

RELATÓRIO ANUAL 2022

Parte II

Este relatório foi aprovado pelo Conselho de Administração
em Reunião Ordinária realizada em 28/02/2023

Sumário

1. Laboratório Nacional de Luz Síncrotron.....	2
Programa de Usuários Externos.....	2
Pesquisa e Desenvolvimento in-house	9
Projetos de Futuro	77
Infraestrutura, operação e melhorias técnicas	189
Apoio à geração de inovação	205
2. Laboratório Nacional de Biociências.....	207
Programa de Usuários Externos	207
Programas de P&D em Áreas Estratégicas.....	210
Competências habilitadoras.....	230
Projetos de Futuro	254
Apoio à geração de inovação	276
Treinamento, Educação e Extensão	280
3. Laboratório Nacional de Biorrenováveis.....	284
Programa de Usuários Externos	284
Programas de P&D em Áreas Estratégicas.....	286
Projetos de Futuro	303
Apoio à geração de inovação	306
Treinamento, Educação e Extensão	310
4. Laboratório Nacional de Nanotecnologia	315
Programa de Usuários Externos.....	315
Programas de P&D em Áreas Estratégicas.....	323
Competências Habilitadoras	358
Apoio à geração de inovação	367
Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas.....	371
Treinamento, Educação e Extensão	382
5. Engenharia e Tecnologia.....	399
Programas de P&D em Áreas Estratégicas.....	399
Projetos de Futuro	412
Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas.....	495
Outros projetos e iniciativas da Engenharia e Tecnologia	551
Apoio à geração de inovação	555

1. Laboratório Nacional de Luz Síncrotron

Programa de Usuários Externos

Destaques de pesquisas realizadas nas instalações do Sirius

Durante o ano de 2022, 6 linhas de luz e 6 laboratórios de apoio se tornaram operacionais e passaram a receber pesquisadores externos para projetos de comissionamento científico. Esta é a última fase do ciclo de implementação de uma instalação científica, em que são feitos experimentos reais, com a participação da comunidade científica e em amostras bem conhecidas, como uma forma de calibração final dos instrumentos e procedimentos experimentais. Em 2022 foram realizadas 113 propostas de usuários de comissionamento, cumprindo uma das metas do contrato de gestão para 2022. Após essa etapa, as linhas e laboratórios que passaram pelo comissionamento científico foram abertas para chamada regular de propostas. A linha MANACÁ, primeira dessas 6 a entrar em operação, continuou recebendo projetos de pesquisadores externos no modo de fluxo contínuo (*fast-track*). Já para as demais 5 linhas, foi aberta uma chamada entre 8 de novembro e 19 de dezembro de 2022. Esta chamada adotou um novo sistema de seleção de pesquisas, mais inclusivo e colaborativo, no qual os projetos submetidos são avaliados por mérito científico em condição de duplo anonimato e revisão cruzada por pares. Além de não ter custos para uso acadêmico, pesquisadores de instituições brasileiras e estrangeiras que residem em países da América Latina e Caribe, com propostas aprovadas, puderam solicitar auxílio financeiro para a utilização das instalações do Sirius e viagem à Campinas-SP. O processo de avaliação será realizado no início do próximo ano e os experimentos das propostas selecionadas nesta chamada serão agendados a partir de março. Foram recebidas 334 propostas de pesquisa, originadas de grupos de pesquisa de todas as regiões do país e do exterior (cerca de 12% do total). Uma nova chamada de pesquisas deve ser aberta no segundo trimestre de 2023. Outras 4 linhas de luz alcançaram o status de comissionamento técnico e realizaram experimentos em caráter de teste e calibração de instrumentos em 2022. Estas linhas passarão ao comissionamento científico no próximo ano, e receberão projetos de usuários externos. A seguir estão alguns dos principais destaques das pesquisas realizadas nessas instalações.

a. CARNAUBA

Cerca de 64% do tempo da linha CARNAÚBA em 2022 foi utilizado no seu comissionamento científico, com a participação de usuários de diversos grupos de pesquisa no país. Como destaque da linha Carnaúba há o primeiro artigo publicado em outubro desse ano por usuários externos com a colaboração de membros da equipe, na revista científica *Advanced Energy Materials*. O artigo é fruto de uma colaboração com a equipe do Instituto de Química de São Carlos (IQSC-USP) sobre o comportamento *in situ* de enzimas no processo de oxidação da água.¹

¹ Sedenho, G. C. e¹t al. Investigation of water splitting reaction by a multicopper oxidase through X-ray absorption nanospectroelectrochemistry. *Advanced Energy Materials*. 17 out. 2022. <https://doi.org/10.1002/aenm.202202485>.

Perspectivas para o próximo semestre

Estão previstas uma série de atividades de aprimoramento da linha de luz Carnaúba e estações experimentais para o próximo semestre. Quanto à óptica da linha de luz, serão implementadas melhorias no sistema de resfriamento do espelho M1 e testes de estabilidade, substituição dos cristais do monocromador 4CM, novo alinhamento e otimização. Será instalado um novo fotodiodo para medidas da intensidade incidente bem como para medidas de fluxo da linha. Quanto aos detetores da estação Tarumã, está previsto novas calibrações dos detetores de fluorescência de raios-X e a implementação do arranjo para medidas de luminescência ótica por excitação com raios-X (XEOL). No referente às diversas técnicas usadas, será necessário a implementação de metodologias para medidas de tomografia por XRF e refinamento do foco para uso em medidas de Ptycho assim como também desenvolver metodologias para medidas de Bragg-CDI usando padrões de nanocristais. Por fim algumas regiões específicas de mais baixa energias da linha ($5 \text{ keV} < E < 6 \text{ keV}$ e $2 \text{ keV} < E < 2.8 \text{ keV}$) poderão ser acessadas, porém com limitações de fluxo, devido às restrições do ondulador (de comissionamento) kyma de linha de luz.

b. CATERETÊ

A linha CATERETÊ recebeu um número de usuários de comissionamento menor do que o esperado em 2022 devido a problemas técnicos do principal detector da linha. O problema já foi solucionado para atender as demandas de 2023. Um destaque dentre os projetos de usuários realizados em 2022 foi uma pesquisa sobre a estrutura porosa de catalisadores para craqueamento catalítico (FCC). Este é um dos processos de conversão mais importantes na indústria petrolífera. Catalisadores porosos quebram as frações pesadas do petróleo bruto em combustível para transporte e matérias-primas petroquímicas. Usando a técnica de imageamento por difração de raios-X coerentes (CDI) foi possível caracterizar de maneira qualitativa e quantitativa a estrutura porosa em 3D e o efeito de diferentes agentes porogênicos nessa estrutura, realizado pela equipe do usuário da Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ) (Figura 1). A conectividade da rede de poros também foi determinada o que é crucial para otimização da difusão de reagentes.

Perspectivas para o próximo semestre

Dentre perspectivas e objetivos do próximo semestre estão a melhoria da robustez e confiabilidade de operação da linha de luz (com foco especial no detector) para a operação do usuário; a entrega do sistema de transferência criogênica para imagens 3D; o desenvolvimento e implementação do “*plane-wave*” CDI com o grupo de computação científica do LNLS, com objetivo de oferecê-lo à comunidade de usuários no segundo semestre e a implementação de medições de rotina SAXS/XPCS.

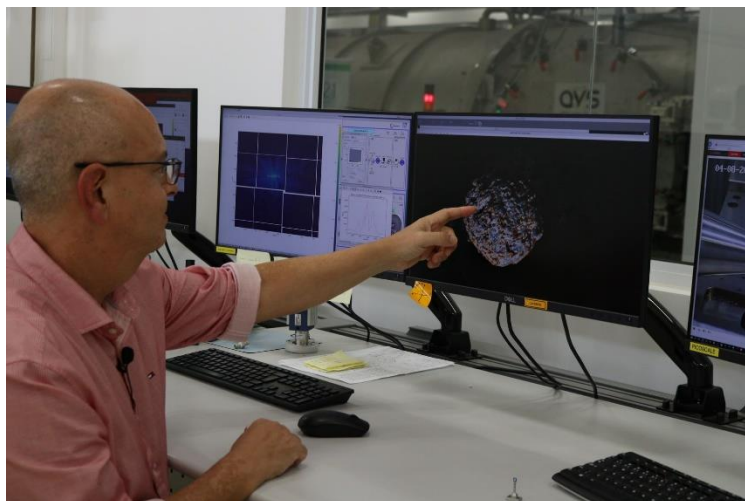


Figura 1 - Pesquisador José Marcos Moreira Ferreira (UFRJ) durante as medidas de catalisadores na linha CETERETÊ

c. CEDRO

Ainda que trabalhando com feixe de uma lâmpada de He no modo *offline*, enquanto o acoplamento com o acelerador para extração de luz síncrotron era concluído, a linha CEDRO já começou a realizar experimentos com pesquisadores externos para o comissionamento do seu principal instrumento, o espectrômetro de dicroísmo circular. O primeiro projeto de pesquisa realizado foi sobre proteínas periféricas de membrana do complexo de Golgi (GRASPs) que apresentam regiões intrinsecamente desordenadas. Particularmente, para regiões desordenadas, a utilização de radiação síncrotron na espectroscopia de dicroísmo de circular permite a visualização de bandas abaixo de 200 nm, enriquecendo os resultados obtidos em comparação com a técnica de bancada. Apesar do feixe síncrotron ainda não estar disponível, a proposta de um usuário externo foi executada para testes preliminares com experimentos *offline*, sob o título *GRASPs and lipid interaction*.

Perspectivas para o próximo semestre

Após o alinhamento e entrega do feixe iniciará a fase de comissionamento científico. Vários potenciais usuários demonstraram interesse em submeter propostas, então uma alta proporção dos turnos do próximo semestre será dedicada ao comissionamento científico da linha.

d. EMA

Cerca de 55% do tempo da linha EMA em 2022 foi dedicado ao seu comissionamento científico, com a participação de usuários de diversos grupos de pesquisa no país. Um dos destaques de pesquisa da comunidade de usuários foi sobre a estruturas eletrônicas e cristalina de perovskitas semicondutoras híbridas orgânico-inorgânicas. Estes materiais são candidatos promissores para melhorar a eficiência optoeletrônica em dispositivos. Entretanto, modular as propriedades optoeletrônicas desses materiais é um desafio significativo e que se superado pode trazer imediato impacto na indústria de dispositivos. Em particular, na família de materiais de perovskita de haleto metálico, o comprimento e o ângulo de ligação da estrutura inorgânica dominam a estrutura da banda. Portanto, nas perovskita de haleto metálico, a modulação da

subrede inorgânica de maneira controlável na compressão pode adaptar as propriedades optoeletrônicas, como gap, condutividade elétrica e intensidade de fotoluminescência, induzindo novos fenômenos não acessíveis em condições ambientais. Utilizando o *setup* multipropósito da linha EMA pesquisadores da Universidade Federal do ABC mediram concomitantemente difração de raio X e fotoluminescência como função da pressão de uma série de amostras de perovskitas de Haletos (Haletos= Iodo e Bromo) e puderam encontrar que para pressões menores do que 15 GPa existe uma relação direta entre os parâmetros de rede e a posição do gap destes semicondutores. Para pressões acima de 15 GPa as amostras sofrem um processo de amorfização que implica no desaparecimento do pico de fotoluminescência. Em resumo, a possibilidade de combinar altas pressões com as técnicas de difração de raio X e fotoluminescência foi fundamental para revelar informações importantes sobre as propriedades fundamentais de perovskitas bidimensionais em camadas, as quais estão no centro das atenções de novos materiais para aplicações optoeletrônicas.

Perspectivas para o próximo semestre

A linha de luz EMA concluiu ao longo do ano de 2022 o comissionamento científico para as técnicas de XANES, EXAFS e Difração de Raio X de pó sob altas pressões e Difração de raio X de monocristais sob pressão uniaxial. Estes experimentos podem atualmente ser combinados com temperaturas tão baixas quanto 20K. Os usuários também podem combinar as técnicas já comissionadas com aquecimento a laser de infravermelho, podendo variar a temperatura entre 1000K e 8000K. Para o próximo semestre, em paralelo ao atendimento aos usuários externos pretendemos avançar na instalação do imã supercondutor de 11 Tesla e do criostato final do *setup* 1, que nos permitirão atingir temperaturas tão baixas quanto 0,5K. Também iremos continuar o comissionamento científico das técnicas de dicroísmo circular magnético (XMCD), difração magnética ressonante (XRMS) e espalhamento Raman de raio X (XRS) a fim de disponibilizá-las para a comunidade de usuários no segundo semestre de 2023.

e. IMBUIA

A maioria das propostas de usuários de comissionamento científico na linha IMBUIA foi realizado em modo *offline*, como na linha CEDRO. Estas linhas possuem essa capacidade adicional que permitirá, mesmo em tempos de estudos e de manutenção dos aceleradores, realizar calibrações e até experimentos com a fonte de radiação alternativa. Como destaque de 2022, o grupo da Universidade Federal do Rio Grande do Sul (UFRGS), na estação IMBUIA-micro, estudou novas rotas antifúngicas baseadas em compostos naturais a serem aplicadas em componentes ópticos (Figura 2). O destaque foi a eficiência e organização do grupo em analisar um grande conjunto de amostras em 15 shifts explorando todo o potencial da instrumentação (imagem e espectroscopia). Os resultados coletados são promissores e potencialmente renderão publicação em revista especializada. A equipe usou a instrumentação 100% do tempo, o que é um ótimo exemplo de uso de instalação aberta.

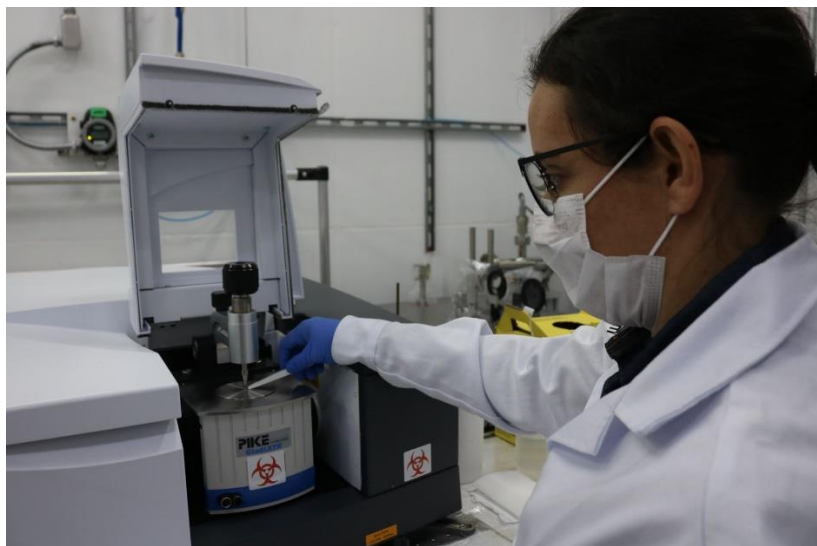


Figura 2 Usuária da linha IMBUIA carregando amostra na estação de micro-espectroscopia de FTIR

Perspectivas para o próximo semestre

Com o anúncio do novo ciclo de chamada para propostas externas do LNLS, espera-se que a IMBUIA atenda um número superior de propostas em comparação aos últimos 6 meses, quando atendeu-se da ordem de 15 propostas externas. A previsão é de 30 propostas para o próximo semestre. Para a estação IMBUIA-nano, espera-se que parte destas propostas sejam desenvolvidas com radiação síncrotron.

f. IPÊ

Na linha IPÊ apenas a estação de XPS teve usuários de comissionamento científico. A estação de RIXS, que é um sistema tecnicamente mais complexo e desafiador, permanece em comissionamento técnico. Um destaque foi o experimento de usuários da universidade de Vienna, que investigaram catalisadores de perovskita capazes de exsolver nanopartículas metálicas por redução meio de XPS e XAS. Um dos participantes passou um estágio de 2 meses no LNLS para implementar medidas de XAS em modo fluorescência (FY) sensível ao bulk e elétrons Auger (Auger Yield) sensível à superfície. Além disso implementou também o controle do monocromador e ondulador pelo software do XPS, que permitiu medidas de perfis de profundidade com XPS em energia variável. Estes avanços na instrumentação possibilitaram os usuários investigar a distribuição e segregação preferencial de espécies durante o processo de exsolução.

Perspectivas para o próximo semestre

A estação XPS entrará na chamada regular. Como comissionamento técnico, pretendemos focalizar o feixe na estação experimental e instalar *encoders* no manipulador para permitir varredura das amostras. Isto permitirá os primeiros testes de mapeamento químico com XAS, para avaliar estabilidade e resolução em uma proposta de comissionamento científico.

A estação RIXS continuará a maior parte do tempo em comissionamento técnico, prosseguindo com o alinhamento do espectrômetro, calibração do detector e alinhamento fino

das ópticas da linha de luz. Dependendo da resolução obtida realizaremos os primeiros experimentos de comissionamento científico com amostras de cupratos supercondutores. Uma dessas amostras já foi medida em 3 diferentes instrumentos em síncrotrons no exterior e servirá como nosso *benchmark* para resolução.

g. MANACÁ

A linha MANACÁ, primeira a entrar em operação, continuou recebendo projetos de pesquisadores externos no modo de fluxo contínuo (*fast-track*). Um dos destaque do programa de usuários na linha MANACÁ foi o experimentos de um grupo do *Joint Institute for Nuclear Research* da Rússia. Durante quatro dias, liderados por Valentin Borshchevskiy, os usuários difrataram cristais de proteínas solúveis e de membrana (Figura 3). A grande experiência dos usuários e as amostras desafiadoras permitiram testar ao máximo a capacidade da MANACÁ e desenvolver melhorias na linha de luz. Além disso, o uso da linha de luz por grupos experientes e de alto nível do exterior poderá ter grande impacto positivo na produção científica e visibilidade da MANACÁ.

Perspectivas para o próximo semestre

No próximo semestre espera-se aumentar o número de turnos/dias dedicados a usuários, especialmente a propostas externas. Algumas melhorias estão sendo ou serão implementadas no próximo ano como redução no tamanho do feixe, *grid-scan*, centralização automática da amostra e instalação de uma cabeça *goniométrica mini-kappa*, e expandirão as capacidades da MANACÁ, permitindo a análise de amostras mais complexas e de moléculas pequenas (compostos orgânicos). As atividades visam disponibilizar mais tempo de feixe para usuários e seguir com o desenvolvimento de novas ferramentas que otimizem o uso do tempo e aumentem a qualidade dos dados gerados.

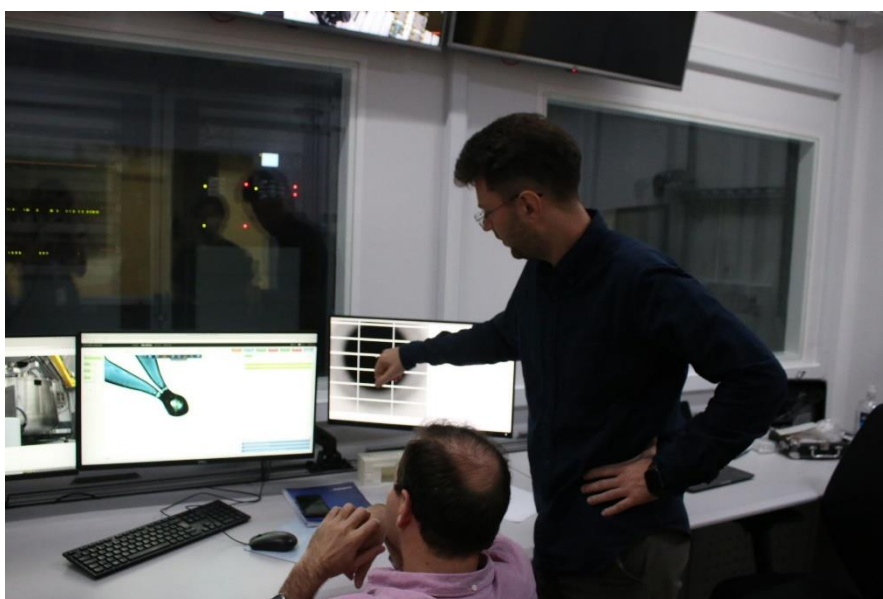


Figura 3 - Pesquisadores do *Joint Institute for Nuclear Research* da Rússia durante os experimentos na linha MANACÁ

h. SAPÊ

No ano de 2022 o espectrômetro da linha (como na CEDRO) foi aberto para usuários externos, que utilizaram a estação experimental da linha SAPÊ “*offline*” (usando a lâmpada de He) por 5 dias, totalizando 10 dias de uso de máquina. A proposta em destaque, intitulada *The electronic structure of HfS₂ explored by angle resolved photoemission* realizada por um grupo científico do Instituto de Física da Unicamp, fez experimentos que ajudarão a melhorar a transferência de amostra de usuários nas câmaras experimentais do sistema ARPES. As amostras são crescidas *in situ* em laboratórios externos ao CNPEM e medidas na estação experimental da linha SAPÊ, que ainda opera sem o uso de luz síncrotron.

Perspectivas para o próximo semestre

No próximo semestre há perspectiva da estação experimental da linha SAPÊ operar em um dos braços da linha IPÊ por alguns dias, atendendo uma parte da comunidade de ARPES. Durante o restante do tempo o sistema operará *offline* utilizando a lâmpada de hélio, atendendo o restante da demanda. A disponibilidade da câmara de preparação da linha SAPÊ no próximo semestre ampliará o número de casos científicos dos usuários que poderão ser atendidos

i. Laboratório de Amostras Microscópicas (LAM)

A proposta liderada pelo professor da Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG) para a estação IMBUIA-nano, solicitou o uso do LAM. Nesta proposta eles estudam uma nova rota de síntese de nitreto de boro hexagonal e caracterizações por Nanoespectroscopia de infravermelho. As amostras foram produzidas e mapeadas por microscopia óptica no LAM. Durante o experimento eles tiveram indícios de que uma nova fase do material foi formada e usaram novamente as instalações do LAM para caracterizações complementares. Além de imagens de microscopia eletrônica, medidas de EBSD realizadas no PFIB foram essenciais para ajudar no entendimento do problema em questão. O destaque para tal usuário foi pelo uso de 100% das instalações do laboratório de apoio e suporte as propostas na linha de luz, inclusive durante os experimentos mostrando que técnicas de caracterizações complementares podem ser de suma importância para otimizar o tempo de linha de luz.

Perspectivas para o próximo semestre

Para o próximo semestre esperamos que com a chegada da garrafa de Xenônio dar vazão as propostas de preparação de amostras que precisam ser esculpidas com o feixe de ions na forma de lamelas, pilares e afins para as linhas Carnaúba e Caterete que já foram submetidas, e as demais que precisaram deste tipo de preparação avançada. Além disso, acreditamos que a mudança da parte de microscopia ótica e fabricação de amostras bidimensionais para a sala limpa melhora significativamente a qualidade das amostras, principalmente relacionadas a sujeiras/contaminações indesejáveis.

j. Laboratório de Condições Termodinâmicas Extremas (LCTE)

As propostas submetidas diretamente ao LCTE estão em andamento e ainda sem resultados diretos. Contudo, a infraestrutura do laboratório foi usada no auxílio de propostas das linhas EMA, IMBUIA e SAPE. No primeiro caso, o LCTE auxiliou esses usuários na preparação

das amostras e dos dispositivos aplicadores de pressão, que por sua vez foram encaminhados à linha de luz EMA para execução dos experimentos. No caso das propostas da linha de luz IMBUIA os usuários usaram o microscópio para fazer imagens para localizar as regiões da amostra a serem investigadas na linha de luz. Por fim, nos experimentos as SAPE, a infraestrutura do laboratório foi usada SAPE para colar/fixar amostra em um porta amostras, atividade que requer instrumentação especializada.

Perspectivas para o próximo semestre

Para o próximo semestre esperamos entregar algumas novas condições de ambiente de amostra para experimentos usando raios X. Um sistema de aquecimento para experimentos com alta pressão e alta temperatura está em desenvolvimento, em um criostato para resfriamento de amostras que também é compatível com alta pressão e campo magnético e em novas células de pressão para serem usadas junto com essas demais condições. Além disso, esperamos adquirir sistemas de alinhamento, corte e polimento de amostras para o LCOC para auxiliar na preparação de amostras na forma de filmes, monocristais e rochas para experimentos de difração e espectroscopias de absorção e fotoemissão nas linhas de luz. Com esses novos ambientes de amostra e sistemas de preparação de amostras esperamos um aumento de usuários nas dependências do LCTE. Por fim, esperamos também receber mais propostas de usuários para treinamento em altas pressões, visto que cada vez mais existe o interesse da comunidade em levar essa técnica para os laboratórios de pesquisa das universidades.

