que se realizará em Outubro de 2014 em Campos do Jordão. Várias reuniões do comitê foram realizadas no CTBE.

4.5.4 Orientação e Supervisão

Os pesquisadores do CTBE, ao todo em suas cinco divisões, orientaram ou supervisionaram no primeiro semestre de 2014: 13 alunos de iniciação científica, 24 de mestrado, 28 de doutorado, 29 de pós-doutorado e um 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. 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 e estudos de 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 erivados da biomassa.

A Divisão de Biologia Funcional, Biotecnologia e Biofísica (PPB) engloba nove laboratórios menores 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 da Sustentabilidade da Produção de Biomassa e Bioenergia (PAT) desenvolveu 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.

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 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)

No período 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.

Foi detectado um problema na rosca de alimentação que dificulta alimentação contínua do reator e aguarda-se resultados de testes com nova rosca no fabricante para posterior

modificação no reator. 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 pelo srs Madacki/Marília. 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 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.

- 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.

Neste semestre, foi instalada extrusora para trabalhos de pesquisa do LNNano em área da PPDP.

- Módulo 6 - Fermentação

Foi realizado projeto de redução de escala, fabricação e aquisição junto a 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 semestre, 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. Também para uso no mesmo projeto foram s e 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.

4.6.2 Laboratório de Protótipos Agrícolas - LPA

O PAG por meio de uso de recursos do projeto Jacto/BNDES e de contrato de gestão finalizou 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.

Os pesquisadores do PAG vêm participando de discussões e planejamento para a ampliação dos laboratórios de análises de planta, casa-de-vegetação e laboratórios agrônômicos de solo, planta e gases, assim como do tratamento e processamento de resíduos orgânicos provenientes da indústria sucroenergética para produção de insumos agrícolas.

4.6.3 Laboratório de Desenvolvimento de Processos - LDP

No primeiro semestre de 2014, o LDP seguiu em operação normal, atendendo a demandas de diversos projetos. A Central Analítica para Biomassa e Derivados que opera sob diretrizes comuns no LDP está operando de forma padronizada servindo a um amplo espectro de projetos. Durante o primeiro semestre de 2014 foram utilizadas 5.703 horas da instalação (incluindo horas extra-Portal de Usuários), dos quais 51% representam projetos internos (agências de fomento, colaboração com universidades e institutos de pesquisa), 47% representam as parcerias com indústrias e 2% a atendimento a usuários.

Com o intuito de uniformizar e validar as metodologias analíticas para caracterização de bagaço de cana, conforme citado no relatório anual de 2013, foi realizado um interlaboratorial em parceria com o NREL (National Renewable Energy Laboratory) e outras instituições brasileiras (CENPES/Petrobrás, IQSC/USP, EEL/USP, CTC, Embrapa Agroenergia, INMETRO, IPEN/CNEN). Estas metodologias foram validadas e

serão oferecidos cursos para o treinamento e capacitação da comunidade científica especializada. Além disso, o CTBE está participando ativamente da “instalação da ABNT/CEE 213 - Comissão de Estudo Especial de Cana-de-Açúcar”, com o intuito da elaboração de normas sobre o assunto.

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.

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 laboratórios 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 escala 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.

4.6.5 Laboratório de Biologia, Biotecnologia e Biofísica – LBB

Laboratório de Análise de Biomassa no Estado Sólido

Em maio 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. Os equipamentos já foram transportados para o CTBE e foram iniciadas as obras de adequação do laboratório (sala 119B) que receberá os mesmos.

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 8x1.2 TB 10Krpm) para armazenamento de dados provenientes dos sequenciadores de nova geração, adquirido com recursos da FINEP. 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.

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 e

(ii) Banco de Dados de Cenários de Avaliação Tecnológica. Adicionalmente, foi continuada a alimentação da Plataforma LignoCel, que é o banco de dados de biomassa lignocelulósica. Esses trabalhos em bancos de dados serviram de base para estruturar a participação do CTBE em um projeto na chamada de e-Science da FAPESP.

Laboratório de Metabolômica

Durante o primeiro semestre de 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 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).

Laboratório de Sequenciamento de Ácidos Nucleicos

Durante o primeiro 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 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. O sequenciador MiSeq se encontra em plena operação, tendo sido utilizado neste período para o sequenciamento de amostras de DNA e RNA de diferentes origens. O sequenciador HiSeq 2500, que se trata de um equipamento mais robusto, encontra-se na etapa de validação.

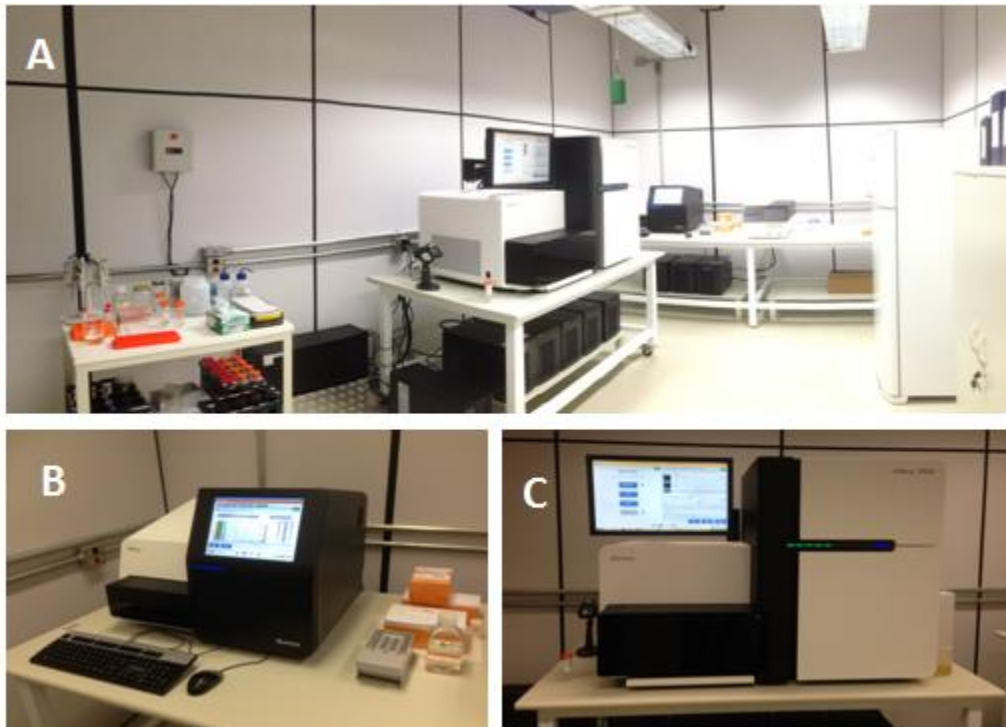


Figura 4.8: (A) Sala de Sequenciamento de Ácidos Nucleicos do CTBE. (B) Sequenciador Illumina MiSeq (C) Sequenciador Illumina HiSeq 2500.

- **Biorrefinaria Virtual de Cana-de-Açúcar - BVC**

Durante o primeiro semestre 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 (8.4) 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.

5 LABORATÓRIO NACIONAL DE NANOTECNOLOGIA

5.1 O LNNANO em 2014

O Laboratório Nacional de Nanotecnologia completa 3 anos em 2014. No atual momento é operado por 93 colaboradores (44 CLT, 27 estagiários e 22 bolsistas) trabalhando em modernas instalações, produzindo resultados expressivos nos 4 eixos de atuação do CNPEM.

O LNNano foi criado com base em um plano elaborado para atender a demanda no desenvolvimento de nanotecnologias para o país do então Ministro da Ciência, Tecnologia e Inovação, Marco Antonio Raupp. Esse plano vem sendo executado por uma equipe motivada, bem qualificada e ativa. A implantação do plano prossegue, porém em 2014 vimos enfrentando um cenário de grande restrição orçamentária que estanca o necessário crescimento da equipe, bem como impede a premiação de empregados que têm contribuído de maneira excepcional. A crise orçamentária também obriga a busca por fontes alternativas de recursos que, por sua vez, exige um esforço extra na prospecção e seleção de oportunidades, em paralelo ao trabalho dedicado às suas atividades principais. Só foi possível manter uma razoável continuidade na operação do laboratório neste primeiro semestre graças aos recursos de custeio obtidos de projetos com empresas e agências de fomento, especialmente do Instituto Nacional de C,T&I em Materiais Complexos Funcionais (Inomat), sediado na Unicamp, mas coordenado pelo Diretor do LNNano.

A expansão e a qualidade do atendimento a usuários mostram progressos importantes em várias frentes, o que permitiu ao seu Diretor fazer uma apresentação bem sucedida em recente *workshop* sobre laboratórios multiusuários realizado em maio na FAPESP. Uma evidência do sucesso do LNNano no eixo de atuação do CNPEM relativo a usuários está na abertura mostrada pela Diretoria Científica da FAPESP que estuda um aporte significativo de recursos a este LN para a renovação de microscópios eletrônicos de transmissão que permitirá também a expansão das técnicas de criomicroscopia e de microscopia de sistemas de interesse biológico e farmacêutico.

Foram obtidos resultados expressivos na pesquisa interna do LNNano, incluindo importantes reconhecimentos como o destaque de artigo de um de seus pesquisadores em capa de revista de alto índice de impacto e o prêmio obtido por uma de suas alunas de pós-graduação em congresso da *Electrostatic Society of America*. O LNNano tem 2 pedidos de patentes protocolados neste primeiro semestre. O Curso Avançado de

Microscopia Eletrônica realizado em Janeiro obteve muito sucesso e teve a maior demanda de sua história, com muito boa avaliação por alunos e professores convidados.

Os resultados obtidos pelo LNNano no 1º semestre de 2014, que são numerosos e de alta qualidade em todos os eixos de atuação do CNPEM, é resumido abaixo em horas utilizadas:

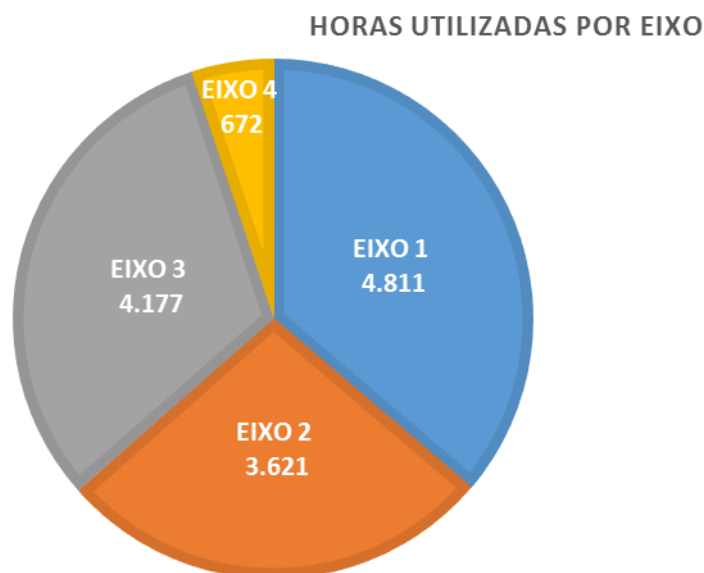


Figura 5.1: Resultados do LNNano nos 4 eixos de atuação do CNPEM

Janeiro a Junho de 2014

No atual momento, as maiores preocupações do Diretor são a preservação e o crescimento do quadro de pessoal. O novo plano de carreira instituído no CNPEM permite aos empregados terem uma visão de progresso e crescimento, mas se torna essencial desenvolver táticas de proteção contra o assédio dos empregados por parte de organizações externas. A situação das universidades brasileiras não é atraente no atual ano de 2014, mas a mudança positiva dos cenários externos está criando focos de atração para pesquisadores e especialistas, que podem se tornar irresistíveis. Além disso, a deterioração da imagem externa do Brasil diminui a atratividade de organizações como o CNPEM como líderes ou atores importantes no recrutamento de pessoal altamente qualificado, do Exterior.

A coexistência dos 4 eixos de atuação do CNPEM é hoje bem compreendida pelo pessoal do LNNano. O LN promove e estimula um bom nível de colaboração interna, apoiada em definições claras do papel de cada empregado e das expectativas a respeito

dos resultados do seu trabalho. Um exemplo concreto desta situação é fornecido pelo caso do seu grupo temático de criomicroscopia. Em 2011, criomicroscopia era o projeto individual acadêmico de um dos pesquisadores e sua inserção institucional era tênue, além de ser prejudicada pela vinculação do pesquisador a um laboratório com tarefas de atendimento a usuários que iam além de sua formação e interesses. Esse foi o ponto de partida da formação de um grupo que implantou novas metodologias avançadas de microscopia eletrônica sem precedentes no Brasil: apresenta uma produção científica significativa, interage com vários grupos importantes de dentro e fora do país e, o que é muito surpreendente à vista do quadro inicial, começou em 2014 a atender a uma demanda exigente e sofisticada de usuários de empresas do setor farmacêutico, o que não era esperado no cenário inicial projetado em 2011.

Perspectivas para o segundo semestre de 2014

No segundo semestre teremos a conclusão das obras do novo prédio do LNNano. Sua ocupação até o final de 2014 desafogará áreas atualmente superpovoadas, permitindo um aumento do número de estudantes e outros bolsistas. Uma das consequências mais importantes da obra será um aumento do rigor técnico e da qualidade nas atividades de microfabricação.

No próximo semestre, almeja-se discutir - e eventualmente iniciar - a criação de uma ou mais empresas *spin-off* do CNPEM para explorar resultados recentes de pesquisa do LNNano que foram recentemente patenteados ou estão em vias de sê-lo. Um deles é um desenvolvimento conjunto com o Instituto Eldorado de uma plataforma de sistema (sensor + instrumentação de medida) para a determinação de água em etanol. Outro caso é o resultado de projeto com a Odebrecht Agroindustrial que gerou uma patente de produto (no momento sendo depositada pela empresa), cuja exploração poderá envolver uma nova *spin-off* em associação com a Odebrecht ou, eventualmente, a criação de uma *spin-off* para executar o que seria a parte do CNPEM necessária à exploração deste produto.

5.2 Instalações Abertas à Usuários Externos

Neste semestre foram executadas e implantadas várias melhorias na infraestrutura aos usuários, descritas em detalhe no item 5.6, tendo sido incorporados novos equipamentos aos grupos e laboratórios do LNNano.

As propostas externas executadas nos equipamentos abertos do LNNano (Laboratórios LME, LCS, CPM e LMF) totalizaram 263 em 2012, 275 em 2013 e 182 até a presente data de 2014. Os usuários externos do LNNano são principalmente pesquisadores

acadêmicos que não pertencem aos quadros da instituição, porém neste ano de 2014 estamos observando um aumento acentuado na procura por serviços de alta complexidade tecnológica por empresas. A maior demanda concentra-se em microscopias, eletrônica e de sondas, com foco na caracterização de substâncias e no desenvolvimento de novos materiais.

Ressaltamos também: (i) a satisfação dos usuários quanto aos serviços realizados pelas equipes dos laboratórios do LNNano e (ii) a qualidade do treinamento que vem sendo dada pelas equipes do LNNano a pesquisadores externos, como citado pelo doutorando Rafael Bergamo Trinca, do Instituto de Química da Unicamp: “*Aprendi aqui a usar o microscópio e a obter dele os melhores resultados*”. Sua pesquisa é apoiada pela FAPESP e busca obter membranas biocompatíveis capazes de liberar fármacos a partir de certos estímulos, como o aumento de temperatura.

Outro exemplo de crescimento no serviço a usuários reside nas atividades desenvolvidas pelo Laboratório de Microfabricação. O maior número de usuários externos deste laboratório provém das universidades paulistas (USP, UNICAMP e UNESP), mas tende a se diversificar. No 1º semestre de 2014 foram submetidos a este laboratório 37 projetos externos oriundos de diversas universidades brasileiras e estimamos que até o final de 2014 se receba mais de 40 propostas de usuários externos. Este fato ocorre pelo 3º ano consecutivo de operação e o LMF está atingindo seu ponto de saturação, o que causa dificuldades de agenda para usuários externos e internos. Até Junho de 2014, o laboratório conseguiu completar 21 dos projetos recebidos e treinar 30 novos usuários em técnicas avançadas de microfabricação e, devido à grande procura até a data, o LMF só dispõe de datas livres para a segunda quinzena de outubro. Caso tal procura persista nos próximos anos, teremos dificuldades para acomodar usuários externos e internos no uso desta instalação aberta multiusuário, demandando necessidade de novos investimentos em equipamentos e infraestrutura.

A Tabela 5.1 a seguir resume o desempenho dos grupos e laboratórios do LNNano quanto ao atendimento a usuários externos no 1º semestre de 2014.

Linhas	Propostas	Horas	Beneficiários
LCS	19	638	43
CPM	5	261	6
LME	138	2.869	241
LMF	20	1.043	53
Total	182	4.811	343

Tabela 5.1: Estatísticas de atendimento do LNNano a usuários externos (1º sem 2014)

5.3 Projetos de Pesquisa e Desenvolvimento Interno

Projetos e pesquisas internos sem financiamento de agências de fomento

- **Detector de Adulteração de Etanol** (Laboratório de Microfabricação e Filmes Finos - LMF): O objetivo deste dispositivo é determinar a concentração de água no etanol, tendo como público-alvo empresas interessadas em evitar a adulteração do etanol combustível. Baseado no conceito capacitivo, onde a variação da capacitância em função da concentração de água no etanol é observada, o detector de etanol consiste de uma estrutura interdigitada de níquel-dielétrico formada sobre uma placa de alumina.

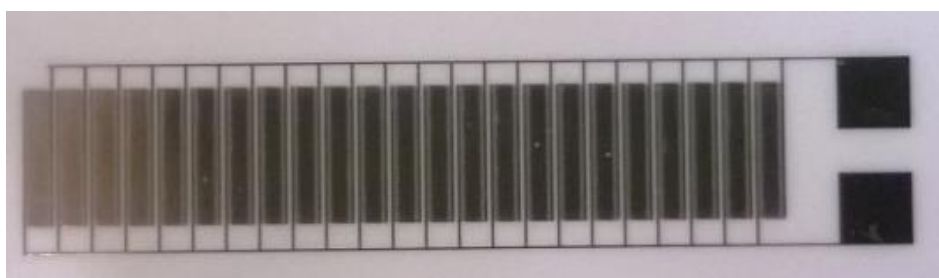


Figura 5.2: Estrutura interdigitada – sensor de etanol

Resultados experimentais demonstram boa sensibilidade ($S = 0,119 \text{ mV} / \% \text{Etanol}$) e uma resposta linear na faixa de 0% a 20% de água em etanol.

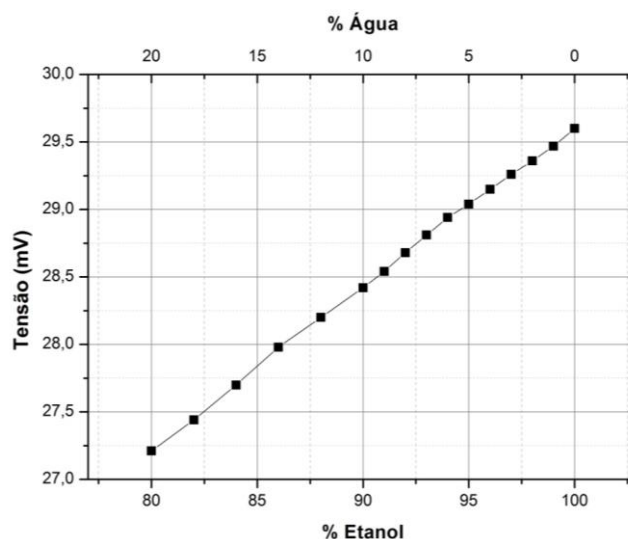


Figura 5.3: Variação da tensão sobre o detector em função da %água em etanol

Neste projeto, uma maior ênfase está sendo dada em desenvolver um sistema de comunicação portátil que seja capaz de processar os dados obtidos e transmiti-los via protocolo GSM para dispositivos móveis. Esta mesma plataforma de comunicação poderá ser utilizada para outros dispositivos atualmente desenvolvidos pelo LMF.

- **Desenvolvimento de dispositivo eletroquímico para a determinação de etanol (LMF):** O monitoramento contínuo do teor de etanol durante um processo de fermentação é necessário já que concentrações acima de 12% inibem a ação das leveduras e prejudicam o rendimento final do processo de produção. Desta forma, foi desenvolvido um dispositivo eletroquímico a partir da modificação de eletrodo de Ni com hidróxidos de Ni, Co e Cd, que possibilita a eletrocatalise de etanol em baixos potenciais. O método consiste na eletrodeposição de uma solução de nitrato de sódio $20,0 \text{ mmol L}^{-1}$, contendo nitratos de Ni, Co e Cd nas proporções molares de 77, 20 e 3%, respectivamente. Com o eletrodo desenvolvido foi realizada análise por voltametria cíclica em soluções de etanol preparadas em NaOH 100 mmol L^{-1} . no intervalo de concentrações de 2 a 30 mmol L^{-1} , como apresentado na Figura 5.4. A curva analítica presente na Figura 5.5. foi obtida a partir das correntes medidas em $0,6 \text{ V}$ nos voltamogramas e de 14 análises realizadas em três eletrodos diferentes. A sensibilidade da curva em questão ($1,19 \mu\text{A L mmol}^{-1}$) foi aproximadamente duas vezes maior quando comparada a um eletrodo de Ni sem modificação. Estudos de repetibilidade foram realizados intra e interdispositivos e resultaram respectivamente em desvio padrão relativo de 5,40% ($n=5$) e 7,62% ($n=3$), considerando análises em solução de etanol 15

mmol L⁻¹, mostrando que o método resultou em eletrodos com repetibilidade alta entre si.

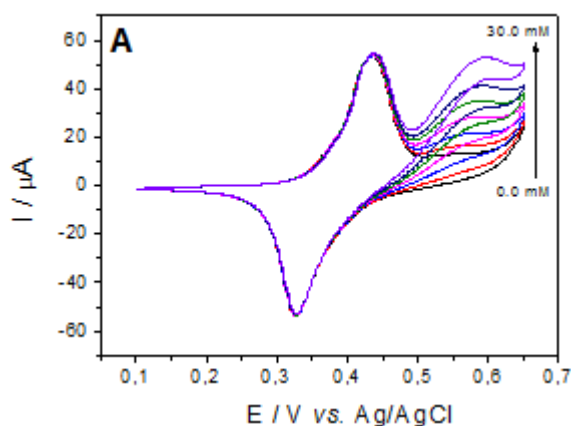


Figura 5.4: Voltamogramas cíclicos obtidos em soluções de etanol na faixa de 0 a 30 mmol preparadas em solução NaOH 100 mmol L⁻¹, utilizando o eletrodo modificado com hidróxidos de níquel, cobalto e cádmio.

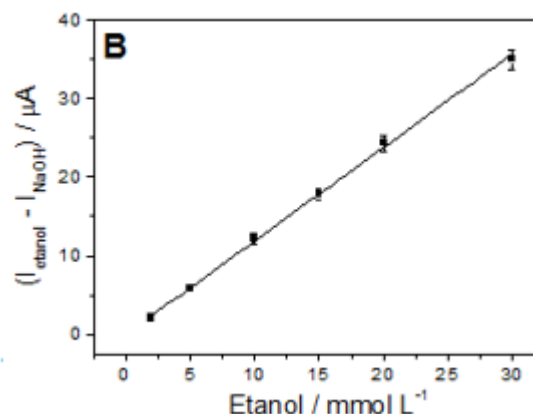


Figura 5.5: Curva analítica considerando 14 análises em 3 eletrodos diferentes modificados da mesma maneira. Regressão linear: $I = 1,19 [\text{Etanol}] + 0,06$. $R^2 = 0,999$.

- **Determinação de traços de chumbo em água residual utilizada na produção de baterias (LMF):** O projeto consiste na determinação eletroquímica de chumbo a baixas concentrações em amostras de água residual da fabricação de baterias. O controle desta água é de grande importância para evitar a contaminação de rios e do lençol freático. Foram testados dois tipos de eletrodos microfabricados: ouro eletrodepositado sobre placas de alumina e filme fino de ouro depositado por *sputtering* sobre vidro. Nesses, os eletrodos de ouro foram utilizados como eletrodo de trabalho, auxiliar e pseudoreferência. Para o sistema de eletrodo convencional, fios de platina e Ag/AgCl foram empregados como eletrodos auxiliar e de referência, respectivamente. Análises em soluções padrão de chumbo foram feitas através das técnicas de voltametria de onda quadrada (VOQ) e voltametria cíclica (VC). Resultados obtidos para dispositivos eletroformados em alumina e com eletrodo convencional não foram reprodutíveis, de modo que esses não se mostraram adequados para o objetivo do projeto. Testes iniciais indicam que apenas os eletrodos de filmes finos de ouro geraram resultados satisfatórios, devido em especial à precisão no processo de fabricação. Esse parâmetro foi avaliado mediante análises de VC em padrões de ferricianeto ($[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{3-}$) e

ferrocianeto ($[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$) de potássio em KCl $100,0 \text{ mmol L}^{-1}$. Também foi investigada a necessidade de regeneração da superfície do Au após análises a padrões de Pb^{2+} em HCl $50,0 \text{ mmol L}^{-1}$ ($-0,5$ a $0,2 \text{ V}$ à 50 mV s^{-1}). A etapa de limpeza do eletrodo de Au foi feita em meio de H_2SO_4 $500,0 \text{ mmol L}^{-1}$ através de medidas de VC ($0,5$ a $1,7 \text{ V}$ à 50 mV s^{-1}) com $n = 5$. O protocolo experimental adotado para o procedimento de limpeza do eletrodo de trabalho promoveu uma regeneração efetiva do Au. As próximas etapas consistem na construção de curva analítica para avaliação do desempenho analítico e aplicação na amostra real.

- **Selagem adesiva de sacrifício: um método potencial para fabricação de microdispositivos de vidro (LMF):** Um novo método de selagem adesiva foi desenvolvido visando à fabricação de microdispositivos de vidro, conforme indicado na Figura 5.6. O método baseia-se no uso de uma camada intermediária de SU-8 cuja finalidade é, inicialmente, garantir uma vedação preliminar entre as lâminas. Em seguida, é realizada uma remoção seletiva do resiste fluído o seu revelador no interior do canal microfluídico. Designado como selagem adesiva de sacrifício, o seu processo exhibe requisitos de um método ideal: custo relativamente baixo, rapidez, compatibilidade para processos ULSI e força de adesão elevada, suportando pressões maiores do que 5 MPa . Essa técnica elimina o uso de temperatura e pressão elevadas e demanda níveis reduzidos de limpeza e planaridade das lâminas. O protocolo de selagem desenvolvido foi recentemente depositado como patente de invenção junto ao Instituto Nacional da Propriedade Industrial (INPI) em 26/05/2014, com o número BR1020140126309 e título: "Método de Selagem Adesiva de Sacrifício e Microdispositivos". Um artigo foi aceito para publicação no periódico *Lab on a Chip* (DOI ainda não disponível). Meios alternativos de execução do método para redução de custo estão em desenvolvimento. Estudos adicionais de caracterização e validação estão também em implantação.

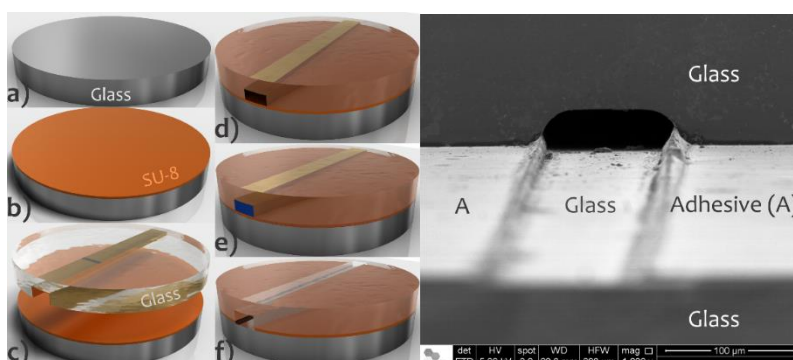


Figura 5.6: Etapas principais do método de selagem adesiva de sacrifício (a-f) e imagem de microscopia da seção transversal de um microcanal obtido utilizando-se essa técnica (à direita).

Desenvolvimento de um Potenciostato Portátil (LMF): A Figura 5.7 mostra o produto deste projeto, que é um potenciostato portátil de baixo custo que realiza análises por voltametria de onda quadrada, amperometria, voltametria cíclica e linear, de forma similar a equipamentos comerciais. O dispositivo foi montado e testado no LMF. Embora possua limitações do ponto de vista gráfico, o sistema opera de forma simples e fornece medidas similares ao sistema comercial existente no laboratório. Uma vez realizado o ensaio, o dispositivo envia as informações obtidas para um PC por meio de um cabo USB, onde as mesmas podem ser tratadas e mostradas como gráficos, facilitando a interpretação. Atualmente trabalha-se para tornar a transmissão de dados mais amigável, por exemplo, com transmissão de dados por Bluetooth para dispositivos móveis como celulares, tablets e notebooks e o posterior desenvolvimento de aplicativos para realizar o processamento dos dados.