Pesquisa e Desenvolvimento in-house

Engenharia de Linha De Luz

A evolução da ciência de luz síncrotron é ao mesmo tempo impulsionada e limitada pelos avanços em instrumentos das linhas de luz. O projeto Sirius, ao longo da última década, criou as condições para que vários dos desenvolvimentos em ótica, mecatrônica de precisão e sistemas experimentais em geral fossem desenvolvidos a partir da experiência adquirida no UVX e atingissem o estado da arte em instrumentação para luz síncrotron mundial. Não obstante, para que se mantenham nessa fronteira tecnológica, estes avanços requerem contínua e intensa atividade em pesquisa e desenvolvimento em engenharia de linhas de luz. De forma geral, as linhas de luz são compostas por quatro elementos principais: (1) fonte de radiação, que pode ser um ondulator ou mesmo um dipolo da rede magnética do acelerador síncrotron; (2) o *front-end*, que faz a transição segura, monitoramento e condicionamento de diversos aspectos da propagação do feixe de fótons entre o anel de armazenamento e a linha de luz; (3) os elementos óticos responsáveis pela focalização e filtragem da faixa espectral de interesse; (4) as estações experimentais (com sistemas de posicionamento de todos seus detectores e porta-amostras). Estas últimas duas disciplinas são os focos principais do programa de P&D em engenharia de linhas de luz e seus avanços em 2022 são descritos a seguir.

Opto-mecânica

A abordagem utilizada para o design óptico e mecânico empregada nas linhas de luz foi apresentada na *14th International Conference on Synchrotron Radiation Instrumentation* (SRI 2021), realizada no primeiro semestre de 2022, e publicada nos anais do congresso². Experimentos envolvendo nano foco ou coerência requerem estabilidade de alguns nanômetros e dezenas de nano radianos (1 Hz - 2.5 kHz) em componentes ópticos críticos da linha de luz. Diversos componentes ópticos baseados em princípios mecatrônicos de alta precisão, com dinâmica otimizada para lidar com esses requisitos de estabilidade foram recentemente projetados e desenvolvidos no LNL. O processo começa com o projeto óptico usando simulações de traçado de raios e propagação de ondas visando os parâmetros de feixe especificados. Em uma segunda etapa, as tolerâncias de alinhamento e as questões de estabilidade são abordadas no projeto mecânico de cada componente. Caso esses requisitos não possam ser atendidos nos modelos preditivos baseados nas tecnologias disponíveis, o tamanho e a figura da própria ótica ou do esquema ótico podem ser redefinidos, reiniciando a simulação ótica (Figura 4). Neste trabalho, a metodologia foi aplicada à linha de luz CATERETÊ, que permite experimentos de CDI de ondas planas. Usando espelhos cilíndricos defletindo lateralmente e um monocromador de quatro cristais, um tamanho de foco de aproximadamente $40 \times 30 \mu\text{m}^2$ (em 9 keV) com uma profundidade de foco de 12 m (onda plana) e alto grau de coerência foi obtido. Além disso, estendemos ainda mais o processo de modelagem para permitir um suporte mais sistemático à fase de comissionamento, simulando parâmetros de feixe em elementos de diagnóstico localizados após cada elemento ótico.

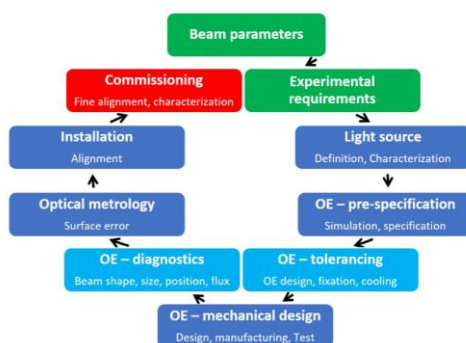


Figura 4: Processo de design optomecânico de uma linha de luz.

Monocromadores

HD-DCM

O comissionamento do segundo HD-DCM – na linha de luz EMA – começou no final de 2020. Duas intervenções mecânicas foram necessárias em 2021 para realinhar uma cabeça de hardstop e do interferômetro – ver Figura 5-Esquerda. Novas cabeças de interferômetros com faixas angulares mais extensas [$\pm 872 \mu\text{rad}$ a $\pm 4 \text{ mrad}$] foram compradas para unidades futuras, como para o HD-DCM-Lite, ou eventuais intervenções futuras para aumentar a faixa de trabalho angular.

² Meyer, B. C. et al., "An approach for the optical and mechanical design of an X-ray beamline: application to the plane-wave CDI station CATERETÊ/SIRIUS", *J. Phys.: Conf. Ser.* - Accepted (2022).

A mecânica de ambos os HD-DCMs está funcionando bem³. Nesse período, os esforços se concentraram na integração com o *undulator*. Não foi observada nenhuma questão significativa na operação da primeira unidade do HD-DCM, em operação na linha de travessão MANACÁ. Em contrapartida, observou-se aumento da pressão na unidade da EMA, que está sob investigação (Figura 5-Direita).

Devido a esse aumento de pressão após o aquecimento das festas, a equipe de apoio pretende desenvolver documentação abordando a padronização dos procedimentos de manutenção e segurança para eventos de aquecimento e falhas.

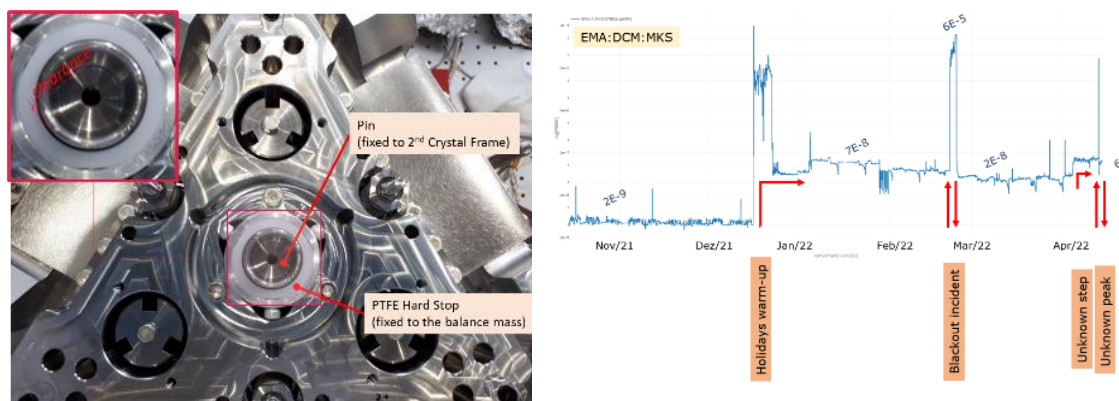


Figura 5: (Esquerda) Hardstop do movimento angular entre o quadro do segundo cristal e a massa de equilíbrio. A distância entre pin e PTFE não era homogênea e eles estavam se tocando. (À direita) Histórico de nível de vácuo dentro da câmara de vácuo EMA-HD-DCM mostrando picos e passos de pressão.

Após o início de operação de duas unidades e desenvolvimentos de rotinas de calibração do Monocromador de Duplo Cristal de Alta Dinâmica⁴ (HD-DCM), os esforços no último semestre se concentraram em elevar a performance de varredura sincronizada com os onduladores, tendo a linha EMA como foco. Primeiramente, um sistema desenvolvido *in-house* denominado TATU (*Time And Trigger Unit*), que estabelece a escala temporal e permite disparos de sincronismo para componentes de interesse (incluindo monitores de posição de feixe, o ondulator e detectores), foi integrado à linha. Então, com os novos recursos de sincronismo, novas medições de estabilidade de posição do HD-DCM em energia fixa foram feitas utilizando altas ordens de difração e cristais em posição de máxima sensibilidade, bem como com *knife-edge*. Como ocorrido em medidas preliminares, em ambos os casos os efeitos da vibração entre cristais ficaram abaixo do nível de ruído dos sensores e da estabilidade do próprio feixe de elétrons. De fato, as análises em frequência utilizadas para uma avaliação espectral mais completa são claramente dominadas por outros componentes que não o HD-DCM, de modo que

³ [GERALDES_2022] GERALDES, R. R, T. et al. "Uma revisão sobre o Monocromático de Cristal Duplo-Dinâmico High-Dynamic para Sirius/LNLS". *Procedimentos do SRI 2021* (2022).

⁴ Geraldes, R. R. et al. "A Review on the High-Dynamic Double-Crystal Monochromators for Sirius/LNLS", *J. Phys.: Conf. Ser.* - Accepted (2022).

os resultados sugerem que a vibração inter-cristais do HD-DCM seja realmente da ordem de 10 nrad RMS, como indicado por seu sistema de metrologia interna. Na sequência, testes de espectroscopia de alta velocidade demonstraram varreduras de 1 keV em apenas 15 segundos, mantendo o erro angular entre cristais abaixo de 15 nrad RMS, e o descasamento com a emissão do ondulator dentro das tolerâncias calculadas por simulação. Finalmente, esse nível de performance foi verificado em diferentes energias⁵, dentre 5 e 30 keV. Um exemplo, comparando medidas de absorção em *step-scan* (6 minutos) e *fly-scan* (27 segundos), atestando também a repetibilidade do sistema via múltiplas varreduras, é dado na Figura 6. Os resultados confirmam o HD-DCM como um instrumento de performance sem precedentes, tanto em energia fixa quanto em modo *fly-scan*, tornando-o atualmente um monocromador de raios-X sem paralelo no mundo e abrindo novas oportunidades científicas e comerciais. Ainda, ganhos de desempenho em estabilidade são esperados para a linha tanto no médio prazo, quando sistemas como o FOFB (*Fast Orbit FeedBack*) e *Top-up* estiverem operando no Sirius, quanto no longo prazo, quando receber seu ondulator definitivo, permitindo a integração com o monocromador através de trajetórias por arquivo e sincronização por disparos, recursos atualmente não disponíveis.

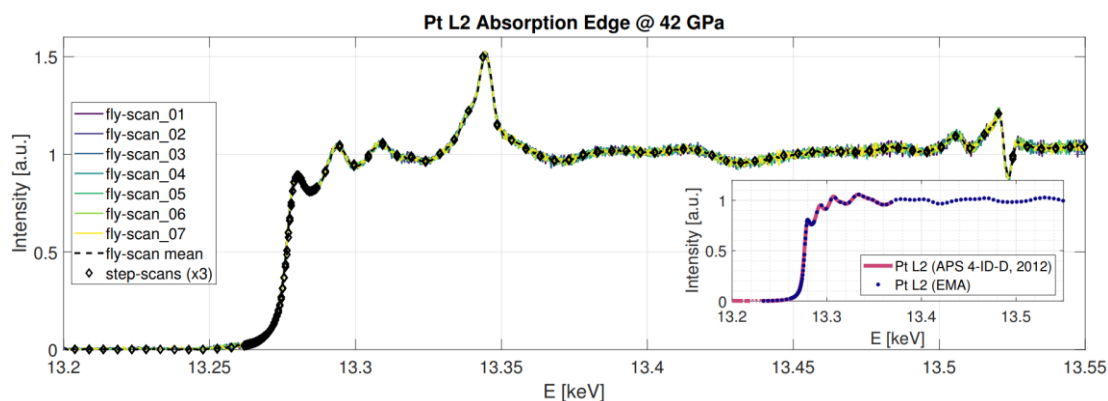


Figura 6: Medidas do espectro de absorção de raios X da borda L2 de Pt. Sete medidas em *fly-scan* foram feitas, para atestar a repetibilidade, e comparadas com três medidas em *step-scan*.

HD-DCM-L

Uma nova versão do Monocromático de Cristal Duplo High-Dynamics (Figura 7) foi projetada para alcançar as necessidades das vigas QUATI e SAPUCAIA. As faixas de energia dessas linhas de feixe permitem que os cristais alcancem faixas de lacuna abaixo das aplicadas para os HD-DCMs anteriores, e os requisitos de varreduras rápidas desta última linha de feixe instigaram o desenvolvimento de um DCM com alta capacidade de aceleração, which pode sersubserido como as necessidades de redução da inércia (6x) e aumento da capacidade de torque (2x). Como consequência, espera-se que o monocromador realize varreduras de até 24

⁵ Gerald, R. R. et al. "Fly-Scan-Oriented Motion Analyses and Upgraded Beamline Integration Architecture for the High-Dynamic Double-Crystal Monochromator at Sirius/LNLS", J. Synchrotron Rad. - Aceito (2022), doi:10.1107/S1600577522010724.

Hz para altas energias (frequência limitada pela ressonância da massa de equilíbrio) e perto de 0,3 Hz para energias baixas com altas amplitudes (1keV em torno de 6 keV⁶).

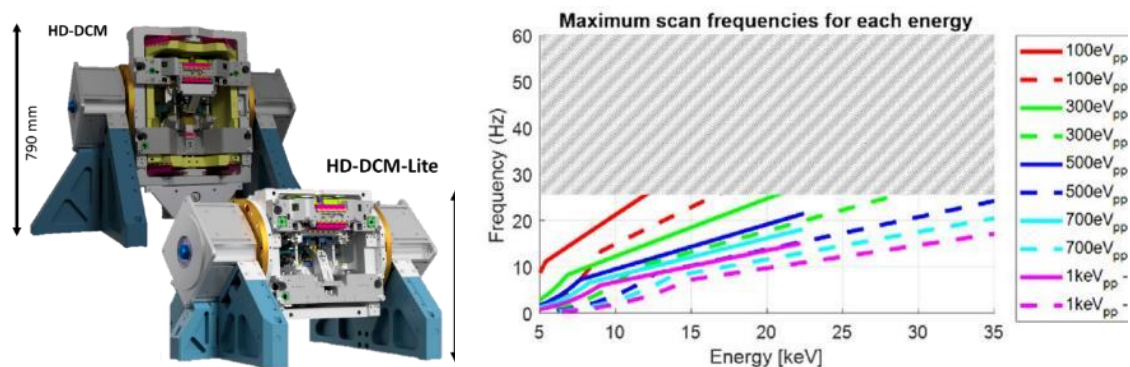


Figura 7: (Esquerda) Comparação de tamanho entre HD-DCM e HD-DCM-Lite. (À direita) Frequência máxima de varredura esperada para cada energia usando o HD-DCM-Lite.

Portanto, a mecânica de Longo Curso poderia ser removida, e um segundo estágio rotativo foi adicionado em paralelo ao primeiro. Além disso, o projeto completo foi revisto de acordo com uma lista de melhorias das observações durante a montagem, instalação e comissionamento das versões anteriores, como o uso de fio de cobre para a vedação da câmara de vácuo, a melhoria do roteamento do cabo – especialmente fora do vácuo – e modificações para melhorar a acessibilidade das peças. Tendo em vista os requisitos das novas linhas, em especial a necessidade de maior taxa de repetição de varreduras na linha QUATI, foram executados estudos e customizações em subsistemas⁷, como torque e fadiga que ocorrem nas mangueiras de alimentação de nitrogênio líquido (LN2). Neste ano foi concluída a aquisição dos itens comerciais presentes no equipamento, a usinagem de mais de 90% das peças mecânicas, limpeza para uso em ultra alto-vácuo e iniciada a montagem do mecanismo interno. A manufatura das peças mais complexas ficou a cargo da ferramentaria do CNPEM e, as demais, por fornecedores locais.

⁶ De Albuquerque, T. Et Al. "A Modelagem Dinâmica E A Arquitetura De Controle Do Novo Monocromador De Cristal Duplo High-Dynamic (Hd-Dcm-Lite) Para Sirius/Lnls". Icalepcs – Processo (2021). <https://doi.org/10.18429/Jacow-ICALEPCS2021-Wepv003>

⁷ G. S. de Albuquerque et al., "The Dynamic Modeling and the Control Architecture of the New High-Dynamic Double-Crystal Monochromator (HD-DCM-Lite) For Sirius/LNLS," in Proc. of ICALEPCS2021, doi:10.18429/JACoW-ICALEPCS2021-WEPV003.



Figura 8: Montagem de cristal para medição de assimetria de planos cristalinos executada em estação experimental da linha EMA (a), teste de fadiga em mangueira corrugada para nitrogênio líquido (b), chegada da câmara de vácuo (c), circuitos internos de refrigeração por LN2 (d) e exemplos de peças usinadas (e-j).

Um ponto sensível deste monocromador é manufatura dos circuitos de refrigeração por LN₂, que possui várias etapas complexas e intrincadas de fabricação⁸. Recentemente, um vazamento foi detectado e a peça passará por reparos no início de 2023. No próximo período é esperada a conclusão da montagem e a instalação de ambas as unidades. Nessas etapas a integração e controle dos diversos subsistemas será essencial para validação da dinâmica dos mecanismos, assim como para implementação de melhorias nos sistemas de controle assegurando maior modularização, manutenibilidade e retrocompatibilidade com as versões em operação nas linhas MANACÁ e EMA.

4CM

O comissionamento dos monocromáticos de 4 saltos demonstrou excelente resolução, estabilidade e sincronização de movimento entre as etapas rotativas⁹, como mostrado na Figura 10. No entanto, o 4CM da CATERETE foi retirado da linha de vigas devido à contaminação na primeira superfície óptica. Os métodos disponíveis não puderam limpá-lo, e um novo cristal foi adquirido e deve ser instalado em meados de 2022. Outras melhorias estão previstas para a mesma intervenção: extensão da faixa do nivelador para ± 10 mm, substituição de escudo de cristais entre cristais para melhor compatibilidade de vácuo material, tolerância ao calor e ampliação da abertura, e um novo circuito de resfriamento que expande as condições de uso

⁸ Saveri Silva, M. et al., "Challenges in the Manufacturing of a Cryogenic Cooling Manifold for an X-Ray Monochromator at Sirius Light Source". In Proceedings of COBEM2021. doi:10.26678/ABCM.COBEM2021.COB2021-0370.

⁹ MARTINS DOS SANTOS, et al "O Sistema de Controle dos Monocromáticos de Cristal de Quatro Saltos para Linhas de Raios SIRIUS/LNLS". ICALEPCS – Processo (2021) <https://doi.org/10.18429/JACoW-ICALEPCS2021-TUPV003>

para todos os modos de operação, adicionado à substituição das correias térmicas por novas com condução térmica aprimorada, Figura 9.

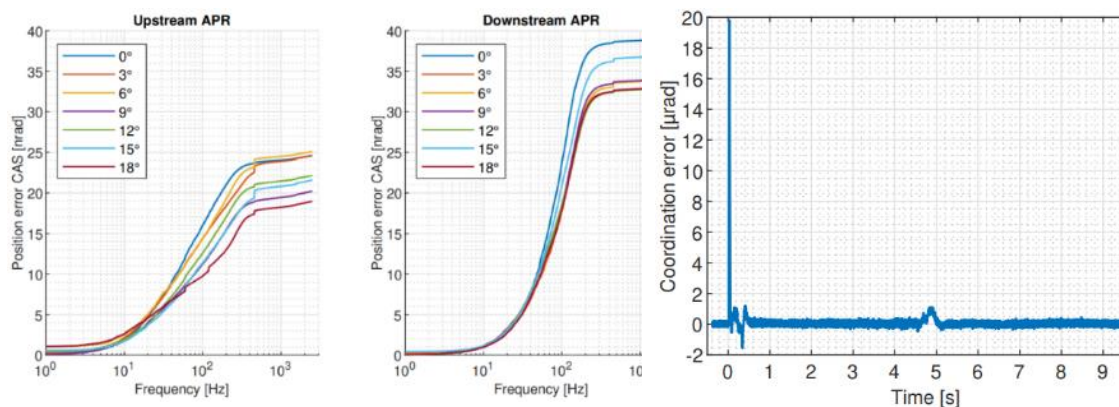


Figura 9: (Esquerda) Espectro cumulativo de amplitude de estágios rotativos de 4CM (<math><40\text{ nrad}</math>). (À direita) Errore oordinação c entre estágios a

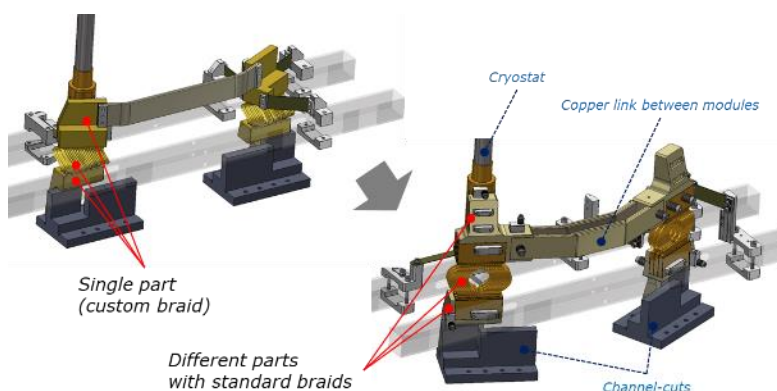


Figura 10: Desenhos CAD do circuito de resfriamento de 4CM da CATERETE antes e depois da melhoria.

O 4CM da linha de feixe CARNAÚBA apresenta menor contaminação na superfície óptica. Foi atestado que o feixe monocromático é $\sim 4x$ maior na horizontal quando comparado com o feixe rosa para esta linha de feixe. Mesmo questões geométricas dos cortes anteriores do canal – como inclinação e a diferença entre os monólitos – e colisões térmicas não são suficientes para explicar o fenômeno. No entanto, um novo conjunto de cristais está sendo adquirido da J-TEC, incorporando a técnica de polimento de vaporização química plasmática visando a qualidade de rugosidade de última geração¹⁰. Além disso, o monocromador não está conseguindo baixas energias devido à resistência mecânica das tranças térmicas, que foi atribuída a um tratamento

¹⁰ HIRANO, T. et al "Desenvolvimento de óptica cristalina sem manchas usando usinagem de vaporização química plasmática para aplicações coerentes de raios-X". Reverendo Sci. Instrum. 87, 063118 (2016) <https://doi.org/10.1063/1.4954731>

térmico aplicado antes da instalação. Por causa disso, tais tranças serão substituídas em uma futura intervenção como proposto para o 4CM da CATERETE.

PGM-BESTEC

Um Monocromador de Grade Planar da BESTEC está em uso na IPÊ-Beamline. Sua interface de usuário de varejo apresentou uma série de falhas que dificultaram a operação e, às vezes, inseguras: a janela de visualização de energia indicava valores erráticos, os pontos de energia eram ignorados, as marcas residenciais do codificador não correspondiam à folha de dados, os indicadores de status mostravam movimentos não existentes, instabilidades energéticas na ordem de 50 meV (1-sigma) estavam presentes, e havia uma contradição quanto ao uso dos ângulos de rotação e cff. Recentemente, após a migração para a plataforma DeltaTau, todas essas questões puderam ser tratadas. Tais instabilidades foram reduzidas para menos de 9 meV, e mais melhorias são esperadas, uma vez que tal trabalho está em andamento.

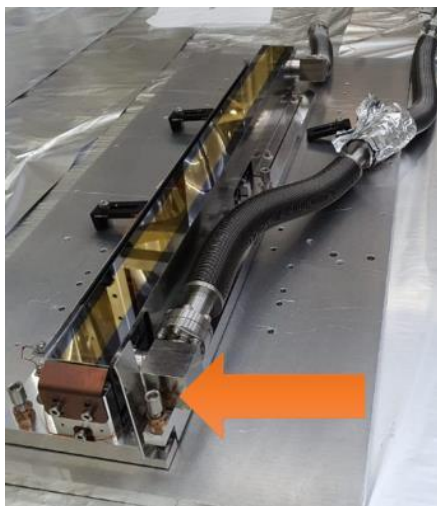


Figura 11: Espelho PGM. A seta indica a região do vazamento.

Devido a um mal-entendido de informações, um interruptor de colisão (que evita a colisão entre espelho e grade) não havia sido testado e após a instalação foi visto que ele não está funcionando. O segundo interruptor de colisão também não está em operação e sua integridade será testada em breve. De qualquer forma, uma futura intervenção será necessária para corrigir tal problema após o recebimento do novo selo para a câmara de vácuo, previsto para ser recebido no final de maio-2022.

A segunda unidade (para a linha de raios SABIÁ) está a caminho do Brasil após um Teste de Aceitação de Fábrica supervisionado por um membro do grupo de controle LNLS. A entrega está prevista para o final de maio-2022. O controle será feito usando a plataforma Delta Tau, incluindo funções de varredura de moscas. Além disso, o PGM do IPE apresentou um vazamento (Figura 11) durante a fase de instalação na área de brasagem entre espelho e conector de água, que foi reparado pelo uso do selante Vacseal II. O espelho foi submetido temporariamente a 80°C e a vedação ainda está curando à temperatura ambiente, uma vez que a condição de cura recomendada (250°C por 30 minutos) não pôde ser aplicada. O espelho PGM também apresenta

contaminação de carbono e tal questão será cuidada após os resultados de limpeza do primeiro espelho IPE

DCM-BRUKER (legado)

O DCM da linha de vigas UVX-XDS está em processo de instalação na linha de luz PAINEIRA. O mecanismo do dobrador foi removido, pois não era necessário e podia introduzir instabilidades, os cristais foram limpos e realinhados. O sistema de controle foi recharacterizado e migrado para uma solução Galil/Powerpack de acordo com a plataforma padrão de controle de movimento Sirius para dispositivos de baixo desempenho. Os movimentos foram caracterizados pelo uso de um autocollimator em termos de alcance e resolução, embora os resultados de estabilidade tenham sido limitados pelo ruído urad do dispositivo de medição. A obra é retratada na Figura 12.