Figura 5.7: Foto do potenciostato portátil desenvolvido no LMF

Desenvolvimento de biossensores capacitivos (Grupo de Dispositivos e Sistemas Funcionais - DSF): A temática deste projeto é de extrema relevância tecnológica, com implicações diretas sociais e de saúde pública. O tema é considerado estratégico pelo MCTI. É um projeto integrado entre as várias equipes do LNNano: os processos de microfabricação estão sendo desenvolvidos no LMF, as funcionalizações químicas dos dispositivos no LMN e a caracterização elétrica no laboratório do DSF. Seus estudos preliminares foram iniciados em janeiro de 2014 por uma estagiária do programa PUE e ofereceram subsídios para a elaboração de parte de uma proposta de projeto temático enviada à FAPESP em colaboração com outros pesquisadores e professores do IQ-Unicamp. Parte do trabalho também foi enviada como parte de um projeto universal do CNPq submetido pela especialista Catia C. Correa, membro do DSF, em junho de 2014. O objetivo do mesmo é desenvolver uma plataforma para sensores capacitivos para

detectar e quantificar espécies químicas e biológicas em água. Trata da funcionalização e caracterização de eletrodos interdigitados cobertos com uma camada de material dielétrico híbrido (orgânico/inorgânico) nano-estruturado. 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. Ao final do primeiro ano do projeto, o desenvolvimento da plataforma inorgânica estará completo 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.

Desenvolvimento de sensores de baixo custo para análise de água: A temática deste projeto também é de extrema relevância tecnológica, com implicações diretas sociais e de saúde pública. O tema é considerado estratégico pelo MCTI. Os estudos preliminares para este projeto foram iniciados em outubro de 2013 por uma estagiária do programa PUE, juntamente com uma pesquisadora do DSF. O projeto ofereceu subsídios para a elaboração uma proposta de projeto universal submetido recentemente ao CNPq pela pesquisadora Danielle C. Melo Ferreira, membro do DSF, em junho de 2014. O projeto é multidisciplinar, envolvendo diferentes grupos do LNNano e outros LNs do CNPEM. 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 DSF. A caracterização das propriedades dos poros (volume, forma e distribuição, entre outras) foi realizada por análises termogravimétricas pelo grupo do pesquisador Carlos Eduardo Driemeier, do CTBE. A determinação do índice de cristalinidade do papel, antes e após as modificações, foi realizada via difração de raios-X pelo grupo da Pesquisadora Cristiane Barbieri Rodella do LNLS. Seu objetivo é o desenvolvimento de uma plataforma de baixo custo, baseada em papel, para análise da qualidade da água. O primeiro caso de estudo é a determinação do herbicida glifosato em sistema aquoso. O estudo inicial consistiu na modificação do papel com matrizes poliméricas e posterior interação entre o glifosato e o sistema obtido. O mecanismo de detecção é baseado na formação de complexos entre metal e o glifosato. A interação foi avaliada por infravermelho, espectroscopia no ultravioleta visível e técnicas eletroquímicas. As metodologias de análise do glifosato apresentaram, em amostras padrão, baixos limites de detecção, sendo possível monitorar o herbicida abaixo dos limites adotados pela legislação brasileira vigente. O sistema apresenta como principais vantagens uma análise rápida sem etapa de pré-concentração, baixo custo e instrumentação simples, quando comparado aos sistemas padrão.

Desenvolvimento de acumuladores de energia em papel para sistemas autônomos (DSF): A temática deste projeto é de extrema relevância tecnológica com implicações diretas em sistemas descartáveis de sensoriamento remoto e com impacto ambiental muito pequeno. O tema é considerado fundamental pelo MCTI, uma vez que os dispositivos desenvolvidos poderão ser utilizados em redes de sensores a serem aplicados em atividades e áreas estratégicas. Os estudos preliminares para este projeto foram iniciados em janeiro de 2014 por uma estagiária do programa PUE juntamente com uma pesquisadora do DSF. O projeto ofereceu subsídios para a elaboração uma proposta de projeto universal submetido recentemente ao CNPq pela pesquisadora Danielle C. Melo Ferreira, membro do DSF, em junho de 2014. O projeto envolve os seguintes grupos do LNNano: as caracterizações estruturais vêm sendo executadas no LMN e LME, enquanto a caracterização elétrica e eletroquímica no laboratório do DSF. O projeto também possui cooperação com o grupo do Prof. Lauro T. Kubota, do IQ-Unicamp, que forneceu as amostras de óxido de grafeno. O seu objetivo é a modificação de papel com polímero condutor (polipirrol) e óxido de grafeno para aplicação de dispositivos para estocagem de energia em sistemas autônomos. O projeto visa desenvolver sistemas de baixo custo, finos, leves e ambientalmente compatíveis. O compósito obtido foi caracterizado morfológicamente através de microscopias de varredura e confocal. Sua composição foi caracterizada por infravermelho e espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios-X e seu desempenho tem sido avaliado por técnicas elétricas e eletroquímicas. Em princípio, a técnica de voltametria cíclica mostrou que o material pode ser carregado e descarregado reversivelmente, apresentando estabilidade para fins práticos. O compósito de papel de material condutivo apresenta perda de capacidade abaixo de 10% após 150 ciclos de carga e descarga. Os resultados preliminares de capacitância específica apresentaram-se compatíveis com os encontrados na literatura, tendo a vantagem da utilização de um papel (celulose) de baixo custo.

Desenvolvimento de nanomembranas (DSF): O objetivo deste projeto é estabelecer uma plataforma básica para o processamento e caracterização de nanomembranas híbridas autoenroladas aplicadas no desenvolvimento de dispositivos funcionais nanoestruturados no DSF. Ao final deste projeto esperamos ter desenvolvido os processos de micro- e nanofabricação de micro-objetos com formato tubular a partir de nanomembranas híbridas orgânicas / inorgânicas. Além de camadas orgânicas auto-organizadas, outros sistemas moleculares, tais como ftalocianinas, vêm sendo utilizadas neste projeto. O trabalho inclui ainda o estudo sistemático das propriedades eletrônicas de camadas orgânicas ultrafinas que são potencialmente relevantes para o

desenvolvimento de sensores e biosensores. Os primeiros resultados deste projeto estão apresentados em trabalhos publicados recentemente em colaboração com grupos na Alemanha (Veja referências i, ii, iii, iv). Após mais de duas décadas de intensa investigação em pontos quânticos, nanopartículas e nanofios, as nanomembranas representam uma terceira onda de pesquisa em nanomateriais. Além do ponto de vista da pesquisa básica, esse novo tipo de nanoestruturas possibilita o desenvolvimento de uma geração de dispositivos com novas funcionalidades e aplicação em diversas áreas do conhecimento como energia, biotecnologia, microeletrônica e eletrônica molecular. Este projeto envolve colaborações externas, de outros LNs do CNPEM e de diferentes grupos do LNNano. A caracterização estrutural dos dispositivos baseados em nanomembranas e a dos materiais envolvidos em cada etapa dos processos vêm sendo executadas sistematicamente no LMN e as análises de superfície no LME e LCS. As caracterizações elétricas e eletroquímicas são executadas no laboratório do DSF. Em colaboração com Prof. Angelo Malachias, do departamento de Física da UFMG, a investigação dos sistemas híbridos vem sendo realizada através de medidas de refletividade nas linhas de luz SGM do LNLS. 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, na Alemanha.

Desenvolvimento de dispositivos higroelétricos coletores de energia (DSF): Este projeto possui muito alta relevância tecnológica, com implicações diretas em sistemas de sensoriamento remoto, onde novas fontes para coletar energia em ambientes de difícil acesso são necessárias. O tema é considerado estratégico pelo MCTI, pois os dispositivos desenvolvidos poderão ser utilizados em redes de sensores para áreas estratégicas. Os estudos preliminares para este projeto foram iniciados em janeiro de 2014 com as atividades de um bolsista de verão, e estão sendo continuados por um estagiário do programa PUE. O objetivo deste projeto é explorar o uso da higroeletricidade no desenvolvimento de sistemas capazes de coletá-la, bem como otimizar o coletor. Utilizando células feitas a partir de filmes finos de alumínio e platina sobre um substrato isolante, foi possível constatar que a geração de higroeletricidade é viável para ambientes onde a umidade relativa do ar está acima de 55%. Com as células desenvolvidas até então, é 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. O projeto também propõe o desenvolvimento de um sistema completo para caracterização elétrica automatizada dos sistemas higroelétricos construídos.

Projetos e pesquisas internos com financiamento de agências de fomento

A Figura 5.8 mostra, em linhas gerais, as estatísticas do LNNano relativas à execução dos seus projetos internos de pesquisa entre Janeiro e Junho de 2014.

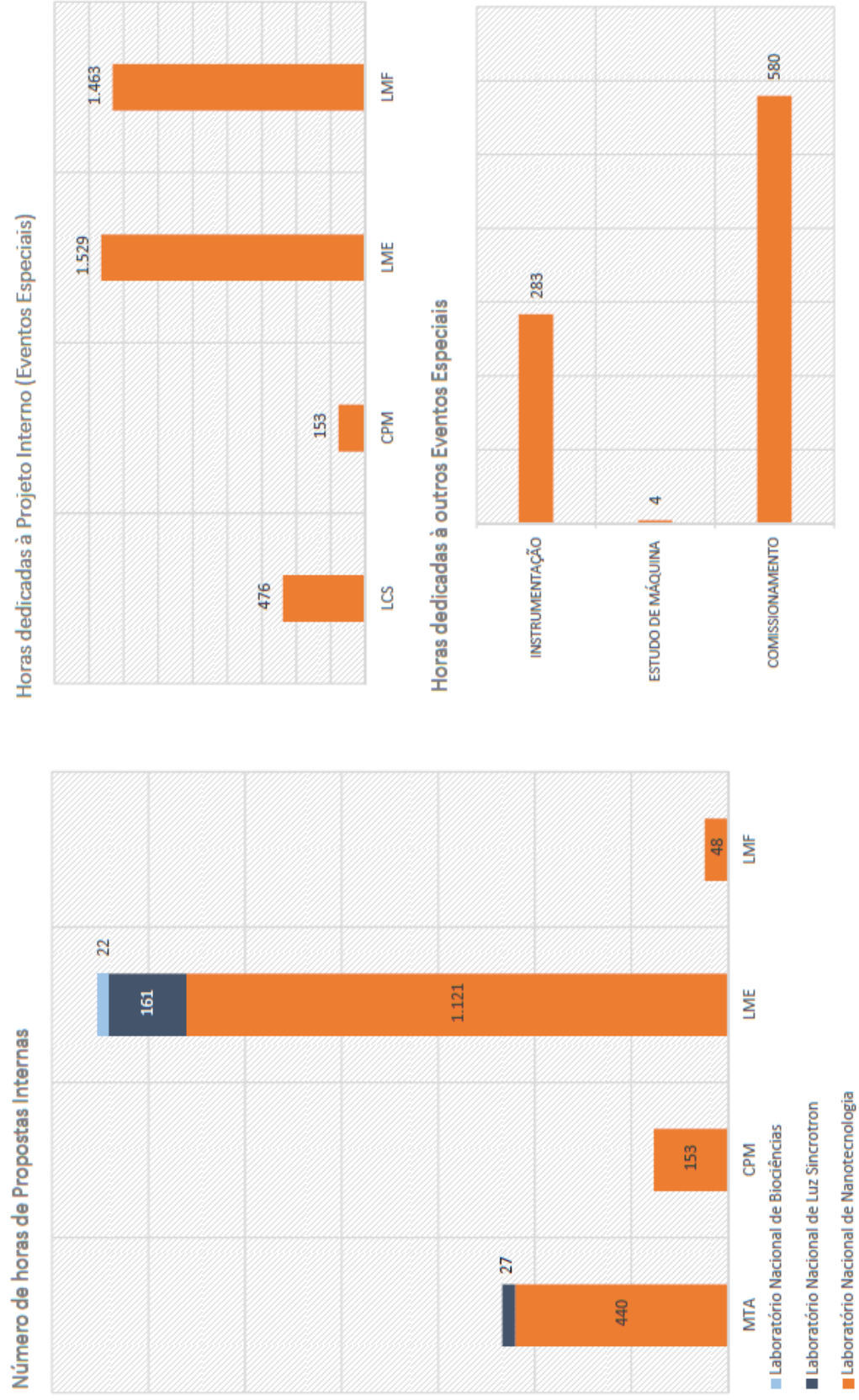


Figura 5.8: Estatísticas do LNNano para projetos internos – Eixo 2 (1º semestre 2014)

Como demonstrado, o Eixo 2 considera horas de uso das propostas entre os Laboratórios Nacionais, tendo participação de projetos do LNBio e LNLS no uso das instalações do LNNano.

Seguem abaixo os projetos internos em andamento fomentados por agências ao longo do primeiro semestre de 2014:

Caracterização de resíduos das usinas de açúcar e álcool e proposição de possibilidades de aproveitamento de bagaço e cinzas de bagaço

Processo FAPESP: 2012/50063-6

Vigência: 01/03/2013 a 28/02/2015

Orçamento: R\$ 139.500,00 (FAPESP) / R\$ 387.200,00 (ETH)

Instalações envolvidas no desenvolvimento do projeto:

- Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN/LNNano)
- Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME/LNNano)

Esta linha de pesquisa do Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN) analisa a destinação de dois subprodutos abundantes da operação de usinas de açúcar e álcool, que são o bagaço da cana e as cinzas resultantes da queima do bagaço, ambos produzidos em grandes quantidades e que, na falta de aproveitamento, constituem rejeitos. Seu uso sem apoio em informação científica e em tecnologias bem provadas pode se tornar danoso a seres humanos e ao meio ambiente. A seguir, está descrita informação relevante para este projeto, sobre cinzas e sobre o próprio bagaço de cana de açúcar.

O bagaço de cana é um dos principais resíduos agrícolas no Brasil, correspondendo a 25% em peso do total da cana colhida (aprox. 155 Mt in 2009). É queimado para produzir calor usado nos processos das usinas de açúcar e álcool e para co-gerar eletricidade. Cerca de 30% do bagaço são usados para gerar eletricidade ou são vendidos como combustível sólido para outras empresas. Não se aproveita ainda, de maneira sistemática, os produtos da queima de bagaço, a não ser o calor gerado. O bagaço ainda pode ser usado como alimento de gado, substrato de crescimento de cogumelos e na produção de papel e papelão. Estas últimas duas aplicações ainda estão em uma escala inferior a 1 milhão de toneladas por ano, mas a quantidade de bagaço disponível no Brasil é muito superior à quantidade total de madeira das espécies de *Eucalyptus* usadas na produção de papel e celulose.