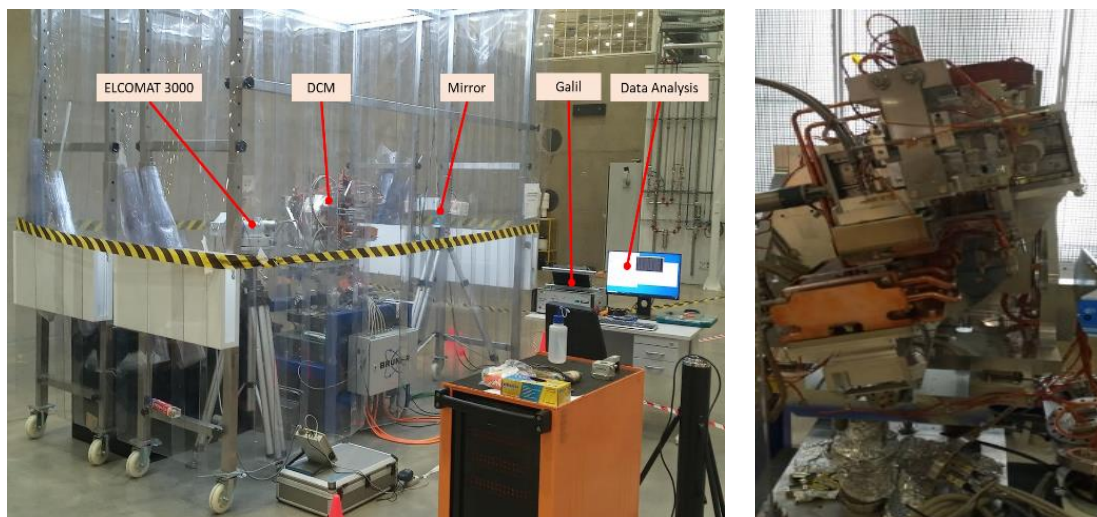


Figura 12: O DCM-Bruker e a configuração usando o autocollimator para caracterizar os movimentos e medir a estabilidade.

PGM-UVX (legado)

A linha de luz SAPÊ usará um PGM que será migrado da linha de luz UVX-PGM. Este equipamento manterá o mesmo espelho, mas novas grades serão instaladas para baixa energia (20 a 70 eV). O desenho deste PGM considera um alinhamento delicado e alta estabilidade dos elementos ópticos reduzindo os graus de liberdade. Outra singularidade deste monocromador é o uso de um sistema de codificação com quatro medidas em cada eixo de rotação. Este tipo de codificador usa uma antiga porta de comunicação PCI. Precisa de implantação para usar o sistema de controle atual no DeltaTau ou cRIO. Um procedimento semelhante ao aplicado para o PAINEIRA-DCM será seguido no que diz respeito à caracterização de todos os movimentos e verificações de estabilidade.



Figura 13: O UVX-PGM montado na UVX e durante o processo de alinhamento do PGM em 2010.

Lupa Bragg

Um conjunto de quatro cristais Si assimétricos (220) será usado na linha de feixe CARCARÁ-X em um arranjo de Lupa Bragg para fornecer um feixe de 11 keV ampliado (~50 dobras) para ser usado para medições de emissor de feixe de elétrons¹¹. Os cristais já estão disponíveis, e o design do mecanismo começará em breve pelos engenheiros do Grupo de Óptica usando conceitos experimentados durante o design de espelhos e mecânica monocromática.

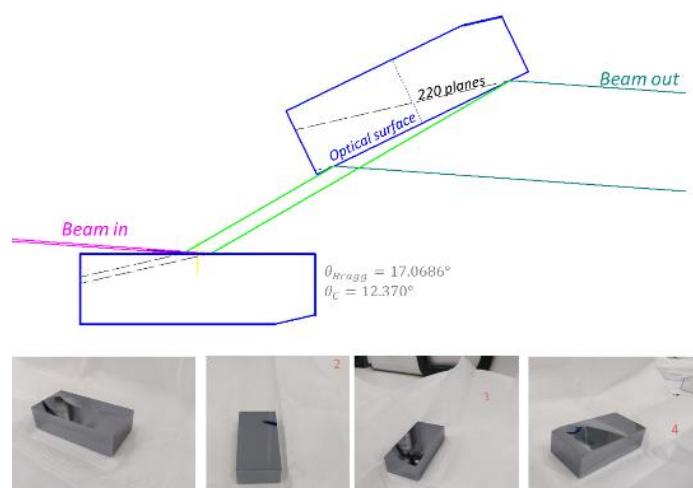


Figura 14: Primeira e segunda difrações na proposta de Lupa Bragg e fotos dos cristais.

Placa de quarta-onda

¹¹ VAGOROVÍČ, P. et al "Sistema de imagem de raios-X de alta eficiência de alta resolução baseado na lupa Bragg em linha e no detector Medipix". Journal of Synchrotron Radiation 20, 153-159 (2013).

O mecanismo de placa de onda trimestral (QWP) é a técnica mais vantajosa para fornecer alternância de polarização circular de raios-X para XMCD. Um novo dispositivo QWP com frequência de alternância de 1 kHz e tempo de estabilização inferior a 10% da metade do período é necessário para a próxima estação experimental em a. Espera-se que permita um alto fluxo de raios-X rio abaixo do QWP com uma alta relação de ruído de sinal. Os estudos para esse novo instrumento foram iniciados pelo grupo EMA e espera-se que o grupo *optics* continue o projeto. Esperamos aplicar conceitos de alta dinâmica presentes no projeto HD-DCM, como a elaboração de modelos dinâmicos para prever o comportamento, otimização da rigidez e análise da atuação por bobinas de voz.

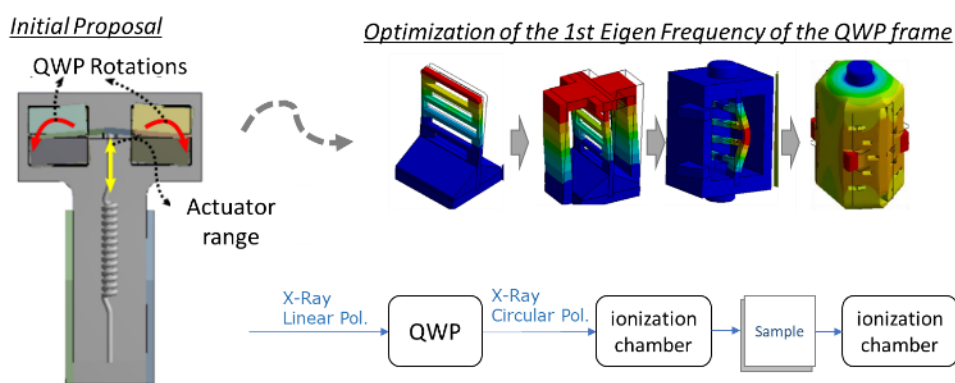


Figura 15: Proposta inicial de atuação de QWP da EMA Beamline12

Sincronização de equipamentos

A divisão do codificador Undulator ao DCM mostrou-se significativamente barulhento inerente ao divisor eletrônico, cabos (~80m) e ao loop de controle undulator. Foram considerados métodos de sincronização baseados no tempo, embora cada fornecedor de dispositivo tenha sua preferência. Assim, definimos a topologia baseada em sinais apresentada na Figura 16.

¹² SANTOS, J. S.C. A. "Desenvolvimento de Mecanismo para Oscilação de Lâminas de Quarto de Onda em Alta Frequência". Tese de graduação apresentada à Faculdade de Engenharia Mecânica da Universidade Estadual de Campinas (FEM-UNICAMP). 2020.

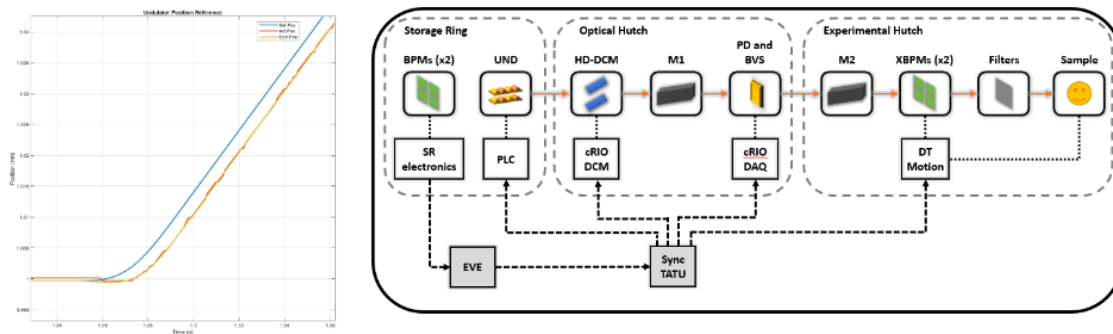


Figura 16: (Esquerda) Topologia de controle. (À direita) Compensação de posição em tempo real indevida empregando UDP.

O *script fly-scan* é discretizado em um *script* específico para cada movimento e sistema DAQ necessário para o experimento, bem como TATU, um sistema orquestrador que acionará todos os dispositivos durante o experimento. Assim, todos os dispositivos são orientados pela mesma fonte de relógio. Esta nova abordagem está sendo implementada na linha de luz EMA (pendente de alguns módulos para chegar), focada principalmente em *undulator* (Beckhoff), DAQs e DCM (cRIO). Um passo futuro na linha de feixe da EMA incluirá o retarder de fase dupla (DeltaTau) na coordenação de trajetória. Enquanto aguardava a entrega dos módulos, um fluxo UDP dos parâmetros de movimento *undulator* para DCM foi implementado para antecipar a validação do algoritmo.

Todo esse desenvolvimento será migrado para outras linhas de feixe, como a CATERETE quando o novo cristal 4CM e o *undulator* Delta estarem prontos, permitindo que a linha de feixe faça experimentos SAXS/XPCS resolvidos.

Sistemas Mirror

Espelhos refrigerados por crios

Quatro espelhos estão operando a temperaturas criogênicas nas linhas de raios CARNAÚBA e CATERETÊ, nas quais as fontes frias são *criostats* de circuito aberto conectadas aos espelhos por partes de cobre. As temperaturas tornaram-se menos sensíveis às oscilações durante os momentos em que os vasos de nitrogênio líquido são reabastecidos (o que está acontecendo todas as manhãs) após a introdução de um eletrônico lakeshore para controlar o aquecedor colocado perto da piscina líquida dentro da ponta do *criostat* dos primeiros espelhos. Apesar disso, alguns picos de temperatura de pequena duração ainda ocorrem durante o enchimento automático e as válvulas de agulha das linhas de transferência de nitrogênio líquido devem ser manuseadas ocasionalmente para lidar com algumas divergências de temperatura. Um controle de movimento agindo diretamente para essas válvulas foi descartado devido ao seu comportamento histerético e uma atualização no controle de segurança (com indicações de alarme e uma “reinicialização” dos aquecedores) foi planejado para lidar com isso.

Além da introdução do *LagoShore*, a linha de transferência do primeiro espelho CARNAÚBA foi fixada para lidar com possíveis instabilidades mecânicas devido a variações de pressão durante o enchimento automático. As instabilidades atuais do feixe são mais atribuídas

ao anel de armazenamento do que ao primeiro espelho e resultados mais precisos são esperados após a implementação do sistema de correção de órbita rápida. Mesmo assim, o grupo óptico pretende realizar mais análises e possivelmente realizar uma intervenção para fixar a ponta criostat dentro da câmara de vácuo.

Outras intervenções estão previstas para substituir as tranças de cobre dos espelhos CATERETÊ após uma revisão de suas modelagens térmicas para garantir o desempenho também para 350 mA, uma vez que tais espelhos atualmente utilizam uma versão anterior de tranças de cobre, que havia apresentado incertezas sobre suas conduções térmicas como discutido no tópico 4CM. A substituição do controle *lakeshore* por CRIO (que controla as temperaturas das partes dentro da câmara de vácuo) também é considerada após introduções de aquecedores na ponta *criostat* no lado do vácuo.

Por fim, a contaminação foi observada no primeiro espelho da linha de vigas CARNAÚBA, mas nenhum dano à viga foi notificado.



Figura 17: Contaminação observada após operar em picos de pressão devido ao controle dos aquecedores.

Espelhos refrigerados à água

Um espelho refrigerado a água comercial opera na linha de luz IPÊ, e uma avaliação de fluxo ideal do banho térmico é postada. Tal espelho apresentou contaminação, e uma tentativa de resolver esse problema foi implementada. Testes de limpeza *in situ* usando gás oxigênio estão em andamento. Algumas rampas de pressão foram aplicadas, mas como a reação química deverá ser proporcional ao nível de pressão, uma pressão maior do que as usadas nas últimas semanas.

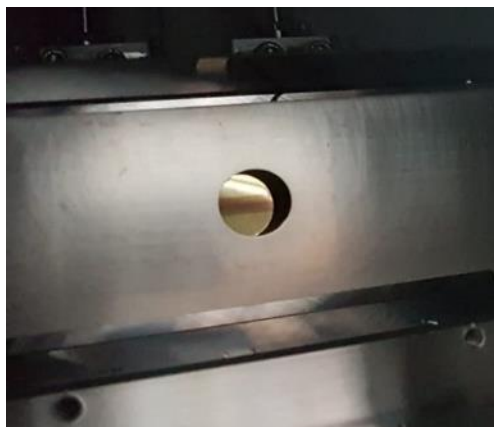


Figura 18: Possível deposição de carbono após semanas de operação.

O primeiro espelho da linha de vigas SABIA também será resfriado e está em fase de fabricação. Seu design foi inspirado no padrão espelho Sirius, utilizando uma solução de resfriamento baseada no espelho acima, visando minimizar vibrações e preservar a integridade da peça de silício, projetando um novo sistema de fixação para as mangueiras. O primeiro espelho da linha SABIÁ, M1 (toroidal), é utilizado para focalização do feixe na fonte secundária da linha de luz enquanto segundo e terceiro espelhos (elípticos), M2 e M3, são utilizados para refocalização nas estações experimentais dos dois braços da linha.

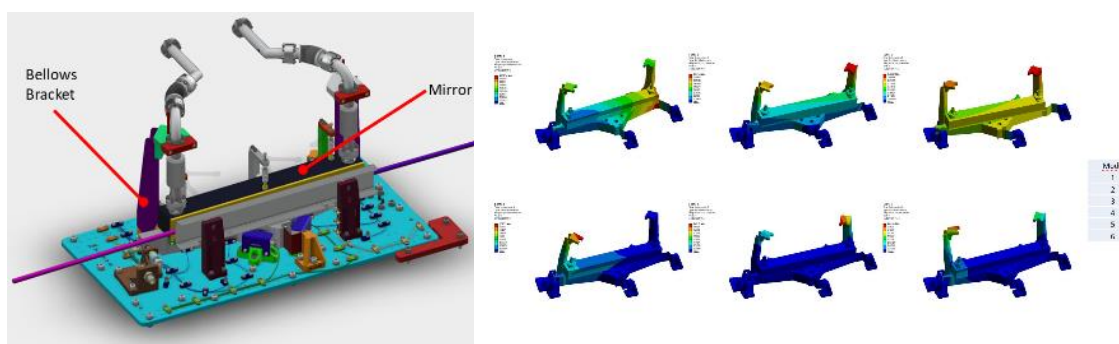


Figura 19: Desenho CAD de SABIA M1. Os suportes seguram as mangueiras para transferir as reações para a moldura do espelho, preservando o espelho.

O SAB-M1, ilustrado na Figura 20 e Figura 21b-c, possui refrigeração direta por fluxo de água, é o primeiro desta classe projetado *in-house* para o Sirius, conta com um circuito hidráulico isolado por uma linha de vácuo como segurança contra vazamentos e combina regiões rígidas e flexíveis que visam preservar as exigências de estabilidade mecânica e o grau de liberdade de rotação do espelho, este imprescindível para o alinhamento, cuja amplitude de movimentação (0.6 mrad em Ry) foi recentemente validada. SAB-M1 foi projetado para primeira frequência de ressonância em 101 Hz e foram atingidos 125 Hz, o que mostra que o mecanismo é ligeiramente mais estável que o esperado em fase de projeto. Quanto à performance esperada com feixe, simulações mostram que o projeto atenderá as demandas da linha em termos de variações de tamanho de feixe considerando a corrente atual de 100mA, o ondulator de comissionamento APU50 e os *chillers* Lauda herdados do UVX. Todavia, para operação futura em 350mA e

ondulador Delta será necessária a aquisição de um *chiller* com maior capacidade de vazão de água e os efeitos de distorção do feixe no foco serão avaliados no próximo semestre.

Os substratos dos três foram também herdados do UVX. Por não possuírem furações para fixação foram colados a seus novos suportes, solução esta que apresentou um *trade-off* custo/desempenho (medido em amplitude de deformação na face óptica) melhor que o desenvolvimento de uma junção parafusada (*clamp*).

Um espelho de cobre refrigerado a água foi instalado na linha de vigas IMBUIA recentemente e nenhum problema notável foi registrado. O fluxo de água é estável na faixa desejável (115 a 120 mL/min) e a linha de feixe está sob comissionamento.



Figura 20: Processo de instalação do espelho M1 dentro do anel de armazenamento.



Figura 21: Espelhos instalados na linha SABIÁ durante fase de roteamento de cabos (a), representação em CAD do espelho M1 (b) e fotografia durante montagem de mangueiras de refrigeração do M1 (c).

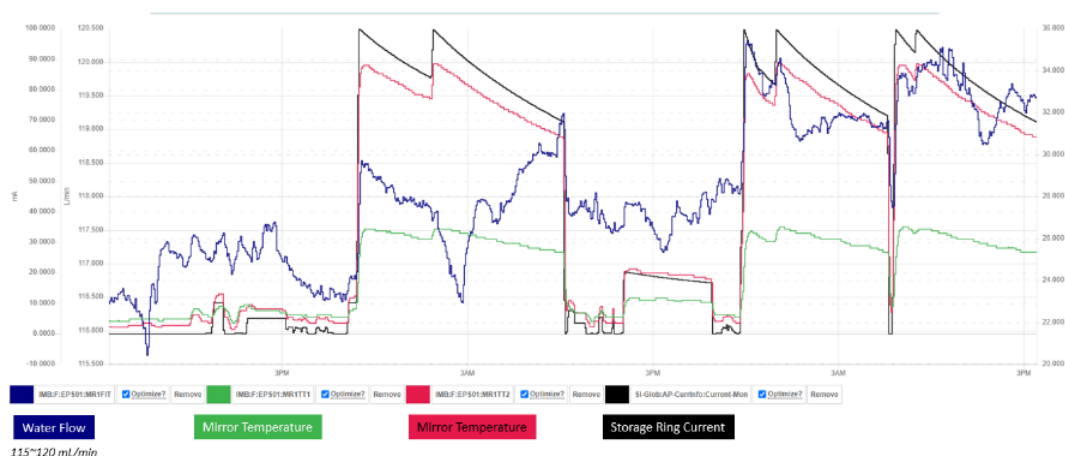


Figura 22: Fluxo de água (azul), Corrente do Anel de Armazenamento (preto) e temperaturas em partes do mecanismo espelho (verde e vermelho) em função do tempo.

IPE M4 e IPE M5 usam banhos térmicos como fontes frias para seus dedos frios (a água não entra na câmara de vácuo). Eles são usados porque a linha de trave está sob comissionamento, e durante essa fase, é comum usar o feixe em ordem zero para verificar o alinhamento do feixe, e para tais condições, as cargas de calor nos espelhos são maiores.

Por fim, a linha de trave CARCARÁ-X também apresentará um espelho refrigerado a água. Ele usa um design de cinco anos de idade que está passando por um *retrofit* para se adaptar às atuais estabilidade e requisitos térmicos. Este espelho será instalado no desligamento de julho.

O espelho toroidal com recobrimento de multicamadas de Mo/B₄C da linha CARCARÁ-X encontra-se em comissionamento com feixe. Este espelho adota uma demagnificação 1:1 e é responsável por monocromatizar o feixe de fótons em 11 keV para aferir a emitância do anel na posição focal com um erro inferior a 5%. Para tal medida, é fundamental o conhecimento de

como os erros de superfície do espelho e sua mecânica afetam o tamanho resultante do feixe focalizado.

Os sistemas de posicionamento, fixação, refrigeração e máscara de entrada passaram por revisões em 2021 em função de problemas encontrados no projeto original. Tais sistemas foram montados em 2022 (Figura 23). Após a instalação no *front-end* da linha, observou-se um aumento no tamanho do feixe em comparação ao projetado, que pode ser justificado pelo desalinhamento do espelho, pelas deformações associadas a efeitos térmicos e mecânicos (simuladas em 24 nm *peak-to-valley*), por desvios de forma do espelho em si (polimento com erro de altura medidos em 5.8 nm RMS), por vibrações mecânicas e pela resolução efetiva associada ao sistema de imageamento atualmente disponível para observação do feixe no foco.

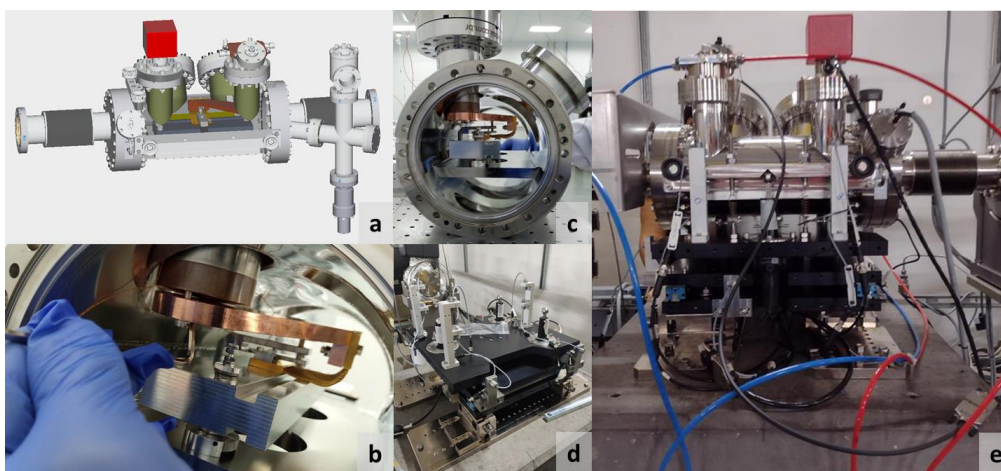


Figura 23 - Desenho CAD do CAX:M1 (a), montagem do mecanismo interno (b, c) e externo (d), e instalação dentro da blindagem (e).

Atualmente o sistema passa por uma campanha de alinhamento fino com feixe, e no primeiro semestre de 2023 medidas estão previstas a fim de melhor quantificar a contribuição das diversas fontes de distúrbio, assim como a caracterização do conjunto cintilador/sistema de imageamento do dispositivo de visualização atualmente adotado para aferição do tamanho do foco. Além disso, está em fase de conceito um novo sistema de diagnóstico baseado em cristais de Silício com cortes assimétricos para magnificação de 6 vezes e imageamento do foco em alta resolução, fugindo a possíveis limitações intrínsecas de resolução do sistema atualmente em uso.

Espelhos refrigerados por peltiers

Os espelhos M2 e M3 são refrigerados via *peltiers*. Esta tecnologia se aplica para estabilização de temperatura em equipamentos sujeitos a baixa carga térmica com liberdade para variações de *setpoint*, conforme já validado nos espelhos recentemente instalados nas linhas MOGNO e CARCARÁ-X ($24 \pm 0.01^\circ\text{C}$) e que será também aplicado ao espelho M2 da linha SAPÊ, que está em fase de manufatura. Os suportes dos mecanismos foram projetados para apresentar primeira frequência de ressonância em 257 Hz, tendo sido atingidos 336 Hz em testes pós-montagem. Suas amplitudes de movimentação foram confirmadas nos 0,82 mrad do projeto.

Os três espelhos foram recentemente instalados e a expectativa para comissionamento técnico é para o início de 2023.

Espelhos temperados da sala

Os dois espelhos MANACÁ, M6 e M7 do IPE, M2, M3 e M4 do IMBUIA, e o primeiro espelho MOGNO são mantidos em temperaturas ambientes sem aquecedores e fontes frias. Nenhum problema foi mencionado pelos pesquisadores desde sua instalação.

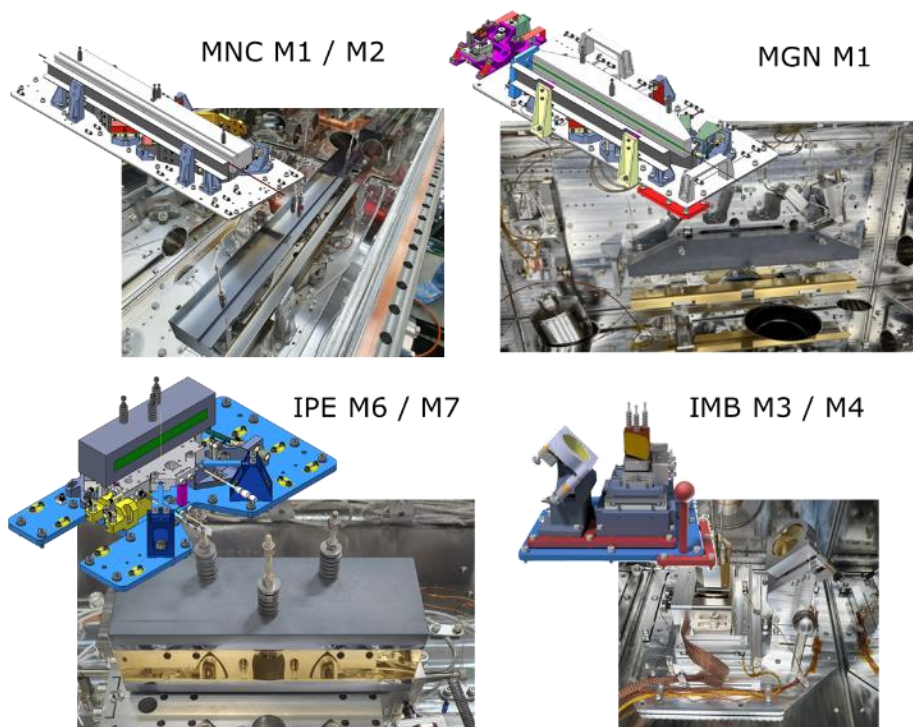


Figura 24: MANACÁ, IPE e MOGNO e espelhos de temperatura ambiente IMBUIA.

Vale ressaltar, no entanto, que ficou conhecido pelo MOGNO M1 que a rotação do ângulo de tom do espelho é afetada por variações de temperatura do ambiente das cabanas: os 500rad observados são superiores a 10x a tolerância à estabilidade para este espelho ($\sim 35\text{rad}$), o que poderia possivelmente causar um deslocamento total de 375 nm no centroide de foco, equivalente a $\sim 1,3x$ o tamanho da viga. Uma vez que essas rotações têm um meio período de ~ 50 minutos, dando uma taxa máxima de 2,5% do tamanho do feixe por minuto, nano-CTs com mais de 4 minutos apresentariam perda de resolução devido ao movimento de origem inaceitável. Espera-se que este problema seja resolvido após o HVAC ajustar o controle do ar-condicionado de tal cabana, quando são esperadas variações de $0,1^\circ\text{C}$. No entanto, os quadros de espelhos de temperatura ambiente MOGNO e MANACÁ são conectados alimentados por tranças de cobre que podem permitir um controle de temperatura ainda melhor adicionando aquecedores, peltiers ou até mesmo banhos térmicos em contato com esses dedos.

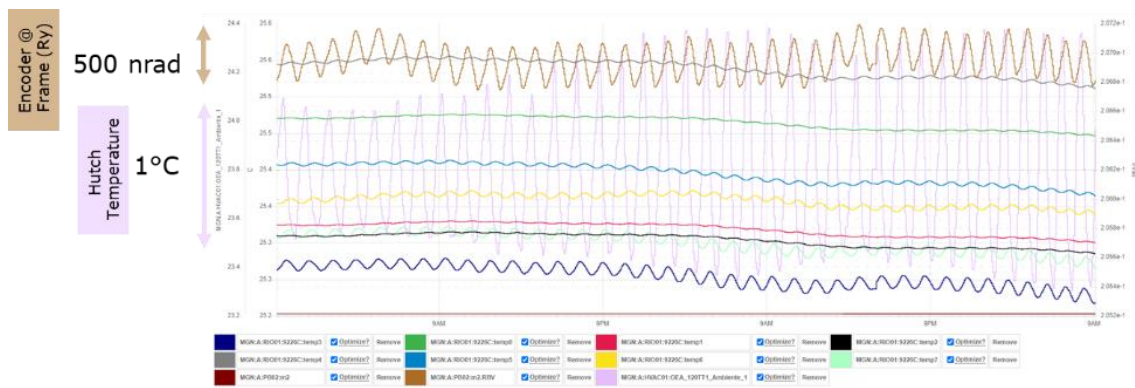


Figura 25: Variações de temperatura (rosa claro) em MOGNO Hutch antes da sintonia correlacionada com os movimentos de Ry dos primeiros espelhos (marrom). Outras cores indicam temperaturas de partes do mecanismo do espelho.

Espelhos bruker (legado)

Dois espelhos verticais dobráveis foram comprados da empresa Bruker e chegarão ao Brasil no segundo semestre. Esses espelhos serão instalados em um mecanismo retirado da fonte de luz UVX. As próximas atividades antes da montagem são verificação de integridade, análise de danos causados por radiação, projeto de roteamento de cabos, ajuste da abertura da máscara, validação dos movimentos, introdução de novos sensores de temperatura e implementação de medidores de fluxo de água.

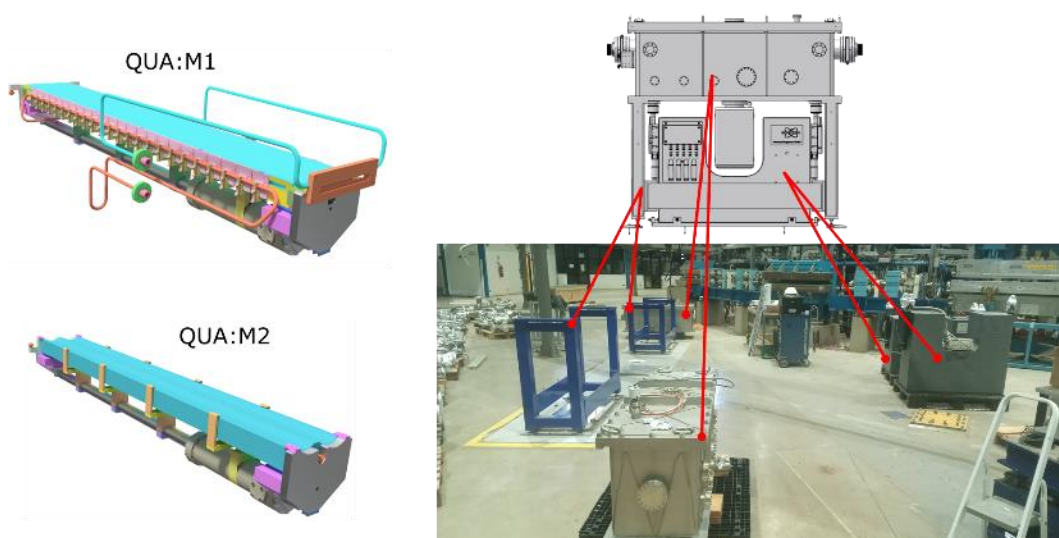


Figura 26: Espelhos para linha de feixe QUATI. Esquerda: Desenhos CAD. Direito: mecanismo pronto para transporte a partir de UVX.

KBs

Tolerâncias de estabilidade mecânica extremamente apertadas são encontradas para os espelhos KB em muitas das estações Sirius, tipicamente < 10 racionais RMS para amplitude de vibração de ângulo de campo. Além disso, devido a grandes distâncias de trabalho e ambientes

especiais de amostra, muitas vezes é praticamente impossível criar arquiteturas diretas de metrologia entre a óptica KB e a amostra, ao contrário do que é comum para outros tipos de óptica, como placas de zona. Portanto, um novo conceito de alta rigidez, com os espelhos colados a uma estrutura de montagem exatamente restrita (isostática), foi desenvolvido internamente para mecânica KB¹³, conforme exemplificado na figura abaixo e detalhado em para a estação TARUMÃ na linha de vigas CARNAÚBA, e expandido para outras estações de nanofocus, como mogno, que incluiu um esquema de resfriamento mais peltier e graus extras de liberdade para a troca de posições relativas de espelho entre 2 listras multicamadas.

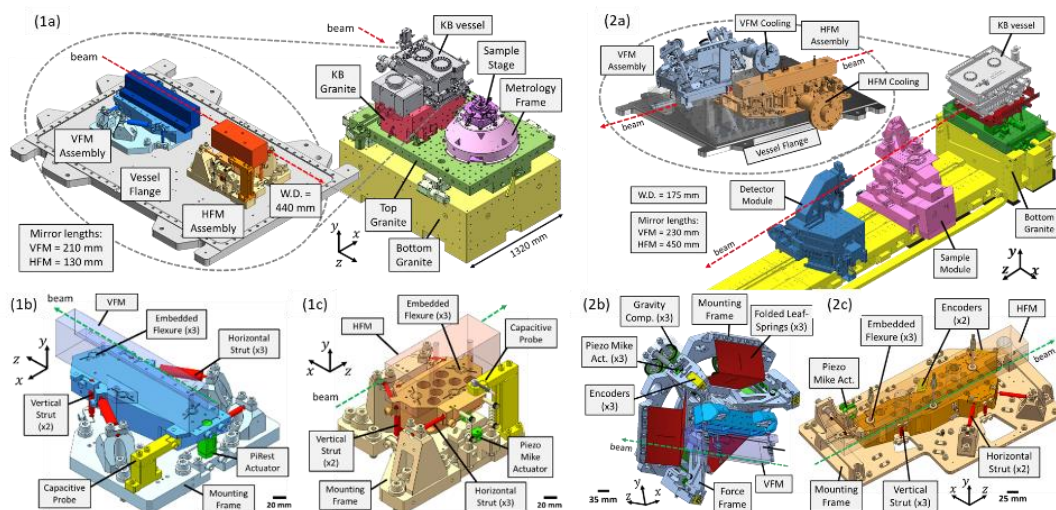


Figura 27: Conjuntos de sistemas KB nas estações experimentais TARUMÃ (esquerda) e MOGNO (direita), destacando (a) conjunto de mecanismos dentro de vasos de vácuo montados em bases experimentais de estações, (b) conjuntos VFM e (c) HFM com componentes principais.

No protótipo do TARUMÃ, as primeiras ressonâncias além de 500 Hz e ressonâncias de tom além de 1000 Hz poderiam ser alcançadas, tornando o sistema razoavelmente insensível a agentes de perturbação comuns, como as vibrações do chão e da acústica. Dentro deste conceito, foram incluídos apenas o número mínimo de graus de liberdade para alinhamento remoto fino na linha de feixe, com um grau de liberdade por espelho, ou seja, o tom para o espelho de foco vertical (VFM) e rolo para o espelho de foco horizontal (HFM). Isso exige que todas as outras tolerâncias de alinhamento sejam garantidas por uma estratégia de metrologia, montagem e alinhamento offline que foi desenvolvida em paralelo.

O primeiro sistema foi instalado com sucesso na estação TARUMÃ, que está operacional e atingiu o tamanho esperado do feixe em torno de 120 nm, de acordo com experimentos de nano-fluorescência comissionados, mostrados abaixo [Moreno_2021]. Avaliações de vibração feitas no ano passado¹⁴ também confirmaram os modos de alta suspensão necessários para o

¹³ Moreno, G.B.Z.L., et al., "Espelhos KB exatamente constrangidos para as linhas de vigas Sirius/LNLS: Design e Comissionamento da Estação TARUMÃ Nanofocando Óptica na Linha de Feixe CARNAÚBA", Proc. MEDSI 2020, 2021.

¹⁴ Bueno, C.S.N.C., et al., "Avaliação de Vibração na Linha CARNAÚBA em Sirius/LNLS", JACoW MEDSI2020 (2021) MOPB08.

design do conceito de alta rigidez, e a recente medição dos principais componentes sensores no banco experimental, confirmou baixas amplitudes em relação ao banco de granito: sensores capacitivos do sistema de metrologia de estágio amostral (PI, XYZ) (Cap, 1-3), e DoFs espelhamento HFM e VFM, sendo HFM-roll e VFM-pitch, respectivamente. Embora limitados pelo ruído, os valores CAS-RMS mostram valores de estabilidade bem abaixo do que é comumente visto em sistemas espelho convencionais.

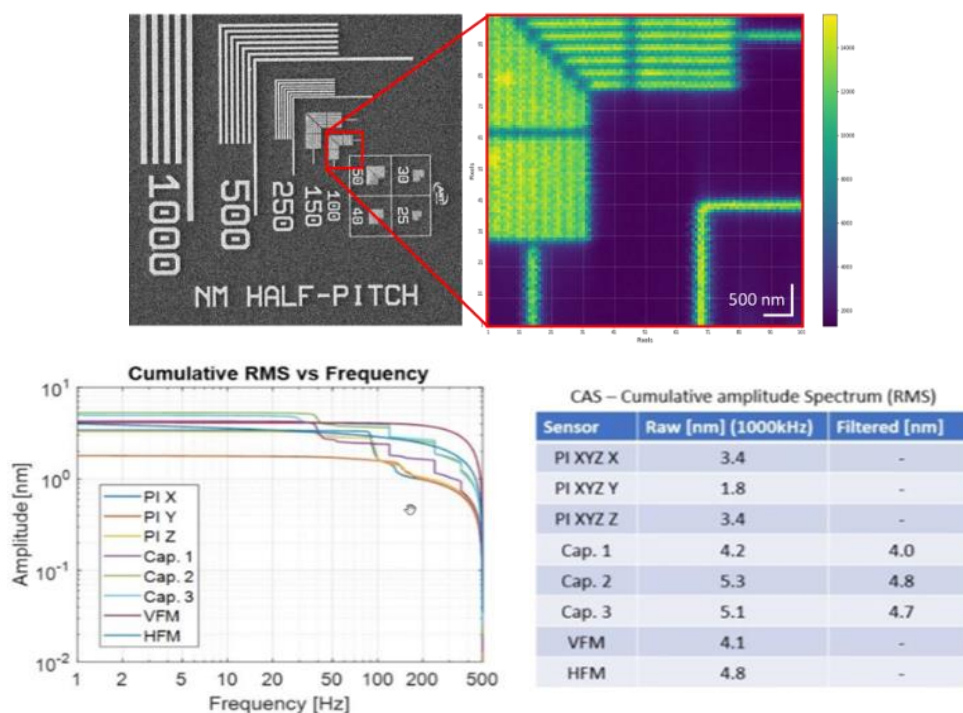


Figura 28: Nanotools aplicados 100 nm padrões de calibração (superior esquerdo) imagens pelo mapeamento de fluorescência do feixe rosa (superior direito), gráficos tarumã cumulative amplitude spectrum (inferior-esquerdo) e valores CAS-RMS para cada sensor (inferior-direito).

Observação 1: As figuras de elipse espelhada devem ser conhecidas com precisão (dentro de algumas dezenas de microradianos) em relação aos substratos espelho, que podem então ser alinhados em relação uns aos outros durante a montagem. O único método encontrado para essa fiduciária depende da inspeção em uma máquina de medição coordenada (CMM). De fato, a metrologia óptica comumente usada para erros de figura, como interferometria de Fizeau e configurações LPT, não parece ser capaz de fornecer correlação de nível micromédico/microradiano com fiduciais nos substratos. Assim, a sonda CMM deve tocar a área ao redor das superfícies ópticas super polidas para rastrear e encaixar as figuras de elipse e, em seguida, estimar posições de focos, como ilustrado na imagem abaixo. Embora não tenha ocorrido incidentes até agora, este é um procedimento arriscado e possíveis alternativas seriam muito apreciadas.

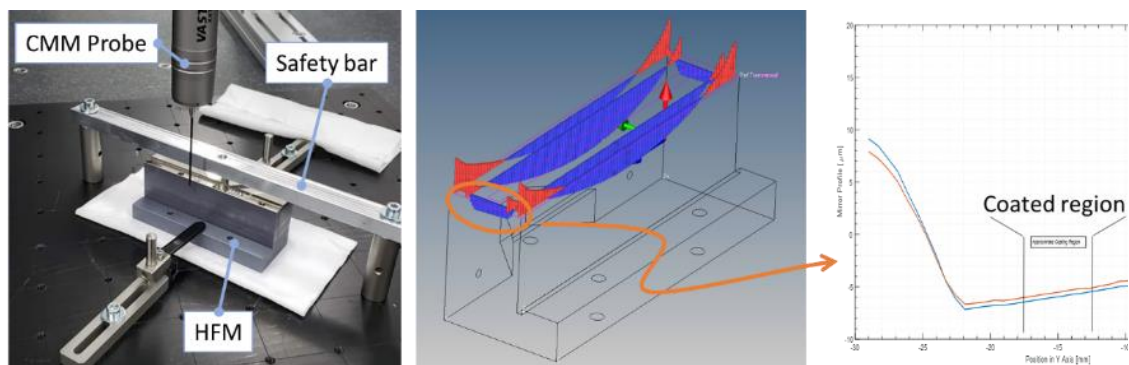


Figura 29: Metodologia de fiduciária de espelhos KB. Esquerda: Imagem do espelho HFM na máquina CMM (barra de segurança removida durante a medição da elipse). Centro: Valores de altura em comparação com uma superfície plana. Direito: Altura sagital a montante total (região externa da pegada do feixe), mostrando um desvio de rolo de 200 μrad da superfície óptica em relação à superfície inferior do espelho (usada como referência de montagem).

Observação 2: Este conceito, baseado em princípios de alta rigidez e modelagem preditiva, parece estar em conformidade com as especificações. No entanto, os níveis de estabilidade quantitativa não puderam ser estritamente comprovados até agora, porque agora estão além da capacidade de metrologia que foi incorporada nos primeiros sistemas. De fato, apenas um sensor capacitivo foi incluído por espelho para fornecer feedback para atuadores piezo de ajuste fino. Em seguida, para cumprir com a faixa de movimento dos atuadores, até dezenas ou centenas de microns, os sensores agora operam no modo de alta gama, no qual os níveis eletrônicos de ruído atingem 4 nm RMS até 1 kHz. Assim, o deslocamento real ou rotação dos espelhos, estimados nos níveis únicos nm (ou sub-nm) e nrad estão completamente escondidos sob ruído. Provavelmente maior largura de banda e interferômetros de ruído mais baixos, também monitorando mais graus de liberdade, serão necessários se os números representativos forem efetivamente desejados.

Observação 3: Aparentemente, o desenvolvimento recente em sistemas *Advanced* KB (AKB) usando espelhos do tipo *Wolter* poderia fornecer tolerâncias mais relaxadas de estabilidade e alinhamento. Pretendemos estudar esses conceitos e realizar análises de *ray-tracing* para investigar como as mudanças angulares e translacionais afetam o tamanho e a posição do feixe, uma vez que significativamente menor esforço em *design* e alinhamento mecânicos podem resultar dessas configurações, ou pelo menos um problema significativo na estratégia de montagem para os espelhos KB exatamente restritos poderia ser resolvido alterando a figura do substrato.

Tecnologias em Estações Experimentais

Nano Estação da Linha de MOGNO

Após a entrega do primeiro sistema de espelho de raios-X, M1, as equipes do LNS deram seguimento à instalação da estação de nano-tomografia e do sistema de nano-foco^{15,16}, KB, pré-montado e testado ao longo do período anterior. O projeto dos mecanismos da nano estação e do sistema KB teve como principal objetivo garantir máxima estabilidade entre a amostra e nano foco, usando tolerâncias cruzadas do arranjo ótico do tipo KB [G], e seguindo conceitos de engenharia de precisão e determinismo para garantir rejeição passiva de distúrbios. Como pontos importantes do projeto, vale mencionar a maximização da frequência de suspensão dos espelhos do KB em relação a uma única base inercial, diretamente compartilhada com o estágio da amostra ou usado como referência de metrologia, e a adição de amortecedores viscoelásticos ou de massa tunada, cuja implementação deve ser avaliada no próximo período. O esquemático da Figura 30 mostra a cadeia de rigidez entre a amostra e o arranjo ótico, correlacionada ao desenho 3D da estação experimental de nano-tomografia da MOGNO¹⁷.

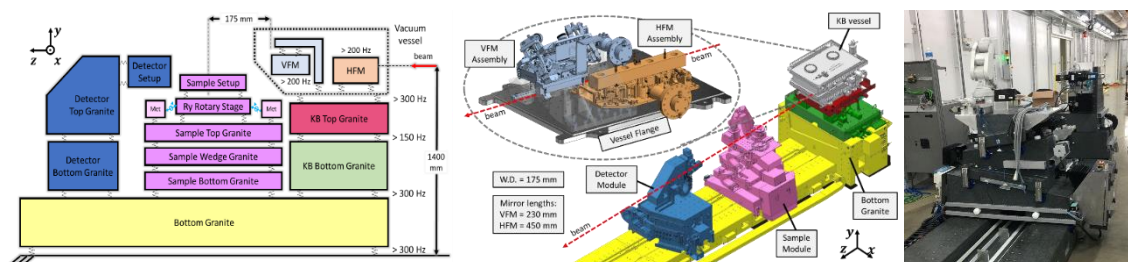


Figura 30: Esquema mecânico simplificado da nano estação da MOGNO (à esquerda), e desenhos reduzidos de banco experimental e conjunto KB com mecanismos internos montados na câmara de vácuo (centro) e nano estação montada na cabana experimental da MOGNO (à direita).

Além da robustez contra distúrbios de vibração, o projeto contou com estratégias para mitigar efeitos de deriva térmica da posição dos espelhos, como controle térmico via dispositivo Peltier resfriado à água, e inclusão de elementos flexíveis no suporte, devidamente orientados em relação ao centro térmico. Após a montagem bem-sucedida, o KB entrou em fase de comissionamento técnico juntamente com a nano estação, mostrando estabilidade de vibração adequada, permitindo resoluções de experimento de até 400 nm, já próximas da especificação de projeto, e deriva térmica dentro de 100 nrad ao longo de 12 horas, dentro da especificação de projeto. A Figura 31 mostra detalhes dos mecanismos internos, e as etapas de montagem e

¹⁵ G.B.Z.L. Moreno et al., "Multi-axis exactly-constrained mirror stages with Peltier cooling for high-flux hard X-ray nanofocusing," in Proc. of EUSPEN- SIG Meeting: Precision Motion Systems & Control: 15th – 16th November 2022.

¹⁶ Y. R. Tonin et al., "Dimensional and optical metrology of ultra-stable exactly-constrained KB mirror sets", Proc. SPIE 12240, 122400F; doi: 10.1117/12.2633679 (2022).

¹⁷ N. L. Archilha et al., "MOGNO, the nano and microtomography beamline at Sirius, the Brazilian synchrotron light source," J. Phys.: Conf. Ser. - Accepted (2022).

instalação do sistema KB, desde as etapas de teste e validação na metrologia até a instalação na cabana.

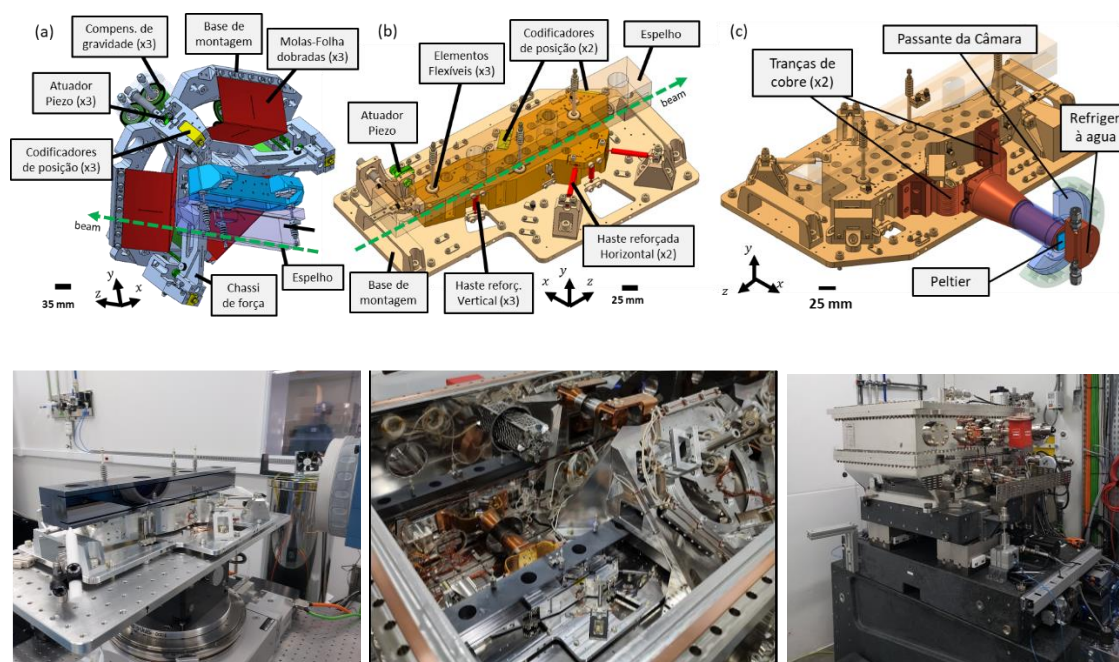


Figura 31: Mecanismos para espelhos VFM (a) e HFM (b), destacando diversos elementos flexíveis (hastes reforçadas, molas-folha dobradas, e elementos flexíveis embutidos no chassi do espelho), responsáveis por determinar exatamente a posição dos espelhos, permitindo movimento e expansão térmica em torno dos pontos desejados, atuadores piezo e codificadores de posição, compensadores de gravidade do espelho VFM, e detalhes do sistema de resfriamento do espelho HFM (c) Espelho M2 do conjunto KB sendo medido no sistema FZI no laboratório de metrologia óptica (d), conjunto KB totalmente montado dentro da câmara de vácuo (e), e câmara de vácuo do KB totalmente montada na base de granito na estação experimental (f).

Os primeiros meses de comissionamento culminaram nos primeiros resultados de microtomografia da linha MOGNO (Figura 32), demonstrando a versatilidade de experimentos que a linha pode oferecer em estudos que permeiam diversas áreas, como agricultura, energia e saúde. As técnicas de reconstrução de imagem estão sendo avaliadas em conjunto entre os times das divisões científicas e de engenharia, para validar alvos de projeto e permitir tanto melhorias quanto o projeto integrado para garantir performance ainda maior em projetos futuros.