O bagaço de cana é um forte candidato à produção de etanol “de segunda geração”, embora haja evidências de que seja menos susceptível à hidrólise que algumas celuloses de madeira. A hidrólise das helixeluloses do bagaço produz xilose e xilitol e o bagaço todo tem potencial para ser usado na produção de poliésteres, ácido ascórbico, butanol, celulose regenerada e modificada (éteres, ésteres, carboxi-metilcelulose). Várias frações celulósicas são hoje usadas em compósitos poliméricos e em concretos especiais para regiões suscetíveis a terremotos.

Nesta linha de pesquisa financiada pela FAPESP e ETH (atual Odebrecht Agroindustrial), também se projeta o uso do bagaço de cana e seus resíduos como possíveis componentes de (nano)compósitos e (nano)blendas para embalagens, materiais descartáveis para alimentação e produtos para revestimentos em veículos e habitação. Esse exame será baseado em técnicas de microscopia eletrônica e de sondas, que possam revelar as nano e microestruturas formadoras do bagaço, fazendo-se o mapeamento dos elementos e moléculas constituintes e da nanoestrutura elétrica.

Projetos integrantes desta linha de fomento:

PRODUÇÃO DE MATERIAIS CARBONOSOS A PARTIR DE RESÍDUO DE QUEIMA
(Responsável: Dr. Mathias Strauss - Pesquisador, LMN)

A quantidade de cinzas resultantes da queima de bagaço de cana no mundo é de ordem de 4 milhões de toneladas anuais, não sendo utilizadas de forma sistemática.

Cinzas contêm sílica e quantidades variáveis de Al, Fe, Ca, Na, K, Mn, Mg e P, formando partículas de diferentes dimensões. Dependendo das condições de queima, cinzas podem ser usadas como material pozolânico, substituindo parcialmente o cimento na fabricação de concreto. Se a temperatura de queima exceder 600°C, a quantidade de sílica cristalina aumenta e a atividade pozolânica diminui.

Cinzas também podem ser usadas para produzir vidro, esmaltes cerâmicos, briquetes de carvão, zeólitos e carbetos de tungstênio, graças à alta reatividade da sílica amorfa e finamente dividida. Cinzas são também úteis como auxiliares de filtração e adsorventes para o tratamento de efluentes removendo fenol, metais pesados, corantes e inseticidas. Um uso amplo é como complemento de fertilizantes em plantações de arroz, na Coréia do Sul e Japão. A produção de arroz consome cerca de 300 kg de silício por hectare e o trigo, cana de açúcar, aveia e cevada também absorvem ácido silícico do solo, fixando-

o como sílica amorfa, e protegendo as plantas da seca, do stress salino e do ataque de fungos, bactérias e insetos.

Há muitas questões em aberto sobre as propriedades das cinzas do bagaço e do seu uso. Por exemplo, não se conhece em detalhe a especiação dos seus vários elementos componentes, nem os efeitos das condições de obtenção sobre a especiação. Também há poucos dados sobre a disponibilidade e taxas de liberação de K, P, C, Fe e Mg encontrados nas cinzas e também sobre a solubilidade das espécies de Si. Toda essa informação é essencial para otimizar os usos de cinzas como fertilizante e corretivo de solo. Finalmente, as cinzas podem desempenhar um papel na nutrição animal, considerando-se a sua composição química e a produção industrial de silicatos, para essa finalidade.

Neste projeto, as cinzas de bagaço serão caracterizadas microquimicamente, usando técnicas de microanálise associadas à microscopia eletrônica de transmissão e de varredura. Será feita uma avaliação da distribuição dos elementos entre as várias substâncias amorfas ou presentes nas cinzas, para que se possa fazer uma avaliação da sua adequação a diferentes usos, especialmente como (nano)carga estruturante de materiais poliméricos e como fertilizante de liberação controlada de K, P, Ca e, eventualmente, de silício solúvel, bem como no desenvolvimento de materiais adsorventes análogos ao carvão ativado.

Objetivos do projeto: (1) Informação microquímica e estrutural sobre as cinzas e o bagaço da cana de açúcar; (2) Propostas de utilização de cinzas e bagaço, como matérias-primas industriais, baseadas na informação sobre a sua composição; (3) Informação sobre as possibilidades de utilização de cinzas e bagaço como matérias primas de nanocompósitos e nanoblendas poliméricas; (4) Protótipos de nanocompósitos e nanoblendas obtidos utilizando cinzas e bagaço de cana, tal como obtidos ou mediante alguma forma de pré-processamento, purificação ou condicionamento; (5) Montagem e operação de unidade de bancada de produção de nanocompósitos e nanoblendas lignocelulósicas; (6) Estudos acerca da ecotoxicidade e citotoxicidade dos materiais produzidos a partir cinzas e o bagaço da cana de açúcar.

ESTERIFICAÇÃO ENZIMÁTICA DE FILMES DE CELULOSE E DE BAGAÇO DE CANA-DE-AÇÚCAR VISANDO O DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS POLIMÉRICOS. Responsáveis: Dra. Juliana da Silva Bernardes (Pesquisadora, LMN) e Dra. Danielle Branta Lopes (Bolsista de pós-doc).

Este trabalho tem o objetivo de modificar simples e diretamente os grupamentos hidroxila presentes na superfície do filme de celulose de linter de algodão através de esterificação enzimática, com a finalidade de aumentar a hidrofobicidade superficial do filme, designando seu uso ao desenvolvimento de materiais poliméricos. Para isso, foram selecionados ácidos graxos com diferentes tamanhos de cadeia carbônica: ácido oleico (C18:1), ácido esteárico (C18:0), ácido palmítico (C16:0), ácido caprílico (C8:0) e ácido butírico (C4:0), bem como duas lipases comerciais com diferentes especificidades: Lipozyme® 435 e Lipozyme® TL IM, ambas da marca Novozymes. O sistema reacional composto por 60 mg de ácido graxo, 60 mg de enzima, 3 mL de hexano e filme de celulose de, aproximadamente, 2 cm², foi realizado em frascos de vidro do tipo SCHOTT, com capacidade para 25 mL. O filme e a enzima foram adicionados ao sistema após a completa solubilização do ácido no solvente orgânico. Em seguida, os frascos foram colocados em banho do tipo Dubnoff (Quimis) a 40 °C e 80 oscilações por minuto durante 48, 72 e 96 horas. Um sistema de reação controle (“branco”), preparado da mesma forma, porém sem adição de enzima, foi utilizado para verificar a existência ou não de esterificação espontânea do filme. Em seguida, os filmes foram lavados com metanol e hexano para a retirada de ácidos graxos livres e, posteriormente, foram caracterizados através do uso de diversas técnicas.

O preparo do filme foi feito através de uma dispersão de celulose preparada com 5 % (m/m) de celulose microcristalina de linter de algodão em pó, dissolvida em solução de NaOH 7% (m/m) em banho de gelo (0°C), e homogeneizada em Ultra Turrax (T25 Digital – IKA), seguido por resfriamento a -20°C por 1h. Após este período, a solução foi descongelada à temperatura ambiente e houve a formação de gel. Esta dispersão foi derramada sobre uma superfície de vidro e puxada com o uso de um extensor de metal de 200 µm de espessura, para a formação do filme. A superfície de vidro foi imersa em um banho com água deionizada por 5 min, com a finalidade de promover a coagulação do filme. Após o completo desprendimento do filme, este foi transferido para uma superfície de polietileno e deixado à temperatura ambiente por 24h até a completa evaporação da água. O filme seco apresentou uma espessura final de 20 µm.

Os resultados obtidos revelaram que neste preparo ocorreu a formação de duas faces distintas no filme de celulose. A face seca voltada para a superfície de polietileno gerou um lado liso e brilhante, enquanto que a face voltada para o ar atmosférico promoveu a formação de um lado rugoso e fosco, o que interferiu no processo de esterificação, e o lado liso proporcionou uma melhor ação enzimática. Através de análises por espectroscopia de infravermelho (Nicolet iS5 – Thermo Scientific), espectroscopia de fotoelétrons excitados por Raios-X (K-Alpha Surface Analysis – Thermo Scientific),

microscopia eletrônica de varredura (Quanta 650 FEG – FEI) e microscopia de força atômica (NX-10 – Park System), observou-se que a Lipozyme® 435 foi eficaz no processo de esterificação dos filmes empregando-se os ácidos oleico, esteárico e palmítico, dos quais, aparentemente, houve uma melhor esterificação pelos ácidos oleico e palmítico. Entretanto, estes resultados serão comprovados através da comparação das medidas de ângulo de contato com o uso do equipamento Easy Drop (Kruss). Os melhores resultados foram obtidos após 72 horas de reação, contudo, em 48 horas observou-se o início da reação de esterificação.

Com base nos resultados obtidos até o presente momento, pode-se concluir que o objetivo da biomodificação simples e direta do filme de celulose através da esterificação de sua superfície foi alcançado com êxito a partir da utilização da lipase Lipozyme® 435. Por esse motivo, o processo de esterificação enzimática também será estudado mediante uso dos ácidos graxos butírico e caprílico, que apresentam cadeias carbônicas menores quando comparados aos ácidos graxos utilizados até o momento. A enzima Lipozyme® TL IM também será testada com o uso dos mesmos ácidos graxos. O sistema reacional que apresentar melhor desempenho na esterificação do filme de celulose terá seu processo otimizado através do uso de planejamento experimental, com o qual serão estudadas as influências das condições reacionais como tempo de esterificação, concentrações de enzima, substrato e solvente orgânico, agitação e temperatura. Estes mesmos testes serão utilizados na tentativa de esterificação enzimática de filmes produzidos a partir de celulose proveniente do bagaço de cana-de-açúcar e os resultados comparados aos obtidos com filmes de celulose comercial proveniente de línter de algodão. Todos esses testes futuros serão realizados no período de extensão da bolsa PCI-DA concedida até 30/9/2014.

DESENVOLVIMENTO DE MATERIAIS ADSORVENTES, ANÁLOGOS A CARVÃO ATIVADO, E OUTRAS FRAÇÕES DE VALOR AGREGADO A PARTIR DE RESÍDUOS DA QUEIMA DO BAGAÇO. Responsáveis: Dr. Mathias Strauss (Pesquisador, LMN) e Dra. Cristiane Aparecida da Silva (Especialista em Materiais Compósitos, LMN).

Resíduos de queima do bagaço originárias de 4 diferentes usinas localizadas em Alto Taquari, MT; Mirante do Paranapanema, SP; Monte Alto, SP; e Bom Sucesso, PR foram avaliadas acerca das possibilidades de fracionamento, composição microquímica e processamentos físicos e químicos para a obtenção de materiais com alta área superficial para aplicação como adsorventes análogos ao negro de fumo.

Alternativamente à separação da fase rica em carbono por flotação em água já realizada por este grupo, amostras de resíduos da queima foram submetidas a estudos de

granulometria e posterior análise química das frações obtidas. Verificou-se que a distribuição granulométrica dos resíduos da queima varia não apenas com a usina de origem do material, mas também com o lote de coleta, fato justificado por variações existentes na geometria e parâmetros de queima dos fornos nas usinas. No entanto, de maneira geral verifica-se de 30 a 75% em massa das amostras de resíduo da queima são compostas por partículas com partículas maiores que 0,075 mm (200 mesh) e que em sua maioria as mesmas são mais ricas em carbono. Desta forma ficou estabelecida a possibilidade de fracionamento por separação granulométrica dos materiais em que as frações com partículas maiores são fases ricas em carbono e as frações com partículas menores são fases ricas em inorgânicos.

Tanto nos materiais sem processamento prévio (separação) como nas diferentes frações obtidas por métodos de separação verificou-se a presença de compostos inorgânicos identificados pela presença de Na, K, Ca, Mg, Si, Al e Fe em quantidades variadas e na sua maioria sob forma de óxidos. Visando a obtenção de materiais ricos em carbono e livres de contaminantes inorgânicos foram realizados estudos de lixiviação ácida (HCl 20%, 70°C, 2h) e básica (NaOH, 70°C, 2h) de uma fração de partículas >0,075 mm da usina do Alto Taquari. O processo de lixiviação ácida foi eficiente na remoção em sua totalidade dos elementos de metais alcalinos e alcalinos terrosos bem como do ferro e alumínio, originando um material composto por carbono parcialmente oxidado e uma solução rica em metais que pode ser reutilizada ou tratada para a recuperação de hidróxidos, óxidos e sais de interesse. Já a lixiviação básica conseguinte promoveu a remoção dos compostos a base de Si (principalmente SiO₂), originando um material composto basicamente por carbono e uma solução rica em silicatos que pode ser aproveitada na obtenção de variadas sílicas.

Um dos resíduos de queima recebidos foi analisado por microtomografia de raios-X no equipamento recentemente adquirido pelo LNNano. A análise dos resultados mostrou que é possível identificar, quantificar e obter imagens reconstruídas da localização espacial de 3 fases distintas: material denso (principalmente óxidos inorgânicos), carbono e poros. A técnica mostrou-se poderosa na caracterização microquímica do material e por isto será utilizada no desenvolvimento do projeto.

O processo de obtenção de materiais análogos a carvão ativado a partir de diferentes frações dos resíduos da queima foi realizado por ativação termoquímica. Sucintamente, o material é impregnado por via úmida com NaOH em diferentes proporções mássicas, a dispersão é seca, o sólido resultante é tratado termicamente (700°C, 90 min) sob atmosfera inerte (N₂). Após o tratamento térmico o sólido resultante é lavado e seco.

Verificou-se que a solução de lavagem é rica em silicatos, o que permitiu a recuperação de sílica pela neutralização da solução e posterior filtração e lavagem. A massa de sílica recuperada neste processo varia de acordo com a razão carbono/inorgânicos presente no material de partida, podendo atingir rendimento de até 50% em massa da massa de partida do resíduo. Além do mais, a quantidade de carvão ativado obtida mostrou-se diretamente proporcional à quantidade de carbono presente no material de partida, evidenciando a importância de um processo de separação eficiente, 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 podendo atingir valores até 100% superiores aos materiais comerciais analisados (carvões ativados Synth e Merck). Tendo em vista os resultados positivos obtidos para as frações ricas em carbono, além da separação por flotação e granulométrica pretende-se realizar alguns estudos de separação em leito de jorro em que se separem as fases menos densas (possivelmente mais ricas em carbono).