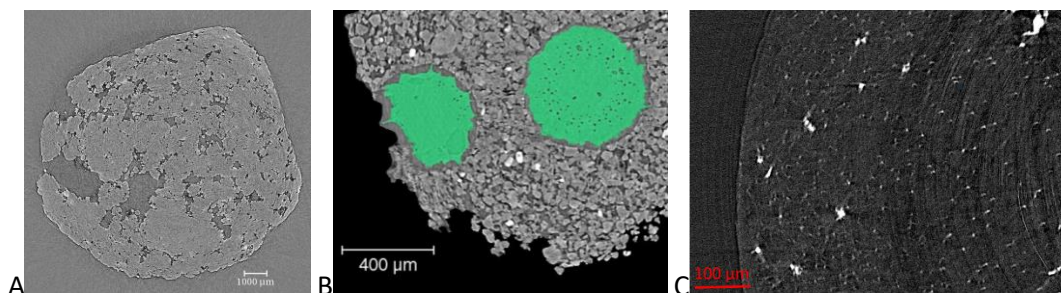


Figura 32: Primeiros resultados de microtomografia da linha Mogno. Em A, uma rocha do pré sal Brasileiro, em B, uma amostra de solo contendo raízes em seu interior (em verde) e C representa uma amostra de cérebro de camundongo com os neurônios marcados com mercúrio (pontos mais claros da imagem).

Micro Estação da Linha da Linha MOGNO

A estação de microtomografia, será a segunda estação experimental da linha MOGNO¹⁸, com previsão de início de comissionamento no segundo semestre de 2023. Ela será dedicada a experimentos de maior complexibilidade técnica do que os realizados na nano-estação, tendo suas entregas principais divididas em duas etapas: a primeira dedicada a experimentos com troca rápida e automatizada para realização de experimentos com alto volume de amostras, e a segunda dedicada a realizar experimentos *in-situ* e *operando* (células de pressão, fornos etc.) com resolução temporal (4D). Dada a natureza de tomografia em “Zoom” da linha mogno, esta estação poderá ser usada de forma complementar à nano estação, tendo sobreposição de curso de movimentação longitudinal e resolução, como ilustrado na Figura 33.

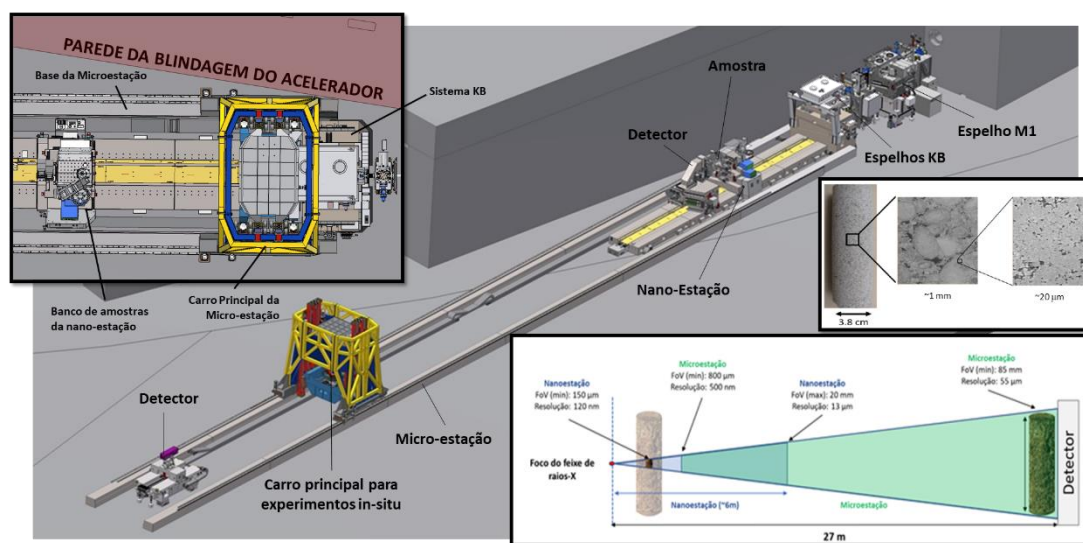


Figura 33: Projeto das estações experimentais da linha mogno (centro), com sobreposição de curso longitudinal e resolução de experimento (canto inferior direito) evidenciando restrições de volume com o prédio do acelerador (canto superior esquerdo).

Sistema de Troca Rápida e Automatizada de Amostras: A primeira fase da linha mogno tem como objetivo principal a realização de múltiplas microtomografia de 1 segundo com troca automatizada de amostras, através do um sistema robótico ilustrado na Figura 34. Dado o requisito de resolução máxima de 500 nm da micro estação, a estrutura do carro principal desta estação deve garantir estabilidade suficiente e ser robusta aos distúrbios causados pelo próprio experimento de tomografia que implica em rotacionar amostras em tipicamente uma rotação por segundo.

¹⁸ N. L. Archilha et al., “MOGNO, the nano and microtomography beamline at Sirius, the Brazilian synchrotron light source,” J. Phys.: Conf. Ser. - Accepted (2022).

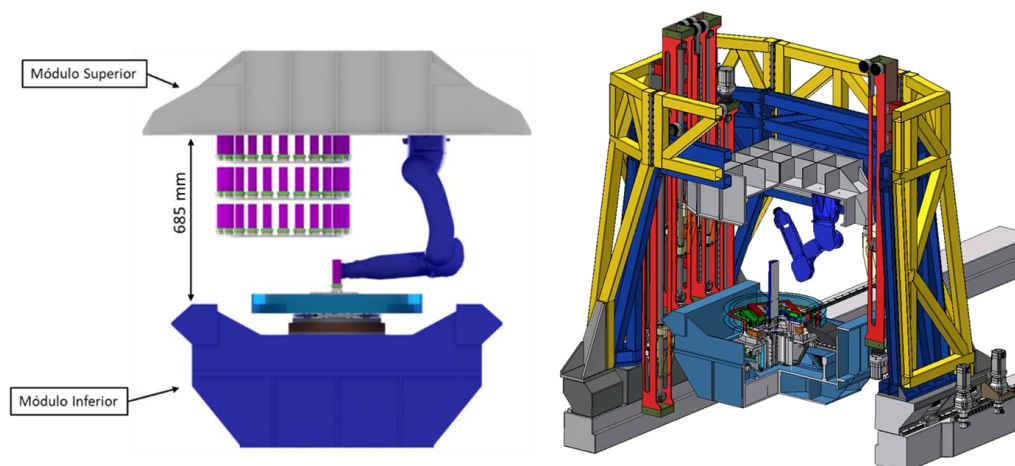


Figura 34: Conceito para o projeto da primeira fase do micro estação da MOGNO, com braço robótico para carregamento rápido de amostras, bem como a representação do magazine com capacidade de múltiplas amostras.

Experimentos *In situ* em Condições de Reservatório: Na segunda fase, o objetivo principal é a realização de múltiplas tomografias em sequência (com capacidade de até 8 tomografias por segundo, mas tipicamente 2 tomografias por segundo), para realizar experimentos com resolução temporal em condições de temperatura e pressão de reservatórios de petróleo do pré-sal. Como os sistemas de amostra podem pesar até 30 kg, atingindo temperaturas de até 90 °C, e pressões de até 70 MPa, e a resolução alvo dessa estação é da ordem de 500 nm, esta fase de projeto apresenta desafios substanciais de engenharia, exigindo fases de teste e validação de novos equipamentos como uniões rotativas, sensores de pressão, novos sistemas de injeção, bem como um sistema inovador de autobalanceamento de amostras. Este sistema tem a função de mitigar as forças de reação severas causadas pela massa dos sistemas de amostra girando em desbalanceamento durante o experimento de tomografia rápida, o que é estritamente necessário para garantir a estabilidade de posição necessária entre amostra e ótica de nano foco (sistema KB). O projeto deve ter início em 2023, com uma duração de 4 anos, marcando o início do comissionamento deste sistema de amostras para 2025. A Figura 35 mostra o conceito desta estação de amostras, bem como a inclusão de seus módulos no carro principal da nano estação, de maneira intercambiável com os módulos da primeira fase.

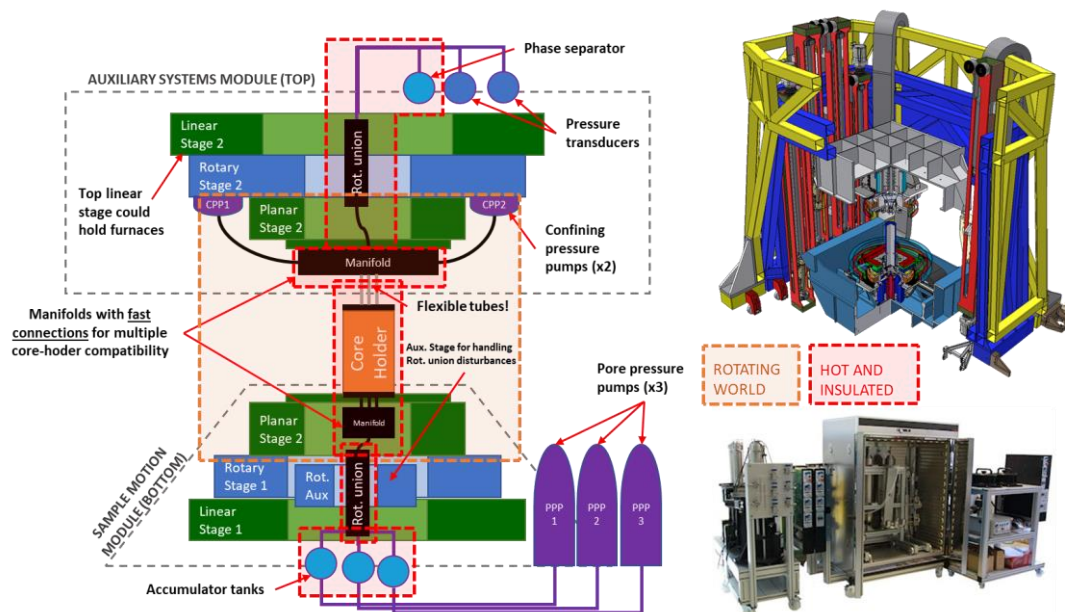


Figura 35: Esquemático da segunda fase da micro estação da MOGNO (esquerda) com conceito para sistemas de experimento adaptados ao carro principal da estação e imagem de estação de laboratório típica para a realização de experimentos em bancada, fora do ambiente síncrotron (direita).

Ambientes de Amostras para a Estação TARUMÃ

Células Solares Perovskitas: Estudos *In situ* e *Operando* : As fontes de luz síncrotron apresentam condições únicas para a ciência da matéria condensada, permitindo avanços na caracterização de novos materiais, incluindo pesquisas de fronteira para a produção de energia sustentável. No período corrente foi desenvolvido e comissionado um novo porta-amostras de precisão (Figura 36) para estudos *in-situ* e *operando* de células solares inteiras de perovskita na nanossonda de varredura de raios-X TARUMÃ na linha de luz CARNAÚBA. Para aquecimento localizado com controle de temperatura entre 24 e 300°C, desenvolveu-se o conceito de um chip com um aquecedor resistivo e um sensor de temperatura depositados via litografia diretamente no substrato de dispositivo solar (Figura 36a). Isso permite a simulação das condições de trabalho e processo durante as medidas com raios-X, mantendo a compatibilidade com o processo de fabricação do dispositivo solar. O chip é montado em um suporte especial de alta rigidez via estruturas elásticas, sendo projetado de acordo com princípios de engenharia de precisão visando alta estabilidade de posição, desacoplamento térmico e minimização de deriva térmica. Iluminação local pode ser feita com um LED com espectro que simula a incidência de irradiação solar (Figura 36b e Figura 36f), enquanto a umidade do ar pode ser controlada por purga de nitrogênio com feedback de sensor de umidade embutido (Figura 36b e Figura 36c). A integração miniaturizada de placas de circuito impresso e o uso de pinos elétricos com retorno por mola se mostraram essenciais para essa aplicação (Figura 36b e Figura 36e), com grande potencial de ganho de flexibilidade e robustez para sistemas de linhas de luz. O sistema já se encontra disponível para a linha de luz, tendo-se validado a compatibilidade da solução também com os requisitos de posicionamento de escaneamento rápido em nível nanométrico.

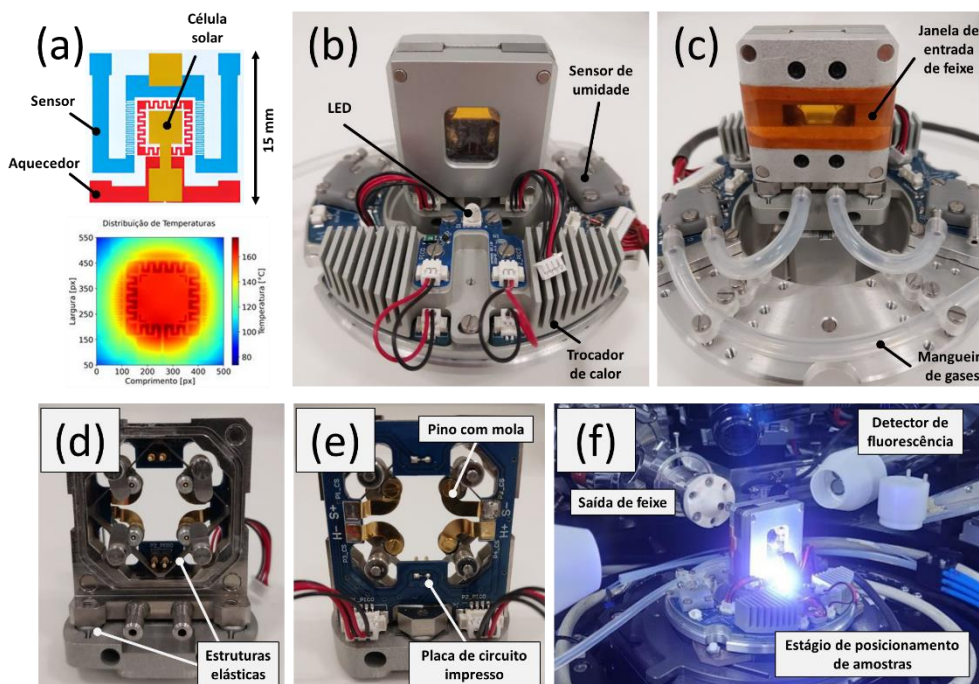


Figura 36: Ambiente de amostras para estudos de células solares perovskitas: (a) esquemático dos circuitos de platina e da célula solar e mapa de temperatura; (b) – (e) montagem mecânica com indicação de alguns dos principais elementos; e (f) em operação na linha de luz.

Rizomicrocosmo - Estudos da Interação entre Raízes e Solos: Explorando as capacidades multimodais e a versatilidade referente à movimentação e ao espaço físico disponível para ambientes de amostras da estação experimental TARUMÃ na linha de luz CARNAÚBA, um setup inédito vem sendo desenvolvido para estudos da interação físico-química entre raízes vivas e solo. Denominado *Rhizomicrocosm*^{19,20}, ele compreende um sistema de emulação ambiental, onde temperatura, umidade, intensidade de luz e composição do ar podem ser controladas enquanto uma única raiz cresce dentro de um capilar de 1 a 3 mm de diâmetro para permitir penetração suficiente da nanosonda de raios-X, bem como sinais suficientes de transmissão, difração e fluorescência. Apesar do ineditismo da proposta e dos desafios relacionados à variabilidade intrínseca de sistemas biológicos, o projeto apresentado nas Figura 37a-c é resultado da aplicação de metodologias sistemáticas e princípios de engenharia de precisão para maximizar o desempenho térmico e dinâmico do aparato experimental, de modo a permitir mapeamento bidimensionais e imagens tomográficas com resoluções sub-micrométricas, como demonstrado na Figura 37d. No período corrente, foram realizadas as primeiras provas de conceito com amostras de trigo e o protótipo funcional da Figura 37c na linha de luz. O componente definitivo das Figura 37a-b acaba de ser integrado e os primeiros experimentos, potencialmente já explorando outras plantas, são esperados para o primeiro semestre de 2023.

¹⁹ Hesterberg, D. et al., “Development of a Rhizomicrocosm for In-vivo, 4D Imaging of Rhizosphere Processes Around an Isolated Root”, 19th Intern. Plant Nutrition Colloquium (IPNC2022) (2022).

²⁰ Lena, F. R. et al. “The Rhizomicrocosm in-vivo XFCT sample environment at the TARUMÃ station”, 3rd Agroenviro Workshop (2022); doi: 10.13140/RG.2.2.30673.61280.

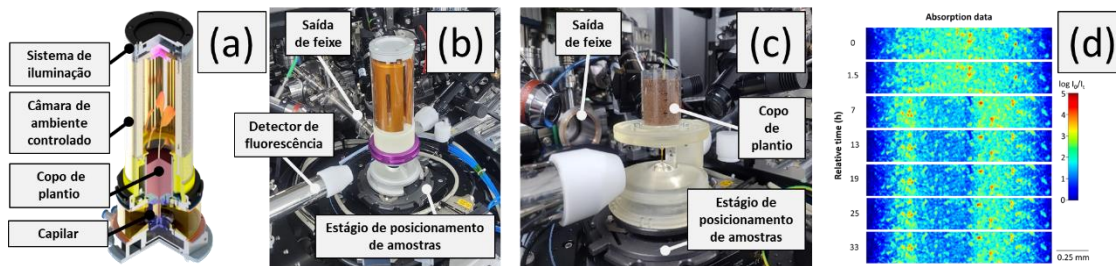


Figura 37: Ambiente de amostras para estudos de interação entre raízes e solo: (a) modelo CAD indicando os principais subsistemas do Rhizomicocosm; (b) montagem do componente na estação TARUMÃ; (c) montagem do protótipo funcional na estação TARUMÃ; e (d) rastreamento temporal (33 horas) do movimento de partículas do solo junto a uma raiz trigo em crescimento a partir de imagens panorâmicas 2D.

Manipulação e Transferência de Amostras para a Estação SAPOTI

A estação de nano foco SAPOTI²¹ será a segunda estação experimental a ser instalada na linha de luz CARNAÚBA no Sirius, com previsão de início de comissionamento com feixe de raios-X em dezembro de 2023. Como ilustrado de maneira simplificada na Figura 38a, ela é composta por um conjunto de submódulos intrinsecamente interdependentes, que, dentre muitos outros, vão do posicionamento básico do instrumento em relação ao feixe de raios-X (por meio da bancada de granito) ao conjunto de detectores para análises multimodais, passando pelo condicionamento e alinhamento dos espelhos de nano focalização (não mostrados) em ultra-alto vácuo na câmara principal, e pelo condicionamento criogênico das amostras tanto no estágio de varredura na câmara principal como em uma câmara de carregamento.

No período corrente, os principais esforços de projeto foram relacionados à evolução dos projetos global e detalhado da câmara de carregamento, mostrada na Figura 38b, que, por sua vez, dependeu de “projetos satélites” para estudos de soluções incluindo: isolamento e amortecimento de vibrações de bombas de vácuo turbo-moleculares; isolamento mecânico e condicionamento térmico de refrigeradores do tipo *pulse tube*; personalização de válvulas para separação de ambientes evacuados; transferência de amostras; e segurança de operação e sistemas redundantes. As compras e as execuções relacionadas à câmara de carregamento e seus componentes estão em andamento e devem ser concluídas no primeiro semestre de 2023. Outras compras de maior impacto, como a bancada de granito e a câmara de vácuo principal, que tinham seus projetos mais adiantados foram também encaminhadas neste semestre.

²¹ Geraldles, R. R. et al. “The High-Dynamic Cryogenic Sample Stage for SAPOTI/CARNAÚBA at Sirius/LNLS”, Proc. 15th Intern. Conf. on X-ray Microscopy (XRM2022) – Em revisão (2022).

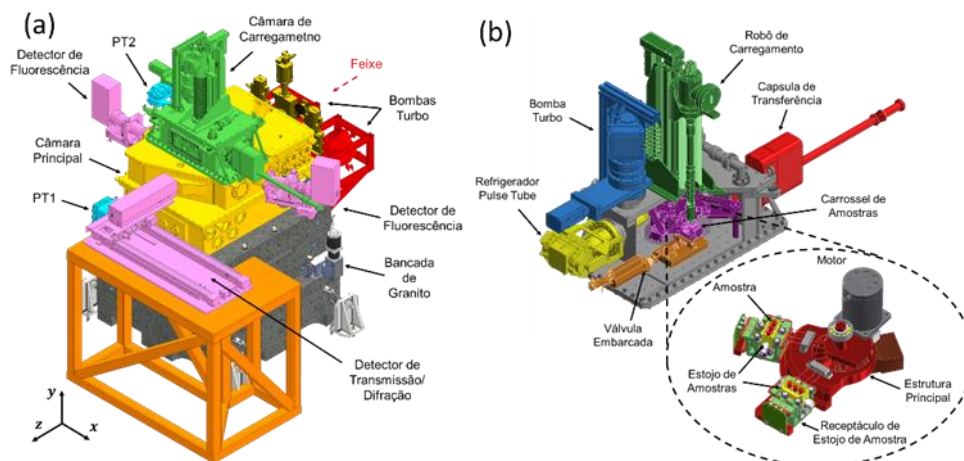


Figura 38: Modelos CAD da estação experimental SAPOTI: (a) estação completa com alguns de seus submódulos; e (b) câmara de carregamento e armazenamento criogênico de amostras (em corte e com destaque para o carrossel de armazenamento de amostras).

Em relação ao estágio de posicionamento e varredura de amostras, um dos principais desenvolvimentos da estação SAPOTI, construído em parceria com a consultoria holandesa MI-Partners para permitir funcionalidades de posicionamento e térmicas inéditas para as amostras, os trabalhos do período foram associados ao início de operação para comissionamento em bancada. Do ponto de vista mecatrônico, os resultados obtidos demonstraram o nível de estabilidade de posicionamento especificado da ordem de 1 nm, como ilustrado na Figura 39. Junto à formação de uma nova equipe para operação desse tipo de sistema com controle avançado (após a saída de membros experientes), os próximos passos incluem a execução de procedimentos como inicialização refinada, transferência de amostras, e trajetórias avançadas. Do ponto de vista térmico, no entanto, a validação criogênica, apresentada na Figura 40, encontrou limitações práticas, com a temperatura da amostra atingindo apenas 135 K, em vez dos 90 K de projeto. Isso foi devido em parte a condições não ideais do setup temporário disponível, mas também a divergências de parâmetros térmicos em relação aos valores originais esperados, que precisaram ser atualizados para uma correspondência compatível com as medidas (*model fitting*). Isso levou a uma revisão do circuito de refrigeração, com retrabalhos em andamento para revalidação no primeiro semestre de 2023.

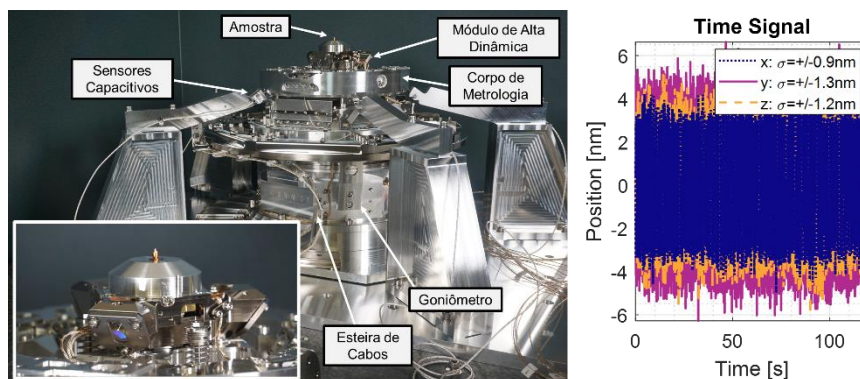


Figura 39: Estágio de posicionamento e varredura de amostras da SAPOTI em montagem temporária em sala de metrologia (esquerda) e resultados de estabilidade de posição com controle fechado nos três eixos com desvio padrão da ordem de 1 nm, conforme especificações (direita).

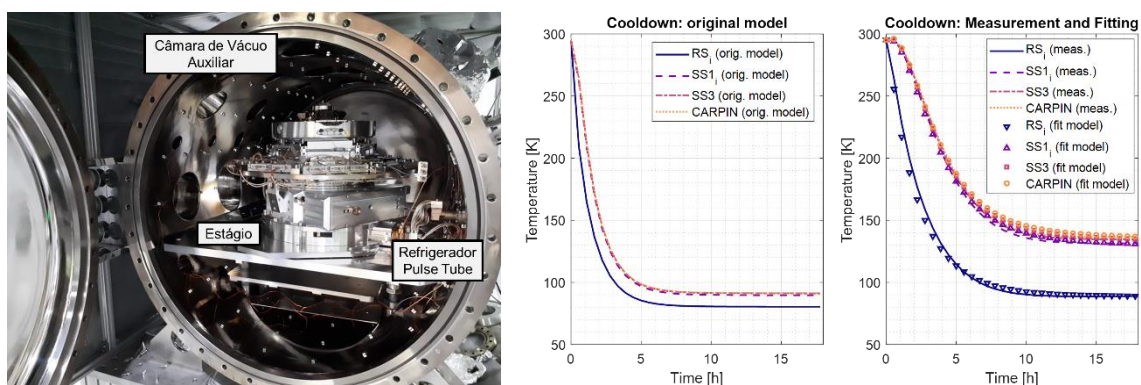


Figura 40: Esquerda: Estágio de posicionamento e varredura de amostras da SAPOTI em montagem temporária em câmara de vácuo para validação térmica. Direita: comparação de valores de temperatura para diferentes componentes do estágio, primeiramente de acordo com modelo térmico preditivo original e depois com resultado experimental e parâmetros de modelo atualizados.

Novos Métodos

Montagem Assistida e Stitching

Para garantir a qualidade final do feixe disponível, vários parâmetros de um espelho devem ser considerados e exaustivamente avaliados durante especificação, projeto e montagem, como por exemplo a estabilidade final do conjunto, alinhamento do sistema, deformações induzidas por fixação do espelho e os erros da superfície óptica, entre outras. A validação desses parâmetros é um grande desafio, que puxa os limites das ferramentas de metrologia óptica já existentes até o momento no LNLS, e se faz imprescindível o desenvolvimento um novo método²² para medida com resolução nanométrica da superfície óptica de espelhos longos e curvados.

Para suprir essa necessidade, o desenvolvimento do método de *stitching* através de medidas do interferômetro de Fizeau busca reconstruir a imagem de superfícies ópticas maiores do que a lente do equipamento. Um sistema de movimentação permite varrer a face óptica em até 300mm na frente do interferômetro, de forma que ele realize a aquisição de várias pequenas regiões ao longo do espelho. Essas regiões, que compartilham uma área em comum, são sobrepostas sequencialmente até a reconstrução completa da superfície, de forma a compensar os desalinhamentos do setup e remover os erros intrínsecos da lente de referência. Assim, é possível determinar os parâmetros da qualidade da superfície, como curvatura, erros de altura e de inclinação, e avaliar as deformações de baixa frequência.

No último período, a entrega da primeira versão desta metodologia já beneficiou a validação de espelhos cilíndricos da linha CEDRO, monocromador PGM e espelhos da linha SABIA, e na montagem e validação dos espelhos KB da linha MOGNO, como mostrado na Figura 41, onde foi crucial para o alinhamento fino do conjunto de espelhos. Este método ainda será

²² Y. R. Tonin et al., "Dimensional and optical metrology of ultra-stable exactly-constrained KB mirror sets", Proc. SPIE 12240, 122400F; doi: 10.1117/12.2633679 (2022).

utilizado para a validação de forma de espelhos longos de novas linhas e estações experimentais previstas.

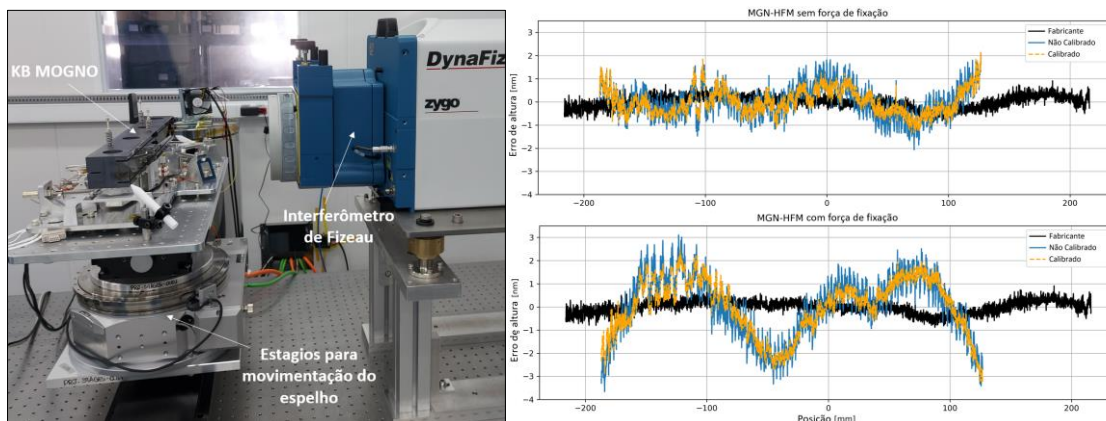


Figura 41: A esquerda temos a montagem atual utilizada para medida dos espelhos, durante a medida do espelho KB horizontal da linha MOGNO. A direita temos os resultados obtidos para essa medida, avaliando a deformação imposta pela fixação do espelho e uma comparação com o dado medido pelo fabricante.

Para se obter os resultados mostrados, vários desafios foram transpostos. Dentre eles, o cálculo com matrizes muito extensas (dezenas de GB) tornou necessário utilizar o processamento paralelo dos dados para diminuir o tempo de processamento. Além disso, a integração dos estágios de movimentação com o interferômetro é responsável pelo alinhamento automático das franjas de difração, permitindo a automatização da medida e, consequentemente, melhor eficiência no tempo de execução do procedimento. Para o próximo período, um novo sistema de movimentação está sendo planejado, que possibilitará a varredura de uma área maior e com mais precisão no alinhamento das superfícies. Outra melhoria é o desenvolvimento de um novo algoritmo para possibilitar o *stitching* em duas dimensões e viabilizar a medida de curvaturas sagitais.

Diagnóstico e Alinhamento de Espelhos KB

O alinhamento fino de espelhos do tipo Kirkpatrick-Baez (KB) é essencial para obter um foco de poucos nanômetros em linhas de luz como a CARNAÚBA (40 - 120 nm). Para garantir que os espelhos estejam alinhados dentro das apertadas tolerâncias (< 1 micro radiano), foi desenvolvido um método de diagnóstico de feixe, utilizando a reconstrução do feixe por pticografia e polinômios de Zernike para medir quais aberrações estão presentes no sistema óptico, e assim determinar qual a correção necessária no alinhamento dos espelhos²³. Resultados de simulação e experimentais, na CARNAÚBA, mostraram que é possível medir as aberrações com sensibilidade suficiente para garantir um alinhamento dentro do critério de Maréchal ($RMS < \lambda/14$) – veja a Figura 42. Além disso, testes com o uso de Redes Neurais (RN) para identificação de desalinhamentos, em estados com vários graus de liberdade desalinhados simultaneamente, foram feitos a partir de dados simulados. As redes neurais conseguiram

²³ Luiz, S. A. L., “Diagnóstico de feixe de raios X usando pticografia para alinhamento de elementos ópticos”. Dissertação (Mestrado em Física), Instituto de Física Gleb Wataghin, Universidade Estadual de Campinas (2022).

identificar os erros de desalinhamento em todos os eixos com um erro médio de 1.6%²⁴, o que pode possibilitar o uso dessas ferramentas para automatizar o alinhamento dos espelhos, possivelmente em uma única iteração, diminuindo assim drasticamente o tempo gasto com alinhamento. Esta etapa será explorada nos próximos meses na estação TARUMÃ da linha CARNAÚBA, e servirá de preparação para o alinhamento dos espelhos na estação SAPOTI da mesma linha, que entrará em operação em aproximadamente um ano e será mais desafiadora por ter um foco menor.

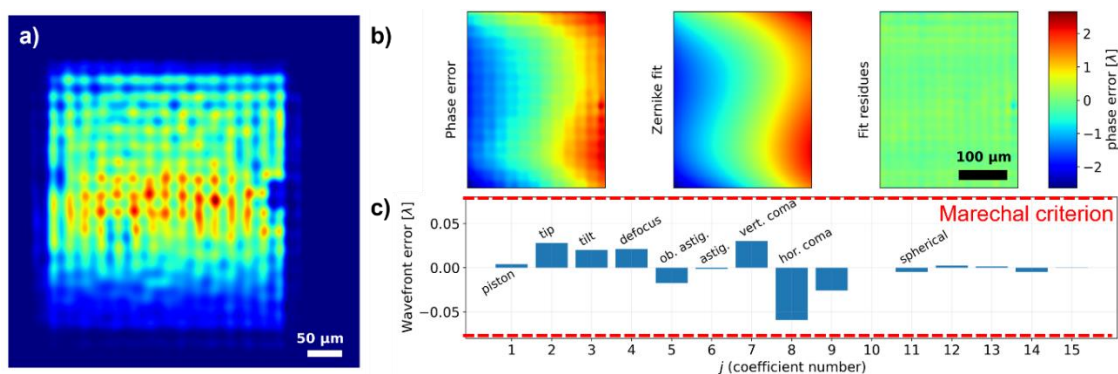


Figura 42: Medida das aberrações ópticas na linha CARNAÚBA. (a) Intensidade do feixe no pupilo de saída do espelho KB; (b) Erro de fase e decomposição em polinômios de Zernike; (c) Coeficientes de Zernike e respectivas aberrações.

Ondas de raios X congeladas (XFW)

Utilizando uma óptica especialmente projetada, é possível criar um feixe de luz que é não-difrativo em uma longa região do espaço. Isso significa que é possível aumentar significativamente a profundidade de foco de um feixe, o que pode ser muito vantajoso para uma linha de luz, reduzindo drasticamente o tempo necessário para alinhar a amostra no foco. Feixes não-difrativos, ou “ondas congeladas” (FW), já foram demonstradas experimentalmente na região do visível; neste projeto, o objetivo é fazer a primeira demonstração desse tipo de feixe com raios-X duros, visando inicialmente a aplicação na linha de luz EMA. Este tipo de óptica é uma variação das *Fresnel Zone Plates* (FZP), que são amplamente utilizadas em síncrotrons. O método de fabricação de uma FZP padrão ou modificada é o mesmo, então dominar essa tecnologia nos permite também fabricar este tipo de óptica para outras linhas do Sirius. A primeira fase do projeto envolve usar simulações analíticas e numéricas, com programas de propagação de ondas, para projetar um sistema óptico capaz de produzir esse tipo de feixe na região de raios-X e publicar um artigo teórico. Na fase seguinte, iremos fabricar os dispositivos necessários e fazer a demonstração experimental. Os resultados de simulação mostram que é possível obter uma profundidade de foco de pelo menos 100 mm para um feixe de 6.2 keV com 320 nanômetros de diâmetro. Isso é no mínimo 20 vezes maior do que usando espelhos convencionais de mesmo tamanho focal (veja a Figura 43). A preparação do artigo para publicação está em andamento e será finalizado em breve, o que permitirá o início da segunda fase do projeto.

²⁴ Luiz, S. A. L. et al, “Diagnostics of KB mirrors misalignment using Zernike rectangular polynomials and neural networks”, Proc. SPIE 12240, 1224003; doi:10.1117/12.2633614 (2022).

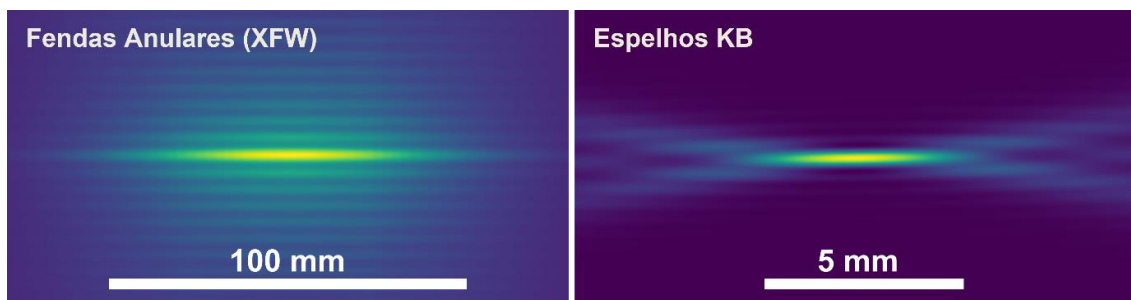


Figura 43: Comparação da profundidade de foco de um sistema óptico com fendas anulares (XFW) e um sistema de espelhos KBs equivalente. O tamanho do foco é 320 nm FWHM em ambos os casos.

Limpeza de Elementos Ópticos

Foram desenvolvidos protocolos de inspeção óptica no recebimento de uma nova óptica chega do fornecedor e após o uso/contaminação (como reuso de óptica antigas do acelerador UVX). O protocolo de inspeção contém duas etapas e envolve o uso de uma lâmpada Hammer e interferômetro de Fizeau para uma análise qualitativa.

Como sequência do processo de tratamento de uma ótica usada e contaminada, foi desenvolvido um processo de limpeza, especialmente quando há partículas "coladas" na superfície, que não podem ser sopradas com N_2 . O protocolo para limpar essas ópticas na sala de limpeza do laboratório LNNano envolve uma sequência de substâncias como di-água, N_2 goso, acetona e metil-álcool em uma sequência de aplicação e remoção validada. Este protocolo foi usado com sucesso para muitos espelhos e cristais UVX, como ilustrado na Figura 44. No entanto, este protocolo não deve ser usado para óptica revestida com Au, Ni ou multicamadas.

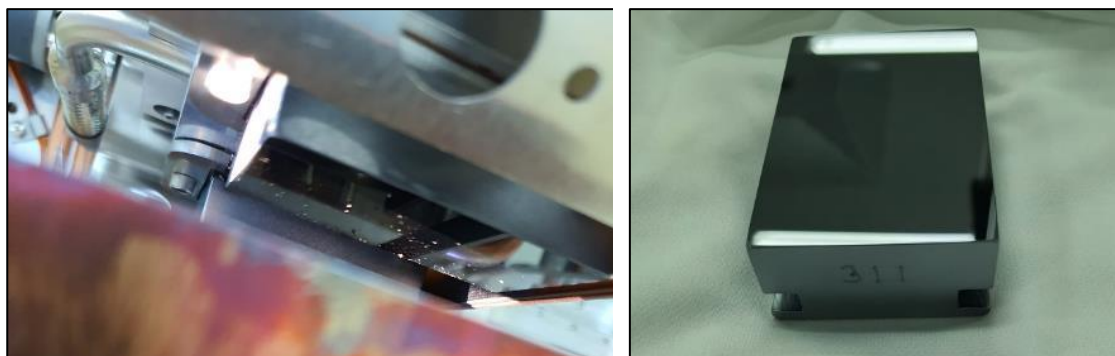


Figura 44: Cristal DCM de linha de feixe XDS (esquerda), cristal limpo para ser usado na linha de feixe PAINEIRA (direita).

Na faixa de raios-X macias a contaminação de carbono na óptica causa perdas drásticas de intensidade (Figura 45). Na linha de luz IPÊ vemos claramente uma região escura onde o feixe bateu através da visão (Figura 46). Como a linha de vigas IPÊ está agora sob comissionamento de um método de limpeza *in situ* foi adotado. Optamos pela limpeza *in situ* O₂ porque todos os equipamentos necessários estão disponíveis internamente. Figura 47 mostra o esquema do sistema de alimentação O₂ e do sistema instalado no espelho IPE-M1. A pressão parcial de oxigênio e o espectro residual de gás dentro da câmara M1 são monitorados (RGA e vácuo).

Durante a operação de limpeza o fluxo é continuamente medido e após cada etapa de limpeza o espectro ao longo da borda de carbono é medido. Devido aos atrasos na instalação do fornecimento e controles da O2 de outros componentes da linha de trave, acabamos de iniciar os testes do sistema de limpeza e, portanto, ainda não pudemos informar os resultados. Uma alternativa no método de limpeza situ é a limpeza hf-plasma, conforme implementado no BESSYII²⁵

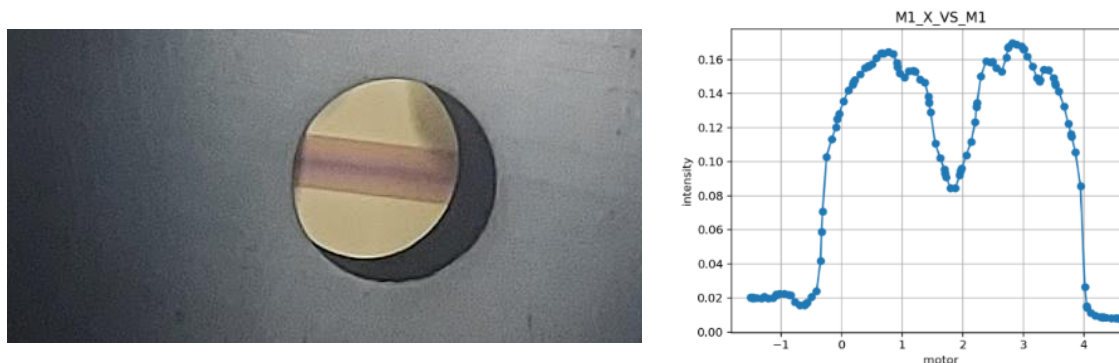


Figura 45: Pegada de carbono no IPE-M1 (esquerda) e perfil de intensidade medido (à direita).



Figura 46: Pegada de carbono na óptica PGM: IPE-M1 (esquerda) e IPE-GR (direita).

Na operação de linhas de raios-X macias, é desejável minimizar a contaminação de carbono desde o início. Isso pode ser feito implementando protocolos rigorosos para fabricação de peças, limpeza e montagem dos sistemas de espelho e monocromador. Por exemplo, a superfície do espelho não deve ver peças feitas diretamente de alumínio^{26 27}. O grupo de vácuo realizou teste de contaminação de carbono das luvas usadas durante a montagem da máquina Sirius e identificou que a menor contaminação de carbono durante o processo de montagem foi por luvas de polietileno. Agora essas luvas são para todo o processo de montagem de componentes de linha de vigas e no laboratório de metrologia óptica e mecânica.

²⁵ F. Eggenstein et.al., Proc. SPIE 10385, Avanços em Metrologia para Raios-X e Óptica EUV VII, 1038505 (2017), <https://doi.org/10.1117/12.2272967>

²⁶A. Toyoshima et. Al., J. Synchrotron Rad. (2012). 19, 722-727, <https://doi.org/10.1107/S0909049512024971>

²⁷H. Ohashi et. Al., Revisão de Instrumentos Científicos 90, 021704 (2019), <https://doi.org/10.1063/1.5063262>

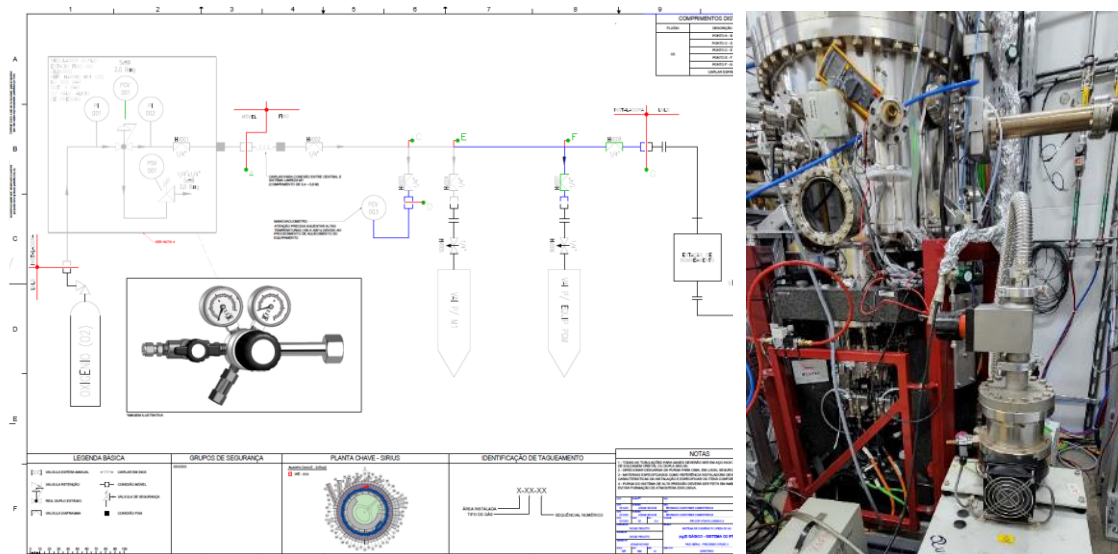


Figura 47: Esquema do sistema de alimentação O₂ (à esquerda), sistema de alimentação O₂ instalado no IPE-M1 (à direita)

Sistemas de Controle

Sincronização Ondulador-Monocromador

A sincronização de diferentes elementos de atuação e medição de uma linha de luz é um desafio intrínseco ao aprimoramento e otimização da utilização do feixe do Sirius, adicionando velocidade e maiores taxas de repetição aos experimentos. Neste contexto, em diversas linhas está implementado o TATU (*Time And Trigger Unit*) que permite a sincronização destes elementos através de disparos elétricos sincronizados/programáveis. No entanto, não são todos os componentes que estão preparados para esta arquitetura de sincronismo, como por exemplo o Ondulador KYMA na linha EMA²⁸, fundamental para experimentos com varredura em energia e movimentos coordenados com o HD-DCM. Para viabilizar estas movimentações coordenadas foi desenvolvida uma metodologia baseada no *streaming* em tempo real dos parâmetros de trajetória do Ondulador para o HD-DCM, que atua com seguidor, conforme diagrama apresentado na Figura 48.

²⁸ Geraldles, R. R. et al. "Fly-Scan-Oriented Motion Analyses and Upgraded Beamline Integration Architecture for the High-Dynamic Double-Crystal Monochromator at Sirius/LNLS", J. Synchrotron Rad. - Aceito (2022), doi:10.1107/S1600577522010724.

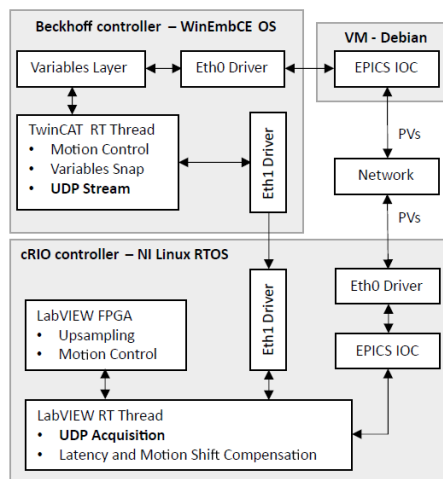


Figura 48: Topologia de coordenação distribuída de componentes aplicada na linha EMA entre Ondulador (controlador Beckhoff) e HD-DCM (controlador cRIO).

Vide que o controle de posição do Ondulador tem precisão na ordem de micrometros e taxa de atualização de 1 kHz, e o HD-DCM precisão na ordem de nanômetros e taxa de 20 kHz, conjuntamente com o desafio de estarem há uma distância de aproximadamente 30 metros. Algoritmos de compensação de latência, sincronização e interpolação de trajetória foram implementados no controlador do HD-DCM.

Os resultados da implementação, exibidos na Figura 49, demonstraram que para uma varredura em energia de 200 eV/s a 13.2-14.2 KeV, o HD-DCM comprovou sua robustez a ruídos introduzidos pelo atual Ondulador, apresentando uma estabilidade RMS de 19 nrad neste modo acoplado, quando em modo desacoplado é 10 nrad para o Rx do shortstroke. Além disso, o erro relativo de trajetória $\pm 3 \mu\text{m}$ entre ondulador e monocromador ficou dentro dos limites de estabilidade em posição e intensidade estipulados para o feixe na estação experimental no pior caso ($\pm 4 \mu\text{m}$).

Novos módulos de E/S para o controlador Beckhoff foram adquiridos para adequar o Ondulador à arquitetura padrão de sincronismo das linhas do Sirius, deixando de fazer streaming de trajetória e adotando disparo de sinais via TATU. Essa nova abordagem deve reduzir ainda mais ruído injetado pelo ondulador no controle do monocromador, permitindo novos ganhos de estabilidade. Essas atividades estão previstas para o primeiro semestre de 2023 para este sistema da linha EMA e essa nova estratégia de integração já está sendo considerada para um conjunto de onduladores comerciais em processo de aquisição para outras linhas.