Por fim foram realizados estudos de aplicação de alguns dos carvões ativados obtidos na adsorção de corantes, em especial o azul de metileno. Notou-se que para materiais originados a partir da impregnação com hidróxido de sódio em maiores proporções mássica (NaOH:resíduo) adsorvem até 75% a mais de azul de metileno do que os materiais comerciais testados (carvão ativado da Synth e Merck). Estes resultados mostram-se bastante promissores no desenvolvimento de um processo de escalonamento para obtenção de quantidades de material suficientes para testes em escala de descontaminação de água e resíduos industriais.

Adicionalmente um dos carvões ativados obtidos foi submetido a um processo de oxidação química (HNO_3 concentrado, 60°C , 4h). Notou-se por análise de XPS no equipamento de XPS (K-Alpha X-ray Photoelectron Spectrometer - Thermo Scientific) existente no LNNano que a quantidade de grupos oxigenados de superfície aumentou após o processo de oxidação, indicando que as propriedades químicas de superfície destes materiais podem ser alteradas e devem ser correlacionadas com a sua aplicação como adsorventes, bem como em estudos acerca da eletrização das mesmas.

As próximas etapas deste projeto incluem o desenvolvimento de propostas para o aproveitamento dos silicatos, da solução de lavagem do processo de ativação dos materiais, para a obtenção de sílicas e de outros materiais de valor agregado. Será realizado um estudo técnico acerca da viabilidade do escalonamento do processo de ativação com testes de descontaminação de águas. Já foi dado início ao estudo

referente à utilização dos carvões preparados como aditivos substituintes do negro de fumo como aditivo em polímeros. Serão iniciados estudos envolvendo a pirólise do bagaço *in natura* para o desenvolvimento de materiais adsorventes e aditivos de polímeros.

EFEITOS ECOTOXICOLÓGICOS DO RESÍDUO DA QUEIMA DE BAGAÇO E CARVÃO ATIVO NANOESTRUTURADO VISANDO POTENCIAIS APLICAÇÕES NA AGRICULTURA E REMEDIAÇÃO AMBIENTAL. Responsáveis: Dr. Diego Stefani T. Martinez (Pesquisador, LMN) e Dr. Fabrício de Souza Delite (Bolsista de Pós-doc).

A avaliação da ecotoxicidade de nanomateriais e resíduos de queima é um ponto crucial para a exploração tecnológica destes materiais em bases seguras. Nesta direção, primeiramente foram realizados ensaios de ecotoxicidade do resíduo da queima de bagaço de cana-de-açúcar sobre a germinação de tomate-cereja. Foram avaliadas duas concentrações de resíduo (10 e 20%) e quatro diferentes substratos foram utilizados nos ensaios de germinação: areia fina, vermiculita média, substrato comercial Carolina® e uma mistura na relação de 50/50 em porcentagem de Carolina® e vermiculita, esta relação em massa seca. Não foi observado nenhum efeito negativo sobre a germinação, em nenhuma das concentrações de resíduo e dos formulados resíduo/substrato.

Em uma etapa posterior foi avaliada a influência do resíduo no desenvolvimento parcial de plântulas de tomate-cereja. Durante 30 dias, plântulas se desenvolveram em substratos com diferentes concentrações de resíduo da queima de bagaço de cana-de-açúcar (2,5, 5, 12 e 22%), esta relação em massa seca de resíduo/substrato, utilizando vermiculita como substrato. Em nenhum dos tratamentos foram fornecidos nutrientes minerais (NPK) às plantas. As plantas controle apresentaram, como esperado, sintomas de carência nutricional, carência de nitrogênio e fósforo principalmente, e os mesmos não foram observados em plantas cultivadas em substratos contendo maiores concentrações de resíduo da queima, 12 e 22%. Isso nos leva à hipótese que o resíduo supriu as necessidades nutricionais das plantas na fase inicial de desenvolvimento.

A capacidade de adsorção de metal (CuSO_4) pelo resíduo de queima foi verificada em ensaio ecotoxicológico utilizando um organismo aquático bioindicador (*Daphnia similis*). Este ensaio foi realizado com diferentes massas de resíduo (1mg, 5mg, 10 mg, 25, 50, 100, 250 e 500 mg, 1,5 e 2,5 g) que foram adicionadas a 50 mL de água de cultivo de *D. similis* acrescida de CuSO_4 na concentração de 100 $\mu\text{g/L}$. As soluções permaneceram em mesa agitadora por 1h e em seguida centrifugadas e duplamente

filtradas em filtros de 10 e 0,2 μm . Os organismos foram mantidos durante 48h nas respectivas soluções e foi observada ausência de mortalidade nas soluções contendo a partir de 100 mg de resíduo, provando que essa quantidade de resíduo foi suficiente para reduzir a biodisponibilidade do cobre, suprimindo a sua toxicidade para *Daphnia similis* de maneira dose-dependente. Estes resultados apontam para a possibilidade de utilização do resíduo da queima para remediação ambiental.

A toxicidade do carvão ativo nanoestruturado produzido em etapas anteriores do projeto a partir de resíduo da queima de bagaço (CAN) foi avaliada em um ensaio de germinação de sementes de tomate-cereja, utilizando vermiculita como substrato e 0,1, 1 e 10% de CAN (substrato/CAN). Não foi verificado nenhum efeito tóxico do carvão sobre a germinação das sementes de tomate. Uma vez constatada a ausência de toxicidade do resíduo da queima e do CAN sobre a germinação de tomate, os estudos futuros serão direcionados para se entender a relação resíduo-CAN/substrato/planta e a nutrição mineral, bem como o uso da alta capacidade de adsorção do resíduo para aumentarmos a eficiência de processos de adubação, tornando os nutrientes minerais biodisponíveis por um período de tempo mais prolongado no solo, reduzindo dessa forma a quantidade de adubo fornecido e diminuindo a lixiviação dos nutrientes para águas superficiais. Outro ponto a ser investigado é o efeito do resíduo sobre o desenvolvimento completo de plantas de tomate-cereja, influencia no florescimento e na formação de frutos.

Adicionalmente, ensaios de toxicidade (atividade hemolítica) foram realizados com o carvão ativo nanoestruturado produzido a partir do resíduo da queima de bagaço de cana-de-açúcar. Não foi verificada atividade hemolítica para esta amostra na faixa de 1 a 250 $\mu\text{g/mL}$, mas o negro de fumo comercial (material carbonáceo controle) apresentou taxa de hemólise superior a 30% na concentração de 250 $\mu\text{g/mL}$. Estes resultados indicam baixa toxicidade do CAN comparado ao negro de fumo comercial.

Nas próximas etapas do projeto continuaremos a avaliação dos possíveis efeitos ecotoxicológicos do resíduo da queima e CAN sobre micro-organismos (*E. coli* e *B. subtilis*), células de mamíferos (macrófagos e fibroblastos), organismos aquáticos (*D. similis*, camarão-rosa e *Hydra*), organismo de sedimento (*Chironomus*) e no desenvolvimento de plantas (tomate-cereja).

Instituto Nacional de Ciência, Tecnologia e Inovação em Materiais Complexos Funcionais (Inomat)

Processo CNPq: 573644/2008-0
Vigência: 24/04/2009 a 24/04/2015
Orçamento: R\$ 2.797.340,00

O Inomat é um INCT com nós localizados nas universidades estaduais de São Paulo, Campinas e Maringá (PR), bem como nas universidades federais da Bahia, Ceará e Rio de Janeiro. Em 2011, o Laboratório Nacional de Nanotecnologia, do qual o coordenador deste INCT é o diretor, foi integrado ao Inomat. Cada grupo local está instalado em instalações pré-existentes, sob gestão local inserida nas estruturas de organização locais. A gestão dos recursos é feita seguindo o formato “Pessoa Física”, tanto no caso dos recursos recebidos do CNPq como no da FAPESP. O LNNano é integrante deste INCT e estão sendo usados recursos deste INCT 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 conselho (Comitê Gestor) formado por Adley F. Rubira (Maringá), José Manuel R. Nigra (USP), Marco A. C. do Nascimento (UFRJ), Oswaldo L. Alves (Unicamp, Vice-coordenador) e do Coordenador Geral do Inomat (Fernando Galembeck). A implantação das decisões do Conselho 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 que se contemplem aplicações em vários tipos de produtos: materiais para o meio-ambiente (adsorventes, membranas, catalisadores para remediação), para suprimento de água (membranas, fotocatalisadores eletroassistidos), catalisadores para processamento de hidrocarbonetos, óleos e outras matérias-primas, nanocompósitos poliméricos, materiais optoeletrônicos e células solares.

O Instituto também se aplica à pesquisa teórica, metodológica e à 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 é 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 deste Boletim são as notícias de nanotecnologia relacionadas com novos produtos, riscos e marcos regulatórios, o que lhe garante, salvo melhor juízo, estar entre os melhores acervos sobre este tema em língua portuguesa. O site da Química Nova Interativa continua contribuindo com conteúdos 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 primeiro semestre de 2014, foi realizado um grande número de palestras, seminários, participações em mesas redondas e painéis sobre nanotecnologia por vários membros do INCT, incluindo vários públicos (graduação, pós-graduação, empresários e público em geral). Estes exemplos evidenciam a divulgação de nanotecnologia para grupos de diferentes 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 dentre as insituições participantes, incluindo o LNNano

Cryo-EM: visualizing biological macromolecules in different conformational states

Processo CNPq (Ciência Sem Fronteira): 400796/2012-0

Vigência: 07/08/2012 a 06/09/2015

Orçamento: R\$ 401.647,25

O Projeto “Ciência Sem Fronteiras – Pesquisador Visitante Especial” teve continuidade no 1º semestre de 2014 contando com uma 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 atividades ligadas ao projeto de pesquisa, o Prof. van Heel, juntamente com os pesquisadores Rodrigo Portugal e Alexandre Cassago, ofereceram o módulo de Biologia Estrutural no “V do Curso Teórico-Prático de Microscopia Eletrônica de Transmissão” do LME/LNNano. Durante este semestre foi feita a seleção de dois novos pós-doutorandos que passaram a integrar a equipe do projeto em 1/7/2014.

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 Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano) do CNPEM 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 deste 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.

Este 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 organizado pelo LNNano em conjunto com o MCTI (1º WORKSHOP BRASIL – CHINA, 25 a 27 de Março/2014, sediado no CNPEM), 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 chave 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.

V Curso teórico-prático de microscopia eletrônica de transmissão

Processo CAPES: 9074/2013-11
Vigência: 20/11/2013 a 20/05/2014
Orçamento: R\$ 25.000,00

V Curso teórico-prático de microscopia eletrônica de transmissão - Eventos Nacionais e Internacionais

Processo CNPq: 456552/2013-8
Vigência: 6/02/2014 a 05/02/2015
Orçamento: R\$ 9.000,00

V Curso avançado em microscopia eletrônica de transmissão

Processo FAPESP: 2013/15664-1
Vigência: 6/1/2014 a 24/1/2014
Orçamento: R\$ 48.413,65

Os três projetos acima fomentaram a realização do V Curso Teórico-Prático de Microscopia Eletrônica em janeiro de 2014. Este curso teve participação de alunos concluindo sua graduação e pesquisadores de pós-graduação nas áreas de Ciências dos Materiais, Física e Química, e foi particularmente útil para aqueles com experiência prévia em microscopia. O curso forneceu conhecimentos sólidos em Microscopia Eletrônica de Transmissão de seus aspectos fundamentais até algumas técnicas avançadas e visou melhorar as competências e know-how dos usuários atuais e potenciais das instalações abertas do LNNano. Todo o curso levou três semanas e incluiu aulas teóricas e demonstrações práticas e treinamento sobre os instrumentos. O

programa incluiu o curso propriamente dito e eventos que listaram desde conceitos básicos (imagem e difração de elétrons) até conceitos avançados (imagens de mapeamento de química e de alta resolução). As aulas foram ministradas por pesquisadores da LNNano e especialistas convidados de renome internacional.

Consideramos ao fim das atividades que o curso foi muito bem sucedido nas suas propostas. Conseguiu-se dar uma formação sólida e ampla em microscopia eletrônica de transmissão a diversos estudantes e pesquisadores. Além disso, foi possível complementar de maneira aprofundada a formação dos atuais usuários das instalações do LME. Vários participantes já demonstraram o interesse de utilizar as instalações de microscopia do LME, assim como foram preparados para usar outros centros de microscopia dentro do Estado de São Paulo. Esperamos destes usuários participantes do curso um melhor aproveitamento da técnica e de suas potencialidades, com um melhor planejamento de suas atividades de pesquisa na produção de ciência, tecnologia e inovação. É importante enfatizar que o sucesso deste evento nas suas propostas foi espontaneamente demonstrado pelos participantes, nos questionários anônimos de avaliação e sugestões.

No conhecimento dos organizadores, este é o único curso avançado em microscopia eletrônica de transmissão ministrado no Brasil. O elevado número de inscritos (315 inscrições) revelou o grande interesse que este assunto desperta na comunidade científica e técnica do Brasil e América Latina. O número de participantes selecionados (85 participantes) foi adequado às atuais condições do LME para permitir formação teórica e prática de alta qualidade dos participantes, e que os mesmos venham a se tornar usuários qualificados dos microscópios do LME-LNNano e/ou diversos outros centros de microscopia espalhados pelo Brasil, já bem consolidados ou atualmente em formação.

Além disso, houve a transmissão das aulas teóricas do curso pela internet, seguida por um número de pessoas maior que o número de participantes presenciais (112 pontos de acesso ou IPs registrados). Isso reforça nossa ideia da necessidade de cursos dessa natureza e do papel importante que o LNNano tem tido na formação de recursos humanos para microscopia no Brasil.

Em relação ao desenvolvimento do curso, a equipe do LNNano busca melhorar e aperfeiçoar esse curso a cada edição. Foram identificados alguns pontos interessantes que podem ser melhorados no próximo evento (2016). Entre eles, está a possibilidade de um interessado inscrever-se apenas no “Módulo 2: Avançado”.

Auxílio individual à pesquisa (Jefferson Bettini, LME)

Processo CNPq: 482978/2011-2
Duração: 24 meses
Valor: R\$ 5.950,00 (custeio) + R\$ 7.980,00 (capital)

O projeto resultou no 1º semestre de 2014 no desenvolvimento de um filme fino amorfo metálico, no caso um filme da liga Titânio-Silício (Ti:Si) para possível aplicação como dispositivo de mudança de fase para elétrons. Conseguimos desenvolver este filme em duas composições principais. A JEOL Ltda. demonstrou interesse em testar este filme como dispositivo de mudança de fase para elétrons, o que está em execução. Serão brevemente iniciados outros estudos de aplicação deste filme, como por exemplo: suporte para amostras manométricas para microscopia eletrônica de transmissão, camada mecânica protetora para válvulas de aço e como camada biocompatível em próteses.