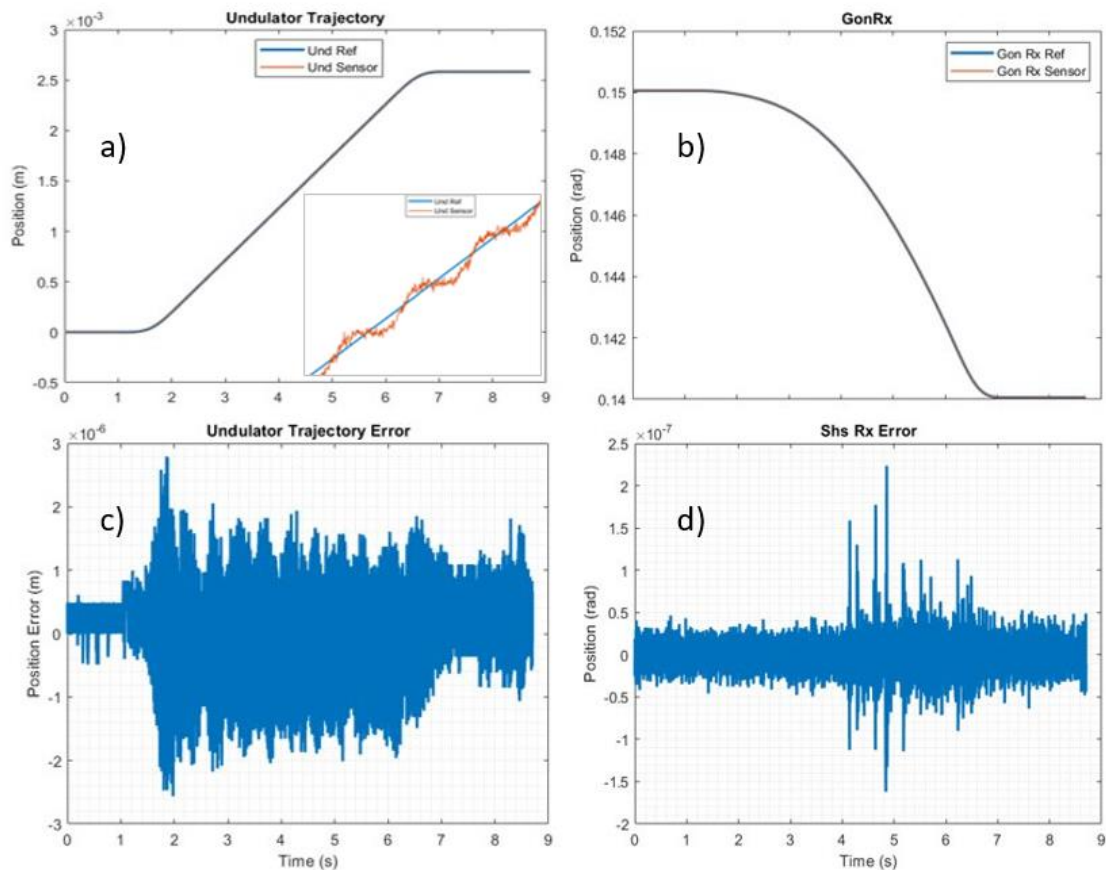


Figura 49: Resultado do comissionamento - (a) trajetória versus movimento real do ondulador, (b) trajetória (após algoritmo de conversão) versus movimento real do goniômetro do HD-DCM, (c) erro de movimento do ondulador e (d) erro de movimento do shortstroke (subsistema no qual são acoplados os cristais) do HD-DCM.

Controle de Peltiers para Estabilização Térmica

Controladores de temperatura utilizando módulos Peltier foram adicionados aos espelhos M1 da linha CARCARÁ e KB da MOGNO²⁹. O controle de temperatura tem o objetivo de minimizar efeitos de dilatação térmica do suporte e espelhos devido a variações de temperatura e de fontes de potência externas, como a incidência do feixe ou a atuação dos motores responsáveis por posicionar o espelho. Essas variações térmicas podem causar movimentações indesejadas do espelho e variações nas leituras dos sensores de posição. Foram utilizados módulos Peltier, por serem capazes de fornecer e retirar calor de maneira controlada, permitindo mais flexibilidade de ajuste no sistema, além de evitarem a necessidade do uso de refrigeração a água, que poderia induzir vibrações no sistema. O módulo Peltier fica fixado externamente a câmara de vácuo, tendo seu calor transferido através de uma trança de cobre para o suporte do espelho. Esse design facilita a manutenção em caso de queima do módulo Peltier e evita problemas de degasagem do módulo em UHV, além de desacoplar as vibrações provenientes do sistema de refrigeração nos casos em que se utiliza água ou ar por convecção

²⁹ G.B.Z.L. Moreno et al., "Multi-axis exactly-constrained mirror stages with Peltier cooling for high-flux hard X-ray nanofocusing," in Proc. of EUSPEN- SIG Meeting: Precision Motion Systems & Control: 15th – 16th November 2022

forçada. Foram utilizados controladores do tipo PID para esses sistemas, cujos parâmetros foram definidos a partir de modelos térmicos elaborados em Ansys, Simscape e Simulink³⁰ juntamente com a identificação da planta³¹. Atualmente esse novo método de refrigeração se mostrou muito promissor e passar a ser previsto para um crescente número de sistemas.

Aquisição e processamento de dados

À medida que a ciência da luz síncrotron avança com a quarta geração de anéis de armazenamento, de brilho ordens de magnitude maior que a geração anterior, os detectores de radiação eletromagnética e as instrumentações eletrônicas das linhas de luz devem evoluir constantemente para permitir experimentos cada vez mais rápidos, em ambientes de amostra cada vez mais complexos e com resoluções espaciais sem precedentes. Concomitantemente é essencial que os experimentos possam ser controlados e que grandes volumes de dados gerados possam ser processados de uma forma rápida, amigável e flexível para que o máximo da criatividade humana possa ser exercida na busca da fronteira do conhecimento científico. Os tópicos a seguir descrevem as ações nessas temáticas do longo do último ano.

Detectores de área de raios-X

O LNLS vem desenvolvendo um programa abrangente para construir detectores de área contadores de fótons híbridos para raios-X, utilizando tecnologia do chip Medipix3RX³² em parceria com indústrias locais e institutos de pesquisa. A família PIMEGA de detectores possuem áreas de detecção de até 170x170 mm e 9,4 Megapixels, rodando a taxas de até 2000 imagens por segundo em certas condições. Atualmente, todos estes detectores usam materiais típicos para sensores como Silício (Si) com espessuras de Si 300 μm ou Si 675 μm e o Telureto de Cádmiio (CdTe) com espessura de 1 mm.

Neste ano foram feitas as entregas da fabricação de detectores PIMEGA 540D para as linhas de luz EMA e MANACÁ. Em especial, o detector EMA PIMEGA 540D#3 na linha de luz com primeiras calibrações e testes de imagens. A Figura 50 mostra o detector PIMEGA 540D (#3 – Si – 675mm) instalado na linha EMA e sua primeira reconstrução. A Figura 53 mostra o Detector PIMEGA 540D (#4 – Si – 3005mm) montado e armazenado na sala limpa do grupo de detectores aguardando testes de aceite e calibração.

30 L.M. Volpe et al., “Thermal Model Validation for the Cryogenic Mirror Systems for Sirius/LNLS,” in Proc. of MEDSI2020, doi:10.18429/JACoW-MEDSI2020-WEPC07.

31 J. L. N. Brito et al., “Temperature Control for Beamline Precision Systems of Sirius/LNLS,” in Proc. of ICALEPCS2021, doi:10.18429/JACoW-ICALEPCS2021-WEPV001.

32 CERN - medipix collaboration. (s.d.). Medipix Collaboration website. Obtido de <https://medipix.web.cern.ch/home>

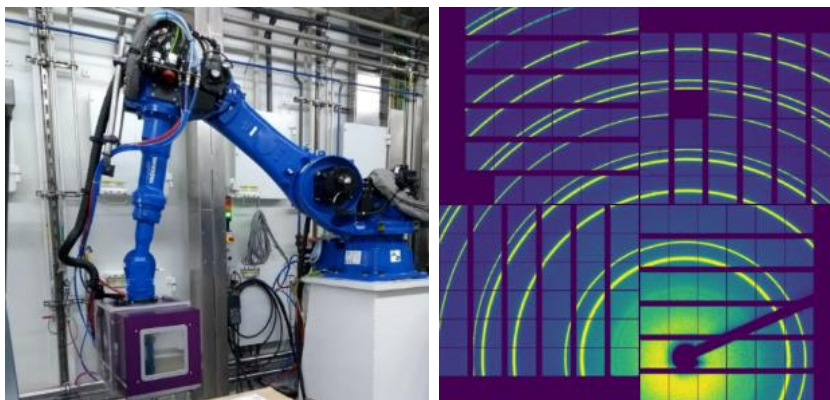


Figura 50 - Detector PIMEGA 540D instalado no braço robótico da estação experimental da linha EMA (à esquerda). Imagem do detector de CeO₂ na EMA em energia de feixe de 25 keV (tempo de aquisição de 1800 segundos, calibração de campo plano e ajustes geométricos nominais (à direita).

Neste período também foram realizados os testes de Aceite do detector para a linha de luz IPÊ (câmera XCAM) em parceria com os engenheiros da empresa fabricante inglesa. Os testes foram realizados nos laboratórios do grupo de detectores e no próximo período serão realizados testes e calibração na estação experimental. A Figura 54 mostra a visão interna da Câmera XCAM e imagens dos testes na sala limpa. Em outubro de 2022 o detector Pimega 450D#1 foi entregue e instalado na linha PAINEIRA, conforme demonstrado na Figura 51



Figura 51: Detector Pimega 450D instalado no difratômetro da PAINEIRA.

Foi também realizada a primeira imagem de difração de raios-X na linha, com amostra de Alumina, com energia de 18.9 keV, demonstrada na Figura 52. As linhas de difração estão bem resolvidas e a imagem já apresenta uma reconstrução geométrica preliminar. Dessa forma, atualmente esse detector encontra-se em fase de calibração e comissionamento.

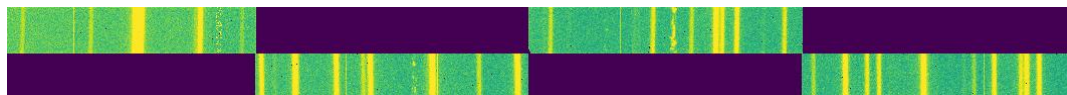


Figura 52: Primeiras imagens de difração de pó, evidenciando as linhas de difração.

Após o fim da etapa de calibração, que está previsto para o mês de janeiro de 2023, o detector estará pronto para utilização em medidas científicas. Assim como o detector Pimega 450D#1, o Pimega 135D#2 possui sensores de Si de 675 μm . Após instalação, esse detector teve seu sistema de refrigeração substituído, e foram realizados testes e calibrações de comissionamento no detector Pimega 135D#2. Neste momento, o mesmo encontra-se pronto para operação na linha MOGNO, sendo capaz de coletar fótons de até 30 keV a taxas de 2000 frames/s.

Em novembro 2022 o detector Pimega 450DS#2 foi entregue pelo fornecedor Pitec. Trata-se de um detector de construção similar ao Pimega 450D da linha PAINEIRA, porém em disposição coplanar e vertical. Esse detector será calibrado ao longo do ano de 2023, a partir de Janeiro, sendo posteriormente instalado na linha EMA. Futuramente, esse equipamento será capaz de coletar dados de difração de pó sob diversas condições de distanciamento em relação às amostras.

O detector Mobipix com sensor de CdTe, entregue e instalado na linha MOGNO, será inicialmente empregado para auxiliar no comissionamento da linha, a partir de varreduras de energia. Esse tipo de operação permitirá que os perfis de energias do feixe sejam corretamente aferidos. Atualmente, este equipamento está em etapa de calibração nos modos específicos que permitem operação de espectroscopia.

As versões de softwares também vêm sendo aprimoradas para melhor desempenho e facilidade na operação, com previsão de término em janeiro de 2023.

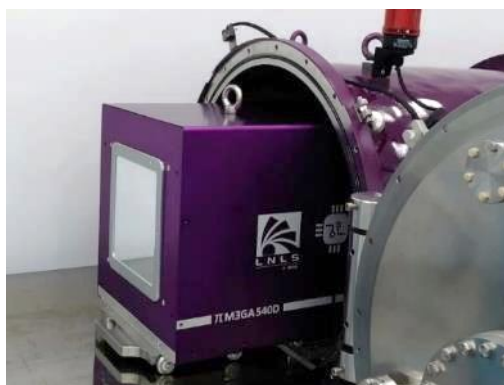


Figura 53 - Detector para a linha de luz MANACÁ (PIMEGA 540D), montado e armazenado na sala limpa do Grupo Detectores, aguardando cronograma de testes de aceite e pré-calibração.

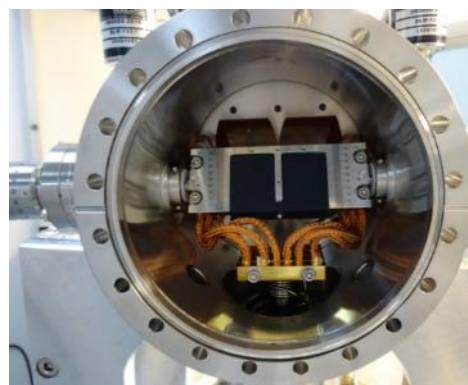


Figura 54 - visão interna da câmera XCAM com os dois chips EMCCD montados em goniômetros com conexões do sistema de resfriamento.).

No contexto de infraestrutura de computação para os detectores, também foram realizadas provas de conceitos e testes técnicos em um novo computador de alta performance (ATOS), o qual foi homologado pelo grupo de detectores para ser usado na coleta de imagens e controle dos detectores para o Sirius.



Figura 55 – Novo Servidor ATOS instalado no laboratório do grupo de detectores para os testes de homologação.

Computação Científica

Para suprir a demanda de visualização, segmentação e reconstrução de imagens advindas de experimentos científicos como Ptychografia, CDI, Tomografia realizados nas Linhas de luz do Sirius, o Grupo de Computação Científica (GCC) do LNLs trabalha intensivamente no desenvolvimento de softwares para processamento de dados em infraestrutura computacional de nó único ou em clusters, visando substituir ou complementar as funcionalidades de ferramentas existentes, sejam elas comerciais ou de código aberto.

Para renderização e visualização de objetos (volumes), um trabalho intenso foi desenvolvido em parceria com a equipe de pesquisa da empresa Nvidia (sediada na Alemanha) através do software Index, que pode renderizar grandes volumes usando várias GPUs (Unidades de processamentos gráficos). O *shader* recém-desenvolvido, com o algoritmo de *ambient occlusion* distribuído em 8 GPUs (DGX do cluster TEPUI – do Sirius), melhorou a experiência do usuário em manipulação de dados e análise semântica de amostras apenas alguns segundos após a aquisição de dados na linha de luz. Um exemplo de uma renderização de volume usando Index/Nvidia³³ é apresentado na Figura 56.

³³ T.V. Spina, D. Alnajjar, M.L. Bernardi, F.S. Furusato, E.X. Miqueles, A.Z. Peixinho - LNLs, Campinas, Brazil and A. Kuhn, M. Nienhaus - NVIDIA, Santa Clara, USA. (2021). RemoteVis: An Efficient Library for Remote Visualization of Large Volumes Using NVIDIA Index. pp. <https://accelconf.web.cern.ch/icalpcs2021/doi/JACoW-ICALPCS2021-FRBL05.html>.

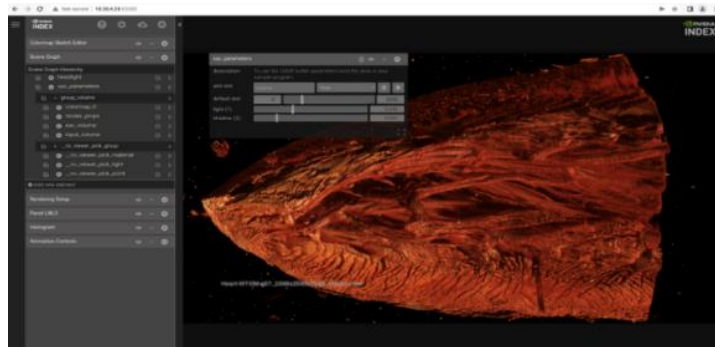


Figura 56 - Renderização de volume de uma amostra de coração de rato. Visão interna de um ventrículo esquerdo dissecado anatomicamente e reforçado por contraste para tomografia síncrotron baseada em absorção na linha de feixe MOGNO.

Como subtema do processamento de imagens, algumas ferramentas de segmentação de imagens como erosão, dilatação, filtragem morfológica, entre outras, foram implementadas utilizando estratégias de programação paralela em um *software* batizado de Annotat3d. O *software* foi desenvolvido pelo grupo de computação científica e tem sido continuamente melhorado. Em um esforço para melhorar a experiência do usuário, um *front-end* web para Annotat3d foi desenvolvido e pode ser visto na Figura 57, onde a anotação da imagem é facilitada usando uma caneta digital em um tablet.

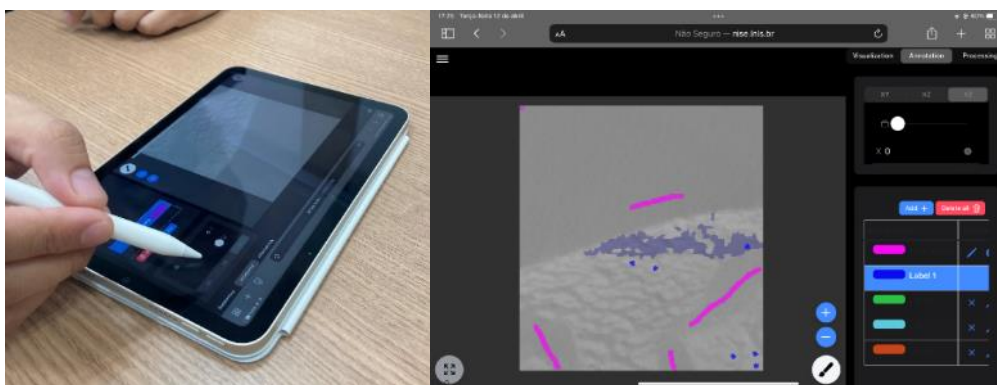


Figura 57 - Um exemplo de anotação de imagem usando o software Annotat3d é apresentado à esquerda e sua interface web correspondente à direita, usando os pacotes de código aberto Ionic/React UI. Neste exemplo, uma rocha digital da linha de raios MOGNO está em análise.

Imagens por microtomografia de transmissão

Foi desenvolvida a extensão das ferramentas computacionais que atendem à linha de luz MOGNO para feixe com geometria cônica, com implicações no uso de memória compartilhada de servidores de alto desempenho. Ao contrário da geometria paralela, onde o objeto tridimensional consiste num empilhamento de imagens, aqui, o método de inversão leva em conta uma quantidade grande de raios que atravessa a amostra, conectando o pixel do detector e a posição da fonte. Para detectores com área de 2048 x 2048 pixels, uma tomografia de 2048 ângulos com feixe cônico requer 128 Petaflops, contrastando com apenas 64 Teraflops do caso paralelo. Atualmente, a implementação da inversão cônica se dá em 40 segundos para volumes

de 2048 x 2048 x 2048 voxels. Este tempo de execução ainda pode ser severamente diminuído com o apelo de estratégias matemáticas que diminuam o tempo de retroprojeção dos pixels medidos. A título de comparação, o caso de geometria paralelo se resolve em aproximadamente 2 segundos para volumes de 2048 x 2048 x 2048 voxels. A Figura 58 apresenta uma reconstrução volumétrica renderizada de um dado medido em outubro na linha MOGNO.

Problemas intrínsecos à tomografia precisam ser otimizados juntos à linha de luz, tais como o alinhamento do centro de rotação com feedback automático da linha, determinação do ponto de intersecção normal junto ao detector e otimização e desenvolvimento de um método próprio à geometria cônica para supressão dos artefatos de anéis. Para além destes desenvolvimentos, métodos superiores de inversão (tipicamente iterativos) estão também em desenvolvimento.

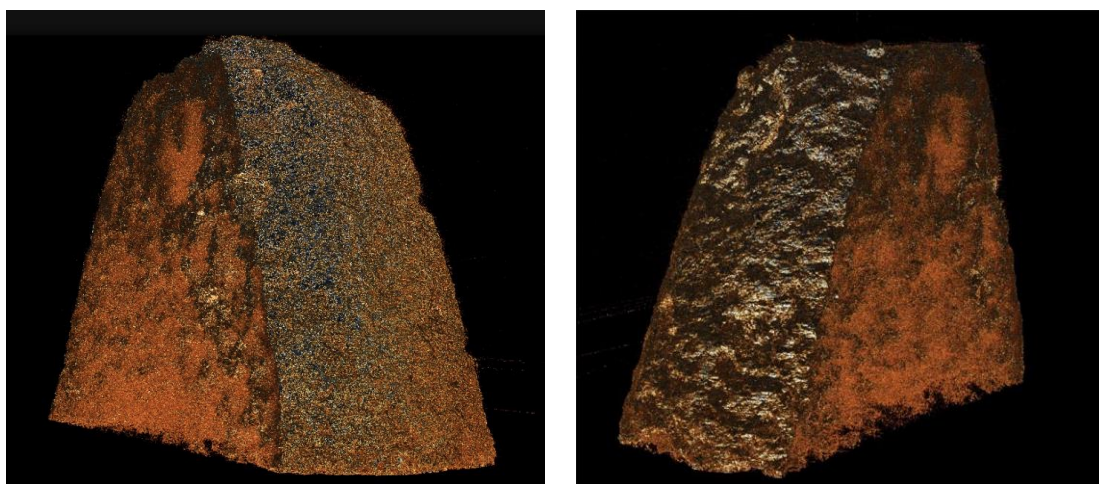


Figura 58: Renderização 3D (Nvidia/Index) de uma reconstrução utilizando feixe-cônico da estação MOGNO.

Imagens por Pticografia

Na área de reconstrução de imagem, pode ser destacado o desenvolvimento de algoritmos para a correção de sinogramas não consistentes nos experimentos de tomografia nas linhas CATERETÊ e CARNAÚBA. usando o método de inversão apropriado. Dois exemplos de sinogramas não consistentes são apresentados na Figura 59 .

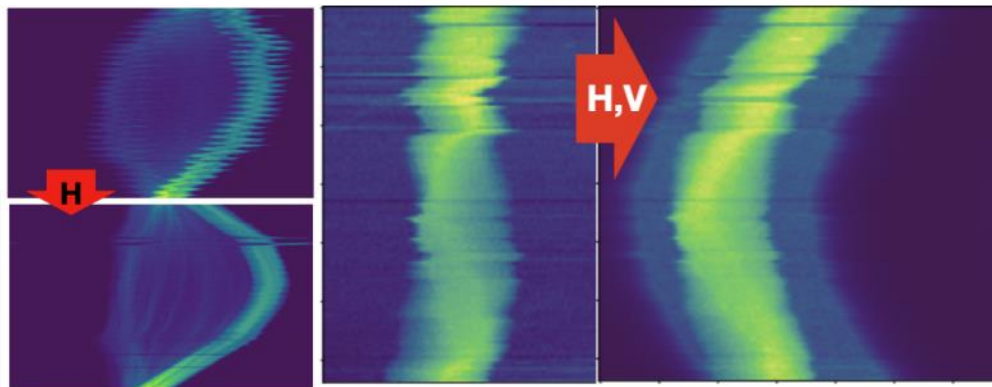


Figura 59 - Dois exemplos de sinogramas não consistentes obtidos nas linhas de feixes CATERETÊ (esquerda) e CARNAÚBA (direita). Após correções algorítmicas horizontais (H) e verticais (V), os dados restaurados podem finalmente ser processados usando o método de inversão apropriado.

O uso destes algoritmos desenvolvidos pelo grupo de computação científica permite que os dados sejam reconstruídos^{34 35 36 37} com qualidade adequada para o processamento final, como mostrados na Figura 60.

34 G. L. Baraldi, C. S. B. Dias, F. M. C. Silva, H. C. N. Tolentino and E. X. Miqueles. (s.d.). Fast reconstruction tools for ptychography at Sirius, the fourth-generation Brazilian synchrotron. *Journal of Applied Crystallography*, p. <https://doi.org/10.1107/S1600576720013886>.

35 Eduardo Miqueles; Patricio Guerrero. (2020). Automatic regularization for tomographic image reconstruction. *Results in Applied Mathematics*, p. <https://doi.org/10.1016/j.rinam.2019.100088>.

36 Eduardo Miqueles; Nikolay Koshev; Elias S. Helou. (2017). A Backprojection Slice Theorem for Tomographic Reconstruction. *IEEE Transactions on Image Processing*, p. <https://doi.org/10.1109/TIP.2017.2766785>.

37 Eduardo X Miqueles, Gilberto Martinez Jr., and Patricio P. Guerrero. (2020). Fast image reconstruction at a synchrotron laboratory. *Proceedings of the 2020 SIAM Conference on Parallel Processing for Scientific Computing (PP)*, p. <https://doi.org/10.1137/1.9781611976137.3>.

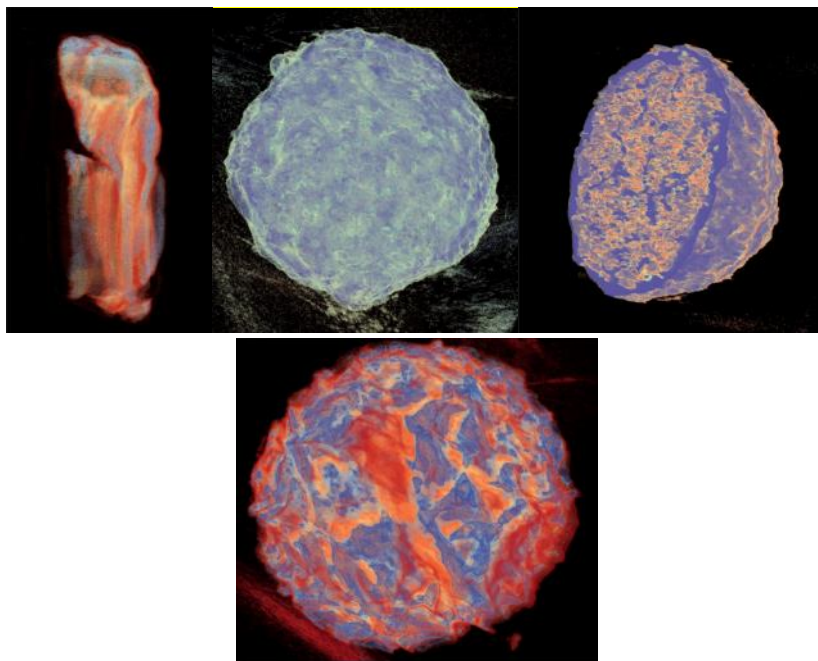


Figura 60 - Exemplos de reconstrução utilizando estratégias combinadas de ptychografia/tomografia, com quatro amostras diferentes (da esquerda para a direita, primeira a terceira amostras são polímeros e a última é uma semente de pólen) e utilizando dados medidos na linha de feixe CATERETÊ. Todas essas imagens tridimensionais foram obtidas utilizando-se o software Index/Nvidia e o shader de ambient-occlusion.