Catalisadores Heterogêneos Bimetálicos com Arquiteturas Planejadas (Érico Teixeira Neto, LME)

Processo FAPESP: 2013/11298-0
Linha de Fomento: Projeto de Pesquisa Regular
Vigência: 1/8/2013 a 31/7/2015
Orçamento: R\$ 153.187,27 + US\$ 30.603,65

Esse projeto se desenvolve nas instalações do LNNano. Os equipamentos de laboratório adquiridos no projeto foram instalados no LMN, experimentos de microscopia eletrônica são realizados no LME e medidas de composição superficial de materiais são feitas usando o instrumento de XPS do LNNano.

Os objetivos desse projeto são: (i) a produção de materiais catalisadores bimetálicos suportados com arquiteturas planejadas, obtidas pela modificação morfológica controlada de materiais precursores, (ii) a descrição morfológica detalhada dos materiais sintetizados e (iii) medidas de desempenho catalítico desses materiais em reações modelo. A obtenção coordenada desses três objetivos principais do projeto produzirá um ponto de vista global de excelente relevância científica sobre o desempenho catalítico dos sistemas investigados, permitindo o entendimento aprofundado da influência da morfologia de cada material sobre sua atividade catalítica.

Auxílio individual à pesquisa (Antonio José Ramirez, CPM)

Processo CNPq: 475838/2011-4
Duração: 24 meses (finalizado em fevereiro de 2014.)

Valor: R\$ 27.200,00 (custeio) + R\$ 22.700,00 (capital)

Estudo in-situ de Transformações de Fase Induzidas por Energia Térmica e Mecânica em Materiais Funcionais e Estruturais

Processo CNPq: 401472/2012-4
Vigência: 12/9/2012 a 11/9/2015
Orçamento: R\$ 88.000,00

O projeto envolve alunos de pós-graduação da Universidade de Campinas, da The Ohio State University e da University of Tennessee. No 1º semestre de 2014 o Prof. S.S. Babu (U. of Tennessee) visitou o LNNano e realizou medidas na linha XTMS.

No contexto do projeto foi publicado um artigo e um capítulo de livro (veja referências vii e viii no item 5.6) e ministrada uma palestra do pesquisador A. Ramirez como palestrante convidado: “*Computational thermodynamics and kinetics as a tool for materials design*” no 69º Congresso Anual da ABM (São Paulo/SP, 22/7/2014).

Crescimento epitaxial sobre membranas semicondutoras auto-suportadas

Processo FAPESP: 2011/22945-1
Vigência: 1/8/2012 a 31/7/2014
Orçamento: R\$ 63.393,08 + US\$ 165.157,72

Overgrowth of InGaAs membranes for potential optical device applications

Processo CNPq: 482729/2013-9
Vigência: 24 meses
Orçamento: R\$ 41.552,00

Os projetos descritos nos itens e resultaram em um processo para obtenção de nanomembranas sobre uma camada de sacrifício a partir de AIAs, ambas crescidas sobre um substrato. Foi usada a técnica de epitaxia por feixe molecular (MBE), isto é, deposição e crescimento epitaxial de materiais III-V para obtenção das nanomembranas autossustentáveis e posterior realocação destas em outros substratos.

O pessoal envolvido no projeto compreende um estudante de doutorado da Universidade Federal de Viçosa e Christoph Deneke, pesquisador do LCS, com colaboração da UFMG (Prof. A. Malachias e Prof. L. Montoro) e do LNLS/CNPEM. A infraestrutura utilizada compreende as instalações dos Laboratórios de MBE e AFM

(LCS); LME, LMF; linha de difração de Raios-X XRD2 do LNLS (tempo de feixe concedido sobre proposta para pesquisa interna).

Como resultados científicos obtidos, tem-se uma série sistemática de amostras de ilhas de InAs em camadas enrugadas de InGaAs que foram crescidas e estudadas por diferentes técnicas. Um primeiro artigo foi preparado e submetido para publicação. Esperamos preparar mais três artigos para o tópico no próximo ano utilizando os resultados já obtidos e/ou resultados medidos no momento.

5.4 Parcerias Tecnológicas e Institucionais

Os resultados dos laboratórios abertos do LNNano (LME, LCS, CPM e LMF) para o 1º semestre de 2014 quanto à sua interação com o eixo da agricultura, indústria e serviços são os seguintes:

- Horas totais utilizadas para o eixo de AIS: 4177
- O número de acordos com a AIS até a data é de 10 acordos.
- O total de recebimentos de serviços especializados em PDI de alta complexidade tecnológica é de R\$35.331,00.
- O total de recebimentos de acordos de cooperação de PDI é de R\$1.294.654,00.

O LMN ainda não está considerado nesta estatística, pois iniciou suas atividades como laboratório aberto em Junho de 2014.

Estas estatísticas consideram projetos em andamento no LNNano que apresentam elevado potencial para efetivação e para lançamento de produtos no mercado, conforme segue:

Petrobras – Sensor MEG (LMF): Este projeto visa à determinação de monoetilenoglicol (MEG) em amostras de gás natural liquefeito. Designado como MEC (*microemulsification-based method*), ele consiste no uso inédito do fenômeno da estabilização termodinâmica de dispersões (microemulsificação) com intento a determinações analíticas. O MEC baseia-se no efeito do analito sobre a energia livre de Gibbs de emulsões ou sistemas de Winsor, afetando a microemulsificação a qual gera dispersões estáveis termodinamicamente, as microemulsões (ME). Esse efeito pode ser expresso pela fração volumétrica mínima de anfifílico requerida para formar as MEs (resposta analítica do método), prescindindo o uso de energia elétrica para realização do método (ver Figura 5.10). No tocante à análise de padrões de MEG para construção

da curva analítica, a faixa linear se estendeu ao longo de toda a fração volumétrica do analito (% v/v em água). O limite de detecção foi calculado como 0,30% v/v. Por fim, o método foi usado para análise de quatro amostras reais fornecidas pela Petrobras. Caracterizações dessas amostras revelaram a presença de MEG, ácidos carboxílicos, ânions e metais pesados. Suas condutividades foram de até $2.630 \mu\text{S cm}^{-1}$. Ademais, as amostras brutas continham corantes, odores diversos incluindo o de gasolina e material particulado macroscópico. Não obstante estes inconvenientes, o MEC mostrou uma exatidão satisfatória com erros relativos da ordem de 1,0% apenas em relação aos valores de concentração de MEG determinados pela Petrobras. Um protótipo de um kit para determinação de MEG em amostras reais foi desenvolvido e testado no Centro de Pesquisas e Desenvolvimento Leopoldo Américo Miguez de Mello (CENPES, Petrobras, Rio de Janeiro-RJ) em 28 de maio de 2014. Um artigo foi aceito para publicação no periódico *Analytical Chemistry* (DOI ainda não disponível). Uma patente para o método foi requerida junto à Petrobras (veja detalhes no item patentes). Atualmente estão sendo realizados estudos mais detalhados sobre fatores intervenientes diversos, incluindo a força iônica do meio e a natureza da fase anfifílica. Por fim, vem sendo implementado o desenvolvimento de uma plataforma microfluídica com detecção turbidimétrica para realização automática do MEC.

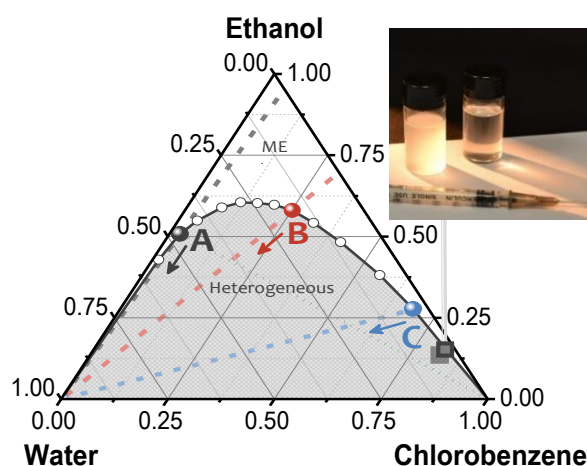


Figura 5.9: Diagrama ternário de Gibbs para dispersões utilizadas nesse estudo e foto ilustrando a transição de turvo (à esquerda, dispersão instável) a transparente (à direita, ME) que ocorre sobre a curva binodal. Essa transição equivale à microemulsificação, o que permite análises meramente visuais para medida do sinal analítico (fração volumétrica mínima de anfifílico requerida para formar as MEs).

Petrobras – Sensor BR (LMF): Dentro do escopo do projeto “Tecnologia MEMS para sensores de distribuídos de poço”, foram projetados e montados circuitos osciladores

(utilizando o SAW como o elemento sensor) de modo a operarem na frequência de ressonância do sensor. Neste caso, observou-se que era necessário haver um ajuste pontual em cada montagem para que o circuito oscilasse na frequência desejada – sendo que em alguns casos não era possível alcançar a ressonância desejada. Adicionalmente, foram realizadas melhoras no projeto das cápsulas de medidas para se obter melhor transferência de pressão hidrostática sobre o sensor e aumentar sua sensibilidade. Os resultados obtidos ao longo do projeto serão apresentados na conceituada conferência EUROSENSORS 2014. A relevância do trabalho e solidez dos resultados levou o comitê organizador a convidar o mesmo para ser submetido à revista *Sensors and Actuators*. Para complementar os resultados já obtidos, em janeiro de 2014 iniciou-se um projeto de sistemas eletrônicos capazes de realizar o processamento e envio de dados de sensores usando a rede de telefonia móvel. Desta maneira, sensores desenvolvidos pelo laboratório de microfabricação poderão ser utilizados para sensoriamento e rastreamento remoto em diversas aplicações. Atualmente o projeto possui o hardware e software embarcados em status operacional, sendo possível receber dados dos sensores e localização geográfica via rede GPRS. As próximas etapas do projeto envolvem o desenvolvimento de um software com interface gráfica amigável para o usuário e criação de um banco de dados para armazenar e acessar dados coletados pelos sensores.

Consórcio de pesquisa em processamento por atrito: O Consórcio de P&D em Processamento por Atrito – CPDPA é um grande grupo formado pelo Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano), Embraer, Alcoa, CBA e Mahle que está finalizando neste semestre os aspectos legais quanto à cooperação.

Soldagem por atrito com pino não consumível (SAPNC) de materiais aplicados na indústria do petróleo, gás e biocombustíveis e Implementação de infraestrutura de simulação física e caracterização Avançada de Materiais Estruturais para Petróleo e Gás, projetos do CPM em conjunto com a Petrobrás que continuam em execução ao longo deste semestre.

União de Materiais para Fabricação de Equipamentos sub-sea, projeto do CPM em conjunto com a FMC Technologies, que se iniciou no final de junho.

Aproveitamento do bagaço de cana-de-açúcar e seus resíduos (para detalhes, veja item 5.3.II, acima descrito), projeto do LMN em conjunto com a Odebrecht Agroindustrial (ex-ETH), que continuam em execução ao longo deste semestre. A Tabela 2 detalha a

posição e status dos projetos em andamento em todos os grupos e laboratórios do LNNano em conjunto com empresas até Junho/14.

Projeto	Parceiro	Área de aplicação / Setor econômico	Objetivo principal	Impactos esperados	Avanços realizados entre Jan-Jun/14
Caracterização de resíduos das usinas de açúcar e álcool e proposta de aproveitamento de bagaço e cinzas de bagaço	ETH e FAPESP	Cargas, reforços estruturais e pigmentos para elastômeros, polímeros, tintas	Obtenção de resíduos carbosilícicos nanoestruturados gerados a partir da queima controlada de bagaço	Obtenção de carvões ativos de alta capacidade de adsorção substituindo importações	Acordo de cooperação assinado entre as partes. Projeto de PD&I em execução.
Implantação de infraestrutura de simulação física e caracterização avançada de Materiais Estruturais para Petróleo e Gás	Petrobras	Petróleo e gás	Implantação e operação de infraestrutura de simulação física e caracterização avançada de materiais estruturais, incluindo Simulação termomecânica de materiais; Medida de tensões residuais	Agilizar o desenvolvimento de materiais e processos ligados à indústria de energia, com especial ênfase em petróleo e gás.	No aguardo de aprovação de reformulação financeira para poder finalizar o mesmo. Todas as instalações desenvolvidas se encontram em pleno funcionamento

Soldagem por atrito com pino não consumível (SAPNC) de materiais aplicados na indústria do petróleo, gás e biocombustíveis	Petrobras	Petróleo e gás	Dar continuidade e ampliar o estudo e desenvolvimento do processo SAPNC de materiais estruturais usados na indústria de petróleo, gás e biocombustíveis.	Aplicabilidade do SAPNC na união segura de dutos de aços para transportar petróleo, derivados e biocombustíveis. Fornecer dados de tenacidade à fratura destas juntas. Explorar o uso desta tecnologia para união e processamento de diversos materiais como aços inoxidáveis e ligas de Ni.	Finalização dos estudos com aços inoxidáveis e ligas de Ni. Avanço nos estudos de mecânica da fratura de aços API.
Materiais usados para o transporte e armazenamento de CO2 em estado supercrítico.	Petrobras	Petróleo e gás	Estudo da soldabilidade de Materiais usados para o transporte e armazenamento de CO2 em estado supercrítico	Permitir a seleção dos melhores materiais para a fabricação dos sistemas de transporte e armazenamento de CO2 supercrítico nos campos do Pré-sal	Trabalhos técnicos e científicos. Aquisição de equipamentos e materiais necessários para projeto. Contratação de instituições parceiras para desenvolvimento.
Desenvolvimento de cilindro híbrido para atender demanda de elevada resistência à corrosão de motores diesel	Mahle Metal leve	Transformação (Autopeças)	Desenvolvimento de tecnologia para a produção de cilindros de motor que permitam o atendimento das novas normas mundiais de emissão de poluentes	Desenvolvimento de tecnologia disruptiva para produção de motores de combustão interna menos poluentes	Em execução
Tecnologia MEMS-NEMS para sensores distribuídos de poço	Petrobras-CENPES	Petróleo e gás	Obtenção de sensores de pressão autônomos para uso em poços	Monitoração da pressão na linha de produção de óleo permite monitorar evolução nos poços em tempo real.	Protótipos foram testados hidrostaticamente e apresentados para a Petrobras.

Sensores para de detecção de monoetilenglicol	Petrobras-CENPES	Petróleo e gás	Obtenção de sensores para detecção de MEG em correntes de hidrocarbonetos para o pré-sal	Uso de 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.	Kits contendo sensores para MEG foram demonstrados a Petrobras. Pedido de patente aguarda posição da empresa. Dispositivo propicia resposta eficiente em 20 min.
Extração das nanofibras de celulose dos cachos vazios de dendê e sua utilização como reforço para borracha natural	Empresa Brasileira de Pesquisa Agropecuária - EMBRAPA	Embrapa			
Uso da tecnologia SAPNC para a produção de dutos	Tenaris Confab	Petróleo e gás	Eliminação de Defeitos em Soldagem por FSP e Soldagem de Aços por SAPNC	Permitir a mais eficiente produção e dutos de aços para a indústria de petróleo	Relatório final entregue
União de Materiais para Fabricação de Equipamentos sub-sea	FMC Technologies	Petróleo e gás	Estudo exploratório da utilização de SAPNC para união circumferencial de tubos de aço cladeados com ligas de Ni para produção de equipamentos sub-sea.	Determinar ferramentas adequadas para união dos tubos e explorar possibilidades de melhorar o processo de soldagem em projetos futuros.	Aprovado em Junho

Tabela 5.2: Posição e status dos projetos conjuntos entre LNNano e empresas (até Junho/14)

Prospecção de novos projetos

Durante este período continuou sendo realizado o trabalho de prospecção de novas possibilidades de projetos. As empresas envolvidas são: Hutchinson, Bemis, FMC, Quimilab/Fibria/Embraer, Bosch (Alemanha) e 3M. São empresas de vários setores industriais e uma característica comum à maioria é o interesse em materiais produzidos de fontes renováveis.

Estas iniciativas fazem parte dos esforços do LNNano para se alinhar com as expectativas e resultados desejados para o Eixo 3 do CNPEM e para mapear tecnologias emergentes e futuros desenvolvimentos científicos capazes de influenciar a indústria, a economia e a sociedade.

A Tabela 5.3 a seguir descreve a relação dos serviços de alta complexidade tecnológica executados e em prospecção pelos laboratórios e grupos do LNNano para empresas e usuários industriais, considerando o semestre até Junho/14.

EMPRESA	SETOR	INSTALAÇÃO
LIBBS	Fármacos	CME/LNNano
MG	Serviços	LME/LNNano
Márcio José Cuccolo Rosalis	Cerâmica	LME/LNNano
Eldorado	Eletrônica	LME/LNNano
PPG	Tintas	LME/LNNano
Engecer	Cerâmicas	LMF/LNNano
Astel BTU	Agricultura	LMF/LNNano
Coord Brasil	Ind. E Com. de cordas para pneumáticos	LME/LNNano
EPP	Electron Microanalysis Services	LME/LNNano

Recaltech Desenvolvimento em metalurgia Ltda	Metalurgia	LMF/LNNano
--	------------	------------

Tabela 5.3: Serviços de alta complexidade tecnológica no LNNano - Junho/2014

Além destas atividades com empresas, dentro das iniciativas de prospecção, o LNNano fez contato com diversas instituições e empresas interessadas em parcerias e/ou prestação de serviços, tais como: CSN, Hutchinson, Elekeiroz, Farma, Bioextrat, 3M do Brasil, SiegWerk Brasil, Raizen, MWV Indústria Química e Diretores do IEEE, além de grupos de instituições acadêmicas do Canadá e Dinamarca.

Integrantes do LNNano visitaram as empresas BR Foods (Jundiaí) e Bemis (PR), Barreflex, Karina, Ampacet, Bras Alpla, Cromaster, Cristália, Buckman, Cristal Master e Companhia Brasileira de Metalurgia e Mineração (CBMM).

I. Pedidos de patente e tecnologias protegidas:

Patentes depositadas até Junho de 2014 (inclusive)

- 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”, coordenada pelo especialista Ângelo Luiz Gobbi.

Prospecção Tecnológica

A principal ferramenta de prospecção tecnológica do LNNano tem sido o diálogo frequente com os usuários das empresas, cujas demandas requerem a busca de informação em bases de dados de vários tipos e levam à definição de objetivos de pesquisa comuns. No momento, as demandas esgotam as atuais possibilidades do LNNano. Outra ferramenta importante é a atenção dos pesquisadores e especialistas às possibilidades de transformação dos seus resultados científicos em produtos e processos inovadores. O LNNano oferece suporte para que os mesmos sejam apoiados na busca de parceiros industriais e investidores e na proteção da propriedade intelectual dos seus resultados. Essas duas ferramentas são em geral aplicadas em separado, mas

também podem ser usadas conjuntamente para acelerar o processo de definição de novos objetivos de pesquisa e formulação de projetos. Um exemplo positivo dos resultados dos esforços em prospecção em 2014 é do grupo de criomicroscopia eletrônica, que iniciou a prestação de serviços de caracterização de amostras para empresas. Dentre as principais solicitantes estão empresas do segmento farmacêutico e de cosméticos.

Gestão da Inovação

A gestão da inovação segue de perto o Plano de Interação do LNNano com AIS. O primeiro elemento é a permanente receptividade às consultas, visitas, telefonemas e e-mails das empresas, quando se estabelecem contatos e se identificam as intersecções entre os interesses das empresas e as possibilidades de atuação do LNNano. Todas as demandas de empresas recebem atenção, independentemente da sua natureza, porte ou extensão das atividades previstas. Uma vez identificados interesses comuns, são assinados acordos de sigilo (NDAs) e as necessidades são discutidas. Sempre que necessário ou útil, o Diretor do LNNano participa dessas discussões, contribuindo para a formulação de propostas de projetos ou serviços por parte dos pesquisadores ou especialistas, que contam com o apoio de Yara Csordas, engenheira química e administradora de empresas com MBA em gestão de inovação, e de João Paulo M. da Silva, estagiário de nível superior responsável por buscas prospectivas. As propostas de serviços no LNNano já estão sendo elaboradas segundo a norma NBR ISO 17025 e os serviços e relatórios são executados segundo a mesma norma. A aquisição e gerenciamento da informação laboratorial deverão contar com o apoio de um sistema de informação (LIMS) a ser implantado ao longo do segundo semestre de 2014. Quaisquer resultados que tenham potencial de inovação no LNNano são protegidos como propriedade intelectual, antes de serem publicados ou disseminados de qualquer forma. Nos casos em que isso ocorra no âmbito de projetos contratados com empresas, negocia-se por contrato que a PI seja automaticamente licenciada às empresas para a sua exploração. Nos casos em que a PI decorre de resultados de pesquisa interna, sem participação de empresas, o LNNano esforça-se na identificação de possíveis interessados na exploração da PI.

5.5 Iniciativas de Capacitação e Treinamento

O LNNano realizou 1 evento de capacitação no primeiro semestre do ano, com duração de 105 horas e um total de 145 participantes, tanto usuários externos quanto internos.

Já a participação no número de horas do eixo 4, o LN apresentou um total de 672 horas, sendo 570 horas de Aula e 102 horas de Treinamento

5.5.1 Seminários e Palestras

Ao longo do 1º semestre de 2014, os seguintes convidados ministraram palestras nas dependências do CNPEM:

- 9/1/14 - 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”;
- 11/2/14 - Prof. Björn Lindman, Lund University: “Dissolving and Coagulating Cellulose: Role of Hydrophobic Interactions”;
- 9/5/14 - 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”.
- Quanto à participação de pessoal do LNNano em eventos científicos e tecnológicos, tivemos:
- Antonio José Ramirez em mar/14, foi convidado do Materials Science Dept. (The Ohio State University, EUA) para ministrar palestra sobre XTMS e discutir projeto conjunto em FSW de ligas de alto Mn;
- Fernando Galembeck em abr/2014 participou da “FAPESP Week Beijing”, em Pequim, China, como palestrante convidado. Este evento foi organizado pela FAPESP em conjunto com a Universidade de Pequim e o objetivo principal foi o de criar novas oportunidades e aumentar a visibilidade das pesquisas desenvolvidas no estado de São Paulo;
- Carlos César Bof Bufon em abr/14 apresentou o tema “Low-cost sensors for Brazilian strategic fields” no “Fórum Brasil-Coreia do Sul de Ciência, Tecnologia e Inovação” promovido pelos Ministérios do Brasil e da Coreia do Sul em São Paulo, SP, para busca de cooperação estratégica na área de nanotecnologia;
- Carlos César Bof Bufon em mai/14 apresentou um trabalho na conferência ‘Biosensors 2014’, em Melbourne, Austrália;
- Antonio José Ramirez Londono em mai/14 apresentou trabalho na ‘Tenth International Friction Stir Welding Symposium’ (TWI), em Pequim, China;
- Fernando Galembeck em mai/14 participou da “Faraday Discussion 170” sobre Mecanoquímica em Montreal, Canadá. Este 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;

- Fernando Galembeck em mai/14 apresentou a palestra “New ideas about eletrostatic phenomena: hygroelectricity and triboelectricity”, como palestrante convidado na 37ª edição do Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada, evento realizado pela Sociedade Brasileira de Física (SBF) em Costa do Sauípe, Bahia;
- Jefferson Bettini em mai/14 apresentou a palestra “Electron Microscopy - a powerful tool for nanoscience and nanotechnology”, como palestrante convidado na 37ª edição do Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada, evento realizado pela Sociedade Brasileira de Física (SBF) em Costa do Sauípe, Bahia;
- Carlos César Bof Bufon em mai/14 apresentou um seminário a respeito das linhas de pesquisa em dispositivos do LNNano no ‘20TH World Micromachine Summit’ (MMS 2014) em São Paulo, SP;
- Rodrigo Villares Portugal em mai/14 apresentou trabalho na 43a. Reunião Anual da SBBq - Sociedade Brasileira de Bioquímica e Biologia Molecular, em Foz do Iguaçu, Paraná;
- Felipe L. D. Lucia em jun/14 apresentou a palestra “Desenvolvimento de sistema sem fio de gestão de iluminação pública” na 3ª Exposição e Fórum de Gestão de Iluminação Pública (ILUMEXPO 2014), realizado pela RPM Brasil, em São Paulo, SP;
- Christoph Friedrich Deneke em jun/14 apresentou seminário sobre as linhas de pesquisa do LCS, realizado no CPQd, Campinas, SP.

5.5.2 Eventos de Capacitação

Com relação aos treinamentos para usuários externos tivemos:

- Em janeiro de 2014 tivemos o V Curso Teórico-Prático de Microscopia Eletrônica de Transmissão, que contou com 86 participantes (pesquisadores, estudantes de graduação e de pós-graduação) de diversas regiões do Brasil e do exterior. O evento teve um número recorde de inscritos: 315 currículos foram analisados pela Comissão Organizadora, superando em quase 44% o número de candidatos ao curso realizado em 2012. Pela primeira vez, o curso ofereceu um módulo de Biologia Estrutural com duração de duas semanas;

- Em abril foram abertas as inscrições para a sexta edição da Brazil School for Single Particle Cryo-EM que será realizado de 14 a 26 de agosto de 2014, em Socorro (SP). O curso é organizado pela Universidade de Leiden, da Holanda, em parceria com o Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano). Realizado bianualmente desde 2005, o curso de Crio Microscopia Eletrônica de Partículas Isoladas tem 12 dias de duração e conta com aulas teóricas e práticas, tanto para os mais experientes com a técnica quanto para iniciantes que desejam adquirir o conhecimento da metodologia. Foram aceitos 30 participantes entre candidatos do Brasil e do exterior;
- 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;
- Em 14/01 o Dr. Antonio J. Ramirez ministrou a aula magna de abertura do curso de nível superior em Tecnologia em Processos Metalúrgicos da Escola SENAI "Nadir Dias de Figueiredo" em Osasco-SP, com a palestra "Modelamento e caracterização de materiais para desvendar fundamentos do estudo da soldabilidade e teste de materiais metálicos estruturais até configuração atômica de materiais funcionais".
- Em Maio recebemos a visita dos alunos do curso de Tecnologia em Processos Metalúrgicos da Escola SENAI "Nadir Dias de Figueiredo".
- Entre os meses de Março e Julho de 2014 o Prof. Antonio J. Ramirez ministrou o curso de pós-graduação em microscopia eletrônica na Faculdade de Eng. Mecânica da Unicamp. O curso contou com 3 seções práticas nos microscópios do LME-LNNano. O curso teve 14 alunos regulares matriculados e mais 10 alunos ouvintes provenientes de diversos institutos da Unicamp e do LNNano. O curso está disponível para todos os alunos da Unicamp no site de educação à distância desta instituição.

Tivemos ainda participação de pessoal do LNNano nos seguintes cursos/treinamentos:

- Julian D. E. Atehortua – curso Higher European Research Course for Users of Large Experimental Systems (HERCULES), Université Joseph Fourier – de 23/2 a 28/3/14, com carga horária de 288h;
- Mariane Peres Pereira - curso Eletrodos em Potenciometria, treinamento em operação e manuseio de eletrodos, oferecido pela Metrohm PENSALAB em 20/3/14;
- Leandro Y. Shiroma - curso Eletrodos em Potenciometria, treinamento em operação e manuseio de eletrodos, oferecido pela Metrohm PENSALAB em 20/3/14;

- Carlos César Bof Bufon - teste, treinamento e aprovação de uma metalizadora adquirida da empresa AJA International.

5.5.3 Eventos Científicos

Em março o LNNano em parceria com o MCTI, organizou o 1º Seminário Brasil-China de Nanotecnologia, visando o estreitamento do intercâmbio científico e tecnológico entre os países. Participaram 93 pesquisadores e estudantes procurando identificar temas e projetos de interesse mútuo. Os participantes chineses atuam no Centro Nacional de Nanociência e Tecnologia da Academia Chinesa de Ciências (NCNST, Pequim) e no Centro Nacional de Pesquisa em Engenharia para Nanotecnologia (NERCN, Xangai). O grupo brasileiro contou com representantes do MCTI, do Ministério das Relações Exteriores do Brasil, de vários profissionais de empresas e de pesquisadores de laboratórios participantes do SisNano vinculados a universidades ou centros de pesquisa.

Quatro grandes áreas da nanotecnologia foram exploradas como eixos principais do seminário: (a) Nanodispositivos e sensores para meio ambiente, alimentação, saúde e agronegócio; (b) Nanomedicina, nanotoxicologia, nanopartículas e nanomateriais para aplicações na área da saúde; (c) Materiais avançados para remediação, descontaminação e tratamento ambiental; e (d) Nanofabricação, nanoprocessamento, caracterização e análises de nanomateriais e nanocompósitos. O LNNano apresentou um projeto com o NERCN para aplicação de resíduos de biomassa para obter materiais adsorventes de alto desempenho, destinados à remoção de poluentes de águas e ar.

Este evento, tal qual o Curso Teórico-Prático de Microscopia Eletrônica de Transmissão, foi gravado em vídeo que será editado e disponibilizado oportunamente nos sites do LNNano. Os eventos foram igualmente transmitidos ao vivo pela internet, sendo o Curso pelo site do CNPEM e o Seminário Brasil-China pela página da Rede Nacional de Ensino e Pesquisa (RNP).

Participação de recursos internos em eventos científicos e tecnológicos:

- Em fevereiro, Dr. Fernando Galembeck, participou do projeto Agenda Tecnológica Setorial - ATS, do Grupo Executivo do Plano Brasil Maior – GEPBM, na ABDI - Agência Brasileira Desenvolvimento Industrial, Brasília, DF;
- Em abril, Dr. Fernando Galembeck participou da Comissão de Avaliação do Prêmio Vale Capes de Ciência e Sustentabilidade 2013.

5.5.4 Orientação e Supervisão

Até Junho de 2014, temos na equipe do LNNano 24 pesquisadores, sendo 11 na carreira científica e 13 na carreira de especialista, que estão orientando e supervisionando 5 pós-doutores, 9 doutores, 6 mestres, 2 bolsistas de iniciação científica e 1 treinamento técnico, além de 27 estagiários.

5.5.5 Prêmios e distinções

O trabalho de Lia Beraldo da S. Balestrin, em conjunto com Douglas S. da Silva e Fernando Galembeck denominado "Triboelectricity in Insulators: Further Evidence for a Mechanochemical Mechanism" recebeu o prêmio: "2014 Joint Electrostatic Conference Student Paper Award" - 2nd Place da Electrostatics Society of America. O trabalho foi apresentado no 2014 Annual Meeting of The Electrostatics Society of America que ocorreu na University of Notre Dame (Indiana, EUA) no período de 17 a 19/6/2014.

Em abr/2014, o Dr. Fernando Galembeck apresentou uma "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.

5.6 Infraestrutura, operação e melhorias técnicas

O LNNano relaciona-se com diferentes parceiros do agronegócio, indústria e serviços, bem como com a comunidade acadêmica, através de projetos, cooperações e serviços de micro e nanotecnologia, usando sua infraestrutura e equipamentos modernos e sofisticados de forma eficiente e eficaz.

O LNNano conta hoje com 5 unidades: (i) LME – Laboratório de Microscopia Eletrônica, (ii) LCS - Laboratório de Ciência das Superfícies, (iii) LMF – Laboratório de Microfabricação, (iv) CPM – Laboratório de Caracterização e Processamento de Metais e (v) LMN – Laboratório de Materiais Nanoestruturados. Recentemente foram criados três novos grupos: CME – Criomicroscopia Eletrônica, DSF – Dispositivos e Sistemas Funcionais e AIE – Apoio à Inovação e Empresas, resultando em oito frentes de trabalho no LNNano. Estão sendo preparadas duas novas unidades: um laboratório de toxicologia e impactos ambientais de nanomateriais e uma planta piloto de nanomateriais.

Em 2014, o LMN iniciou atividades voltadas para nanotoxicologia de nanomateriais e o antigo MTA - Laboratório de Microscopia de Força Atômica e de Tunelamento teve seu nome modificado para Laboratório de Ciência de Superfícies (LCS), ampliando seu escopo. O LNNano também passou a operar segundo programas temáticos de pesquisa internos ou integrados com os demais laboratórios nacionais do CNPEM, adotando o conceito de grupos funcionais.

Continuamos com o processo de implantação da ISO NBR 17025, sendo que a primeira auditoria interna foi realizada em agosto de 2014.

As obras do prédio novo avançaram bastante, com previsão de entrega do prédio no final de agosto. Estão em fase de aquisição, com recursos do SisNano:

- equipamentos para a sala limpa do novo prédio;
- aquisição dos materiais para infraestrutura da rede de cabeamento de informática do prédio novo;
- equipamentos para criotomografia;
- parte dos equipamentos do laboratório de nanotoxicologia.

O LNNano adquiriu, incorporou e comissionou novos equipamentos o longo do 1º semestre de 2014, conforme segue:

- i. um espectrômetro de fotoelétrons – XPS. Este instrumento é totalmente automatizado e fornece espectros survey em menos de 20 minutos, garantindo uma elevada produtividade. Foram realizados dois ciclos de treinamento de operadores do instrumento e o acesso de usuários ao instrumento foi aberto em 1 de julho de 2014, dentro das normas usuais do CNPEM;
- ii. um espectrômetro ótico. O equipamento de emissão ótica simultânea utiliza uma tecnologia de detectores CCD, com uma câmara de excitação purgada com argônio, de baixo consumo, para análise química quantitativa de metais em amostras sólidas. É possível realizar desde medições em amostras grandes (máx. 10 kg), até pequenas peças ou fios metálicos;
- iii. novos sistemas de resfriamento severo de amostras na Gleeble 3800 e na Gleeble Síncrotron 3S50. Estes são sistemas singulares, desenvolvidos pelos alunos de pós-graduação e staff do LNNano, que usam nitrogênio líquido como fluido refrigerante. As amostras podem ser resfriadas até -110°C, sob taxas de resfriamento de até 250°C/s;

- iv. novos dispositivos para o difratômetro, para usuários. Foram instalados tubos de raios-x de cobre e de cobalto, sistema de rotação de amostra para medidas com amostras de pó e um monocromador Bartels de germânio [220] de alta resolução;
- v. um microtomógrafo Sky Scan (Bruker 1272), adequado ao exame da estrutura interna de sólidos e dispensando procedimentos complexos de preparação de amostras, instalado em abril de 2014 e já em operação. Foi realizado um treinamento básico para 4 operadores do instrumento e um treinamento avançado para 3 operadores. O instrumento estará disponível para usuários externos a partir de janeiro de 2015;
- vi. uma extrusora de laboratório de dupla rosca usada, doada pela empresa Prysmian, teve sua instalação finalizada na planta piloto do CTBE em meados de junho de 2014 e partida em julho de 2014;
- vii. um Microscópio Dual Beam, que é uma combinação única de um microscópio de varredura eletrônico (SEM) e um microscópio de feixe focado de íons (FIB), para novas aplicações nestas áreas. A combinação das análises morfológica, estrutural e espectroscópica por SEM com capacidades de sputtering e deposição do FIB coloca este microscópio como uma das mais poderosas e flexíveis técnicas de caracterização. Em fins de 2013 o Laboratório de Microscopia Eletrônica do LNNano recebeu um Helios 600 da FEI, que é um microscópio Dual Beam de última geração que combina novos detectores, coluna eletrostática, desacelerador de feixe, monocromador e outras funções especiais. É uma ferramenta básica em nanofabricação, usando feixes de íons e elétrons para nanolitografia, gases para crescimento de nanoestruturas e feixe de íons para sputtering. Usando os feixes de íons, pode-se obter reconstruções 3D de amostras, com diferentes detectores (SE, BSE, BSI, EDS e EBSD). Finalmente, amostras TEM para observação em resolução atômica podem ser preparadas usando as ferramentas de nanomanipulação do FIB, para qualquer material. O microscópio Dual Beam está em fase de comissionamento e será aberto a usuários no início de outubro de 2014;

5.6.1 Laboratório de Microscopia Eletrônica (LME)

No semestre, foi contratado e efetivado o pesquisador Dr. Erico T. Neto, que era Professor Assistente do Instituto de Química da Universidade de São Paulo.

O microscópio de duplo feixe (Dual Beam) foi instalado e continuará em comissionamento até o início de setembro de 2014.

O LME e o CME têm feito esforços para implantação da técnica de tomografia no LNNano. Nessa direção, o especialista mundial de aplicação da JEOL na área de ciências da vida, Dr. Jaap Brink, instalou o software SERIAL EM no Microscópio TEM-MSM para aquisição de dados de tomografia, incluindo criotomografia. Ele também treinou os pesquisadores Dr. Alexandre Cassago, Dr. Rodrigo V. Portugal e Dr. Carlos Ospina. A instalação inclui uma estação de trabalho para processamento de dados com softwares necessários para a reconstrução de tomogramas. Esta infraestrutura, quando estiver disponível, beneficiará usuários das áreas de ciência dos materiais e ciências da vida.

Foram adquiridos: (i) um porta-amostra de criomicroscopia para tomografia, (ii) acessórios para tomografia e criomicroscopia, (iii) uma nova fonte de alimentação e partes de reposição para a câmera F416 instalada no microscópio TEM-MSM, essencial para as análises de criomicroscopia.

O mau funcionamento do robô de preparação de amostras para criomicroscopia eletrônica impactou fortemente as atividades de criomicroscopia do laboratório nos últimos meses. O robô é essencial para a preparação de amostras em gelo amorfo, pois esta técnica: (i) preserva as características da amostra presentes em solução e, (ii) mantém a amostra em temperatura criogênica durante a análise de criomicroscopia, o que reduz em mais de 5 vezes o dano causado pelo feixe em termos de aquecimento. Foram identificadas as razões do seu problema e o fabricante trocou o equipamento por um novo, sem custo para o LNNano.

Foram instalados os detectores retráteis para Microscopia Eletrônica de Varredura de Transmissão nos microscópios Inspect 50F e Quanta 650. Este tipo de detector possibilita a obtenção de imagens de campo claro e campo escuro do feixe transmitido, ou seja, estas imagens são diretamente proporcionais ao número atômico do elemento químico, ou imagens com contraste de massa. Além disso, como a amostra tem que ser fina, a resolução é melhor que em qualquer outro modo para este microscópio, alcançando 0,8 nm de resolução.

Foi feita a atualização do software de controle do EDS e EBSD instalado no microscópio Quanta 650. Esta atualização trouxe nova ferramenta para o software, como a autodesconsolação de picos e a automação de procedimentos.

Foi feita a instalação do software Layer Probe no microscópio Quanta 650. Este software possibilita a identificação química de camadas enterradas sem a sua remoção, desde que seja fornecida uma espessura aproximada, ou a identificação da espessura desde que seja fornecida uma composição química aproximada.

5.6.2 Laboratório de Ciência de Superfícies (LCS)

O Laboratório de Ciência de Superfícies (LCS) é a nova denominação do Laboratório de Tunelamento e Força Atômica (MTA). Seguindo a tendência observada no semestre anterior, houve aumento no atendimento aos usuários em razão da diversificação dos recursos instrumentais oferecidos, com a implementação de novas técnicas de microscopia de varredura por sonda. Este laboratório se destaca tanto no treinamento de novos usuários como no treinamento de pessoas que dispõem de microscópios de sondas em seus locais de trabalho, mas necessitam de treinamento para aumentar seu nível de aprimoramento. No ano de 2013 foi recebido um total de 32 propostas de projetos de pesquisa, sendo que apenas no 1º semestre de 2014 foram recebidas 36 novas propostas.

Foi adquirido no final de 2013 um Microscópio de Força Atômica AFM modelo NX10, do fabricante Park Systems, instalado ao longo do 1º semestre de 2014 e que está comissionando novas técnicas, entre as quais se destacam a microscopia de capacitância (SCM) e nanolitografias (LAO e scratching).

Está em fase de aquisição uma nova câmara industrial para MBE (Molecular Beam Epitaxy) além de componentes diversos para a complementação do sistema já existente. A nova câmara possibilitará o fornecimento de estruturas semicondutoras, em substratos de até uma polegada, para pesquisadores internos e externos ao CNPEM.

Uma nova sala de preparação de amostras está em fase final de projeto e será adaptada em local já existente, próximo aos microscópios de sonda, possibilitando aos usuários finalizar a preparação das amostras e pré-visualizá-las por microscopia ótica.

5.6.3 Laboratório de Caracterização e Processamento de Metais (CPM)

As modificações que ocorreram no primeiro semestre de 2014 foram:

- Instalação de um RGA (Residual Gas Analyser), para medir o nível de contaminação na câmara de vácuo, com o objetivo de melhorar o vácuo que possa interferir durante as medições na estação experimental XTMS;

- Confeção e montagem do suporte do XBPM em mesas de posicionamento e instalação de mais um sistema de fendas, para aumentar a flexibilidade de medição da estação experimental XTMS;
- Sistema de resfriamento com gases para aumentar as taxas de resfriamento possíveis na instalação XTMS;
- Montagem do sistema de rotação de amostras no Difratorômetro PANanalytical X'Pert PRO para melhorar a qualidade de medida em materiais policristalinos;
- Implementação de atenuador automático no Difratorômetro PANanalytical X'Pert PRO;
- Customização da câmara ambiental da máquina universal de ensaios (MTS), para melhor controle das temperaturas;
- Compra e instalação de um microscópio óptico metalúrgico Zeiss, na sala de preparação de amostras;
- Instalação e treinamento do polimento iônico Hitachi, espectrômetro ótico SpectroMaxx e analisador de hidrogênio Bruker Phoenix;
- Atualização do software do microdurômetro Leco LM100 e troca da câmera analógica por uma digital.

5.6.4 Laboratórios de Microfabricação (LMF) e de Dispositivos e Sistemas Funcionais (DSF)

Neste período não ocorreram mudanças na infraestrutura do LMF. O laboratório foi mantido completamente funcional e atendendo ao conjunto formado pelos usuários externos, pelo pessoal do próprio grupo e dos outros grupos do LNNano. O LMF continua oferecendo um grande apoio aos grupos do LNLS, em especial as linhas de luz, principalmente no que tange a preparação de amostras.

Parte dos processos de microfabricação do DSF está sendo desenvolvido no LMF. Com a conclusão da construção dos laboratórios da nova área do LNNano, prevista para agosto de 2014, os processos de fabricação do DSF serão transferidos gradativamente para a nova infraestrutura de salas limpas. Esta transição será fundamental para manter a competitividade e o avanço desta e outras atividades de processamento e caracterização avançada de dispositivos e sistemas nanoestruturados.

5.6.5 Laboratório de Materiais Nanoestruturados (LMN)

Este Laboratório recebeu um novo espectrômetro de fotoelétrons – XPS, uma instalação aberta a usuários que é totalmente automatizada e fornece espectros *survey* em menos de 20 minutos, garantindo uma elevada produtividade.

Também foi recebido, instalado e comissionado um microtomógrafo Sky Scan (Bruker 1272), para exame da estrutura interna de sólidos, que dispensa procedimentos complexos de preparação de amostras. O equipamento foi instalado em abril de 2014 e já está em operação. Foi realizado um treinamento básico para 4 operadores do instrumento e um treinamento avançado para 3 operadores. Esta instalação aberta estará disponível para usuários externos a partir de janeiro de 2015.

O Laboratório também conta com uma extrusora de laboratório de dupla rosca, doada pela empresa Prysmian, cuja instalação foi finalizada na planta piloto do CTBE em meados de junho de 2014 e sua partida ocorreu em julho de 2014.



Este relatório foi aprovado pelo
Conselho de Administração
em Reunião Ordinária
realizada em 11/09/2014