A realização de experimentos utilizando o detector PIMEGA gera um grande volume de dados que precisam ser pré-processados para a efetiva reconstrução final de imagens. O processo de restauração de imagens é feito por algoritmos capazes de organizar os dados advindos do detector de maneira a considerar todos os aspectos físicos e geométricos dos chips de detecção.

A imagem restaurada é utilizada para toda coleta e análise de dados em execução na linha de luz (ptychografia, tomografia, difração, dentre outros). A abordagem atualmente em estudo é avaliar o erro quadrático (norma L2) das medidas do anel de uma amostra de cristal conhecida, conforme ilustrado na Figura 61.

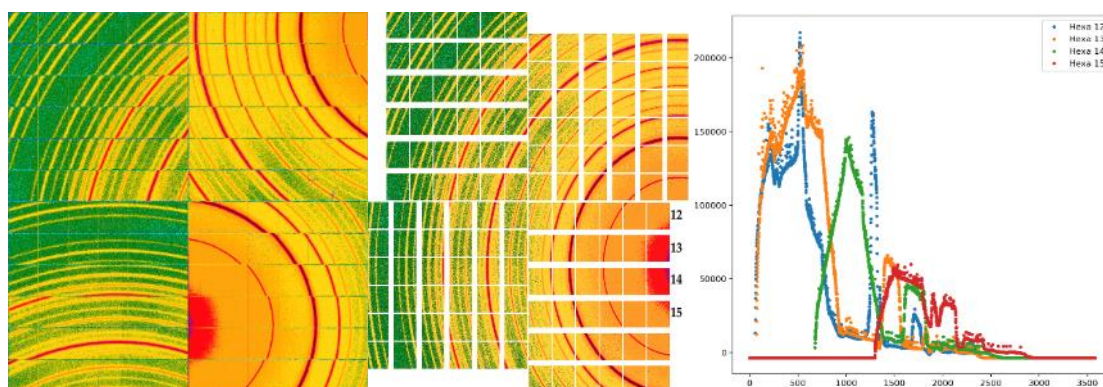


Figura 61 - Dados brutos da linha de feixe DA EMA, sua restauração associada e a integração azimutal para sensores 12, 13, 14, 15. Uma colaboração interativa entre as linhas de luz de difração e o GCC melhora a qualidade da imagem considerando a integração de cada pico de difração para garantir robustez da imagem.

Foi desenvolvida uma interface fundamentada em *Jupyter-notebooks*, que permite o fácil manuseio dos dados medidos em Pticografia, inicialmente destinado à linha de luz CATERETÊ. Um exemplo de apenas uma célula deste notebook está exibido na Figura 62, onde a *probe* é exibida juntamente com a reconstrução da amplitude de da fase da amostra medida (neste exemplo, trata-se de uma esfera de vidro de aproximadamente $8\ \mu\text{m}$). Tais implementações dão autonomia à linha de luz e seus usuários para observar uma projeção reconstruída do dado medido no espaço real, e não apenas no espaço recíproco.

Para que que as inversões de projeções possam ser feitas com sucesso, diversos parâmetros precisam ser refinados pelo usuário. Alguns destes parâmetros podem ser encontrados de forma algorítmica, mas é preferível que o usuário possa dar um *input* visual de alguns destes parâmetros; por exemplo a) centro do padrão de difração b) observar se a *probe* foi propagada corretamente c) Cropagem do padrão reconstruído, dentre outros.

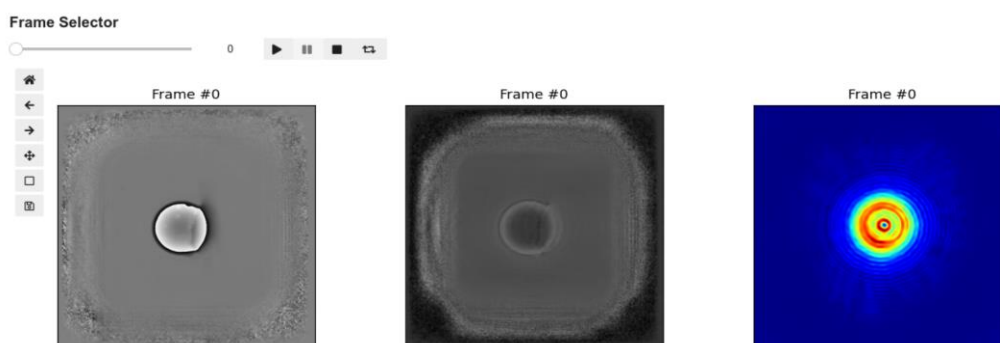


Figura 62: Célula de Jupyter-notebook para tratamento dos dados em Pticografia.

Para medições em Ptico-Tomografia, vários sub-processos numéricos precisam ser resolvidos antes do processo de inversão tomográfica. Alguns destes processos se beneficiam da interação passo-a-passo do usuário com o tomograma já reconstruído por Pticografia. Na Figura 63 vemos um exemplo de célula do notebook onde a projeção obtida por Pticografia pode ser mascarada após o processo de *phase-unwrapping*, facilitando a inversão tomográfica. Esta mesma interface - com algumas pequenas variações pode atender à linha de luz CARNAÚBA para medidas em Pticografia.

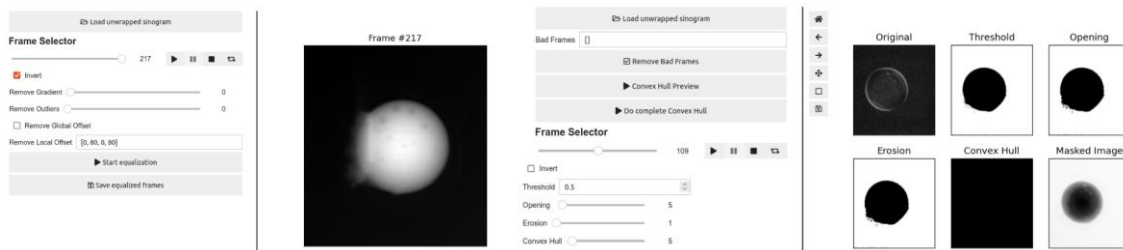


Figura 63: Célula de Jupyter-notebook para tratamento de dados em Ptico-Tomografia.

O melhoramento do algoritmo de *phase-unwrap* têm se mostrado um grande desafio local, e que depende do tipo de amostra sob análise. Alguns modelos de desembaralhamento estão em análise para tornar este processo mais fluido para o usuário

Imagens de microtomografia por fluorescência

A inversão em microtomografia por fluorescência foi comissionada na linha CARNAÚBA. Dentre as melhorias realizadas está a inclusão de metadados no arquivo HDF5 gerado automaticamente pela linha de luz, facilitando a extração de dados necessários à inversão. A forma de entrega dos algoritmos se deu em forma de *Jupyter-notebooks*.

Parte das dificuldades neste problema de imagem computacional reside na extração mais fidedigna dos coeficientes de atenuação na energia de emissão por fluorescência. Um algoritmo de extração simultânea dos coeficientes de transmissão e emissão através de um modelo de otimização via distâncias de Bregman (otimização em espaços de Banach). A Figura 64 ilustra os coeficientes de transmissão e emissão do Ferro e Titânio. A amostra ilustrada representa um cristal inserido dentro de uma rocha, de tal forma que a tomografia realizada aqui, é interior. Alguns modelos de tomografia interior ainda podem ser usados para melhorar a qualidade final destas imagens.

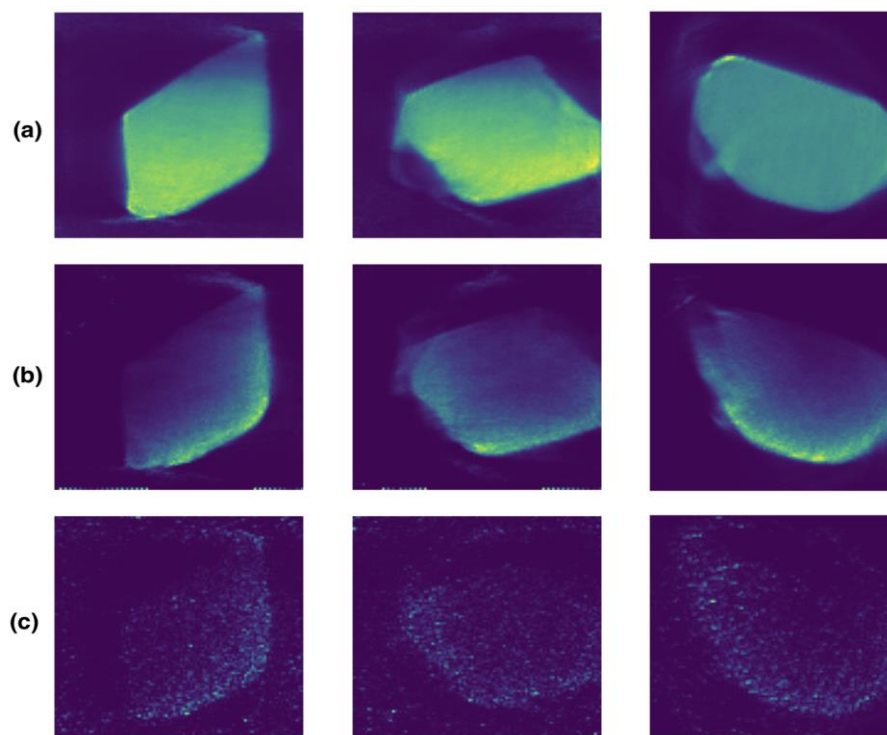


Figura 64: Reconstruções em microtomografia por fluorescência na CARNAÚBA. (a) Coeficientes de transmissão; (b) Coeficientes de emissão do Ferro; (c) Coeficientes de emissão do Titânio.

Infraestrutura de computação

A partir de outubro de 2021, a infraestrutura de computação, *Throughput Enhanced Processing Unit* (Tepui), vem funcionando como uma instalação aberta aos usuários do SIRIUS para processar dados. O Grupo homônimo (Tepui) é responsável pela manutenção da instalação e desenvolvimento de softwares relacionados à sua operação bem como desenvolver e manter o software de alto desempenho responsável pela transferência dos dados em massa dos detectores PIMEGA através de servidores locais. A infraestrutura de computação TEPUI possui servidores de alto desempenho e máquinas de armazenamento. Cada linha de luz tem um detector acoplado a um servidor, também com grandes capacidades computacionais e assistido por GPUs. O processamento de dados medidos é equilibrado entre os servidores locais e o cluster localizado no datacenter. Seis nós de computação suportamos processamento de dados, dos quais 5 são nós de GPU (Nvidia DGX A100) e 1 é um servidor somente de CPU (6 TB RAM, 8 CPU com 28 núcleos cada – total de 448 threads).

A instalação atual com capacidade de armazenamento de 2 Peta Bytes pode servir as primeiras 6 linhas de luz SIRIUS iniciadas em 2021 e pode ser expandida à medida que a demanda de computação aumenta. Máquinas de armazenamento com capacidade adicional de 2 PB e uma GPU Nvidia DGX A100 adicional foram recentemente adquiridos.



Figura 65 - Instalação TEPUI UI: 3 Ilhas principais, dedicadas à processamento, redes e armazenamento de dados.

A instalação atual com capacidade de armazenamento de 2 PB aqui apresentada pode servir as primeiras 6 linhas de luz SIRIUS iniciadas em 2021 e pode ser expandida à medida que a demanda de computação aumenta. Capacidade de armazenamento adicional de 2 PB e uma GPU Nvidia DGX A100 adicional já foram adquiridas.

No primeiro semestre de 2022 foram adquiridas expansões para o *cluster* de servidores Nvidia e para a unidade de armazenamento. As aquisições foram de 1 servidor adicional Nvidia DGX A100, totalizando 6 servidores, e 2PB adicionais para a unidade de armazenamento, totalizando 4PB.

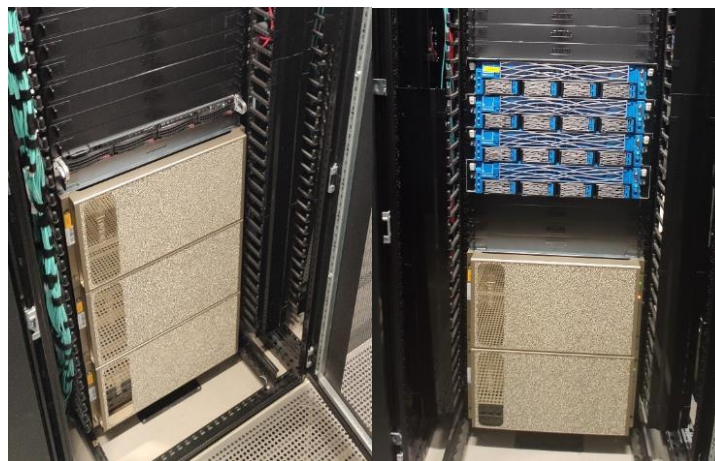


Figura 66 - Servidores que compõem o cluster receberão um nó adicional de processamento, totalizando 6 nós de GPUs (Unidades de processamentos gráficos).



Figura 67 – Storage atual passará por uma expansão de 2PB para 4PB, duplicando a capacidade de armazenamento de dados.

Sistemas de Controle

Software das linhas de luz

Com vários procedimentos padrão (compilação de software, nomenclatura de variáveis de processo e computadores, estrutura de instalação, implantação e arquivamento de dados) bem definidos e documentados, o comissionamento das novas linhas de luz foi rápido e suave do ponto de vista do software.

A aquisição de dados em alta velocidade (*flyscan*) realizada nas linhas de luz, necessita de um gerenciador de sinais e sincronização. A uma solução baseada em controladores comerciais foi desenvolvida pelo grupo de software de linhas de luz. Batizado de TATU³⁸, o *software* conta com funcionalidades extensas de configuração e customização para cada estação experimental. Neste último período a solução foi expandida e está em uso e comissionamento nas linhas de luz: MANACÁ, MOGNO, CARNAÚBA, CATERETÊ e EMA.

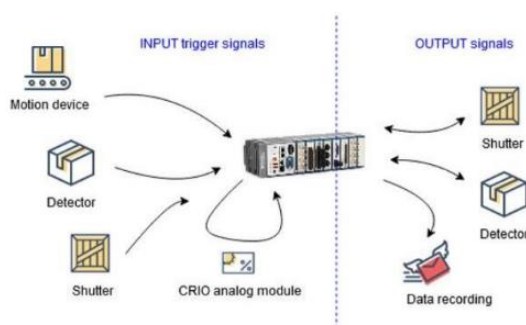


Figura 68 - Diagrama em blocos do sistema TATU utilizado nas estações experimentais do Sirius para sincronização e gerenciamento de sinais de disparo em experimentos rápidos.

³⁸ J.R. Piton, D. Alnajjar, D.H.C. Araujo, J.L. Brito Neto, L.P. Do Carmo, L.C. Guedes, M.A.L. Moraes. (2021). TATU: A Flexible FPGA-Based Trigger and Timer Unit Created on CompactRIO for the First Sirius Beamlines. JACoW ICALEPCS2021 (2022) THPV021 -, pp. <https://doi.org/10.18429/JACoW-ICALEPCS2021-THPV021>.

Ainda neste semestre, foi iniciado um amplo estudo de uma ferramenta de software de código aberto, Bluesky³⁹, para a aquisição de dados nas linhas de luz do Sirius. O *software* está sendo desenvolvido num consórcio de outros laboratórios da comunidade de aceleradores em uma colaboração internacional e pode beneficiar as estações experimentais do Sirius.

As sessões virtuais públicas de Q & A realizadas por membros do Grupo de Software de Linhas de Luz, regularmente às sextas-feiras, têm sido fundamentais na disseminação do conhecimento de nossos sistemas de software entre funcionários e estudantes. Além disso, as sessões regulares ajudam a enfatizar boas práticas no desenvolvimento de software nas linhas de luz.

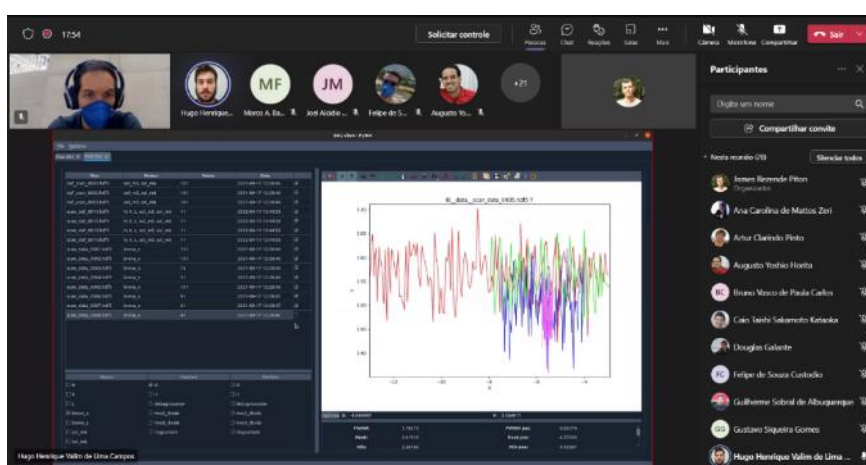


Figura 69 - Evento virtual de uma sessão de Q & A promovida pelo Grupo de Software de Linhas de Luz.

Instrumentação Eletrônica

O grupo de instrumentação eletrônica é responsável pelo estudo detalhado, concepção, projeto, desenvolvimento, aquisição, instalação, comissionamento e manutenção da instrumentação eletrônica utilizada nas linhas de luz e de alguns subsistemas do acelerador Sirius.

No contexto de instrumentação eletrônica, um destaque relevante para o avanço das instalações das linhas de luz do Sirius foi a finalização do projeto de um medidor de baixas correntes com alta resolução com 4 canais de entrada, desenvolvido especialmente para aplicações que exigem múltiplos elementos de diagnósticos com medições sincronizadas, principalmente para medidores de posição de feixe de fótons e fendas. O primeiro protótipo foi testado com sucesso no final de 2021, e o projeto da versão final finalizado neste primeiro semestre de 2022. No segundo semestre de 2022 o primeiro lote será fabricado e comissionado e prevê atender 120 pontos de diagnóstico para as primeiras linhas de luz do Sirius. A Figura 70 mostra o protótipo à esquerda e o projeto final 3D do equipamento a ser produzido.

³⁹ Bluesky project. (s.d.). Obtido de <https://blueskyproject.io/>



Figura 70 - Protótipo (esq.) e modelo 3D (dir.) do Projeto final do picoamperímetro de 4 canais.

No âmbito dos dispositivos de controle, um requisito comum é prever total integração com a infraestrutura científica que vem sendo adotada para as estações experimentais do Sirius, o Grupo de Instrumentação Eletrônica tem atuado no desenvolvimento de dispositivos inseridos na rede de controle, um exemplo recente é o *Dimmer* universal ethernet, provido de diversas configurações remotas para atender a múltiplas demandas dos experimentos no que tange gerar e controlar correntes e tensões com alta resolução. O projeto foi concluído neste semestre e será fabricado, comissionado e instalado nas linhas de luz do Sirius ainda em 2022, para atender demandas específicas de controle de luminosidade de LED's, controle de rotação de porta amostras e outras demandas específicas dos experimentos. A Figura 71 mostra a projeção 3D do equipamento projetado.

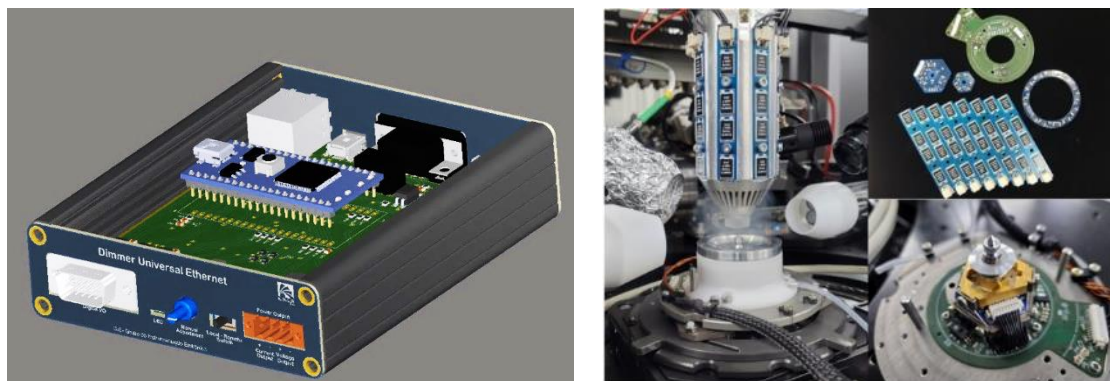


Figura 71 - Modelo final 3D do Dimmer universal ethernet.

Figura 72 - Setup criogênico para a linha de luz Carnaúba, detalhes para as placas eletrônicas projetadas (sup. dir.)

A demanda por sistemas eletrônicos personalizados para os ambientes de amostra é proveniente dos novos experimentos que vem sendo planejados e realizados no Sirius, o grupo tem atuado em parceria com pesquisadores e projetistas de linhas de luz para suprir esse tipo de necessidade, sendo responsável pelo desenvolvimento recente de circuitos eletrônicos específicos, como para o estudo de *Rhizomicrocosm* para as linhas de luz Mogno e Carnaúba e setup criogênico para a estação SAPOTI da linha CARNAÚBA. A Figura 72 mostra fotos das placas eletrônicas projetadas.

Sistema de Correção de Órbita Rápida (FOFB)

O Sistema de Correção de Órbita Rápida (*Fast Orbit Feedback* - FOFB) entrou em operação rotineira em turnos de usuário em Novembro de 2022. De Julho a meados de Setembro de 2022 foram realizadas diversos aprimoramentos e correções em *hardware*, *gateway*, *software* de controle e *software* de operação para alcançar confiabilidade e operabilidade adequadas. Entre 27 de Setembro de 2022 e 31 de Outubro de 2022 foram realizados 7 estudos de máquina para comissionar o sistema com feixe. A Figura 73 ilustra o efeito do FOFB para a estabilidade do feixe de elétrons no domínio da frequência. Perturbações na posição do feixe com frequências inferiores a 200 Hz são atenuadas em ambos os planos transversais. Os dados utilizados para análise foram coletados durante um estudo de máquina no qual o modo de injeção *top-up* foi emulado. É possível notar as perturbações na frequência de 2 Hz e seus harmônicos, as quais se devem ao ciclo de operação do *booster* com rampeamento de ímãs a 2 Hz.

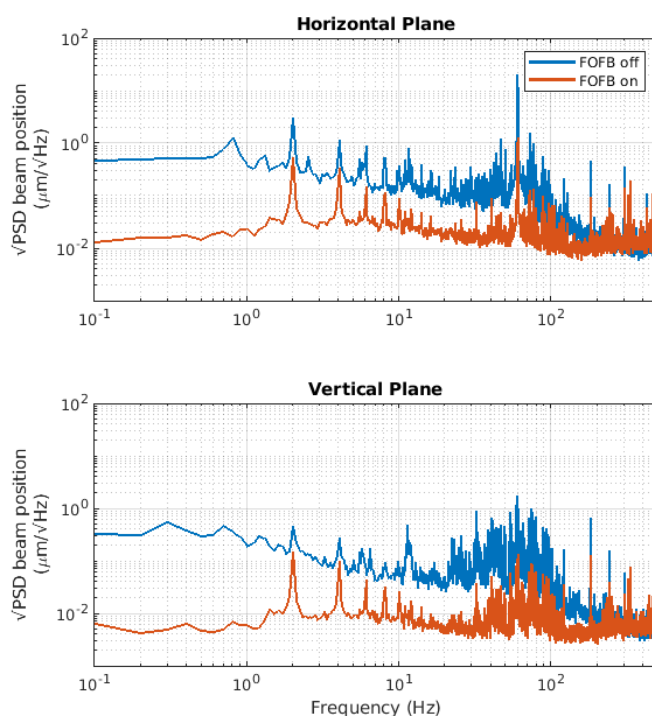


Figura 73: PSDs de posição do feixe de elétrons nos planos horizontal e vertical no BPM SI-09M1:DI-BPM em cenários com FOFB desligado (malha aberta) e ligado (malha fechada).

A Figura 74 demonstra o impacto da operação do FOFB na estabilidade de órbita do feixe de elétrons ao longo dos 160 BPMs do anel de armazenamento. No plano horizontal o valor RMS integrado na banda de 0,1 Hz a 1 kHz atingido foi de 1% a 2% do tamanho do feixe nominal (1σ). No plano vertical o valor RMS ficou entre 3% e 10% do tamanho do feixe.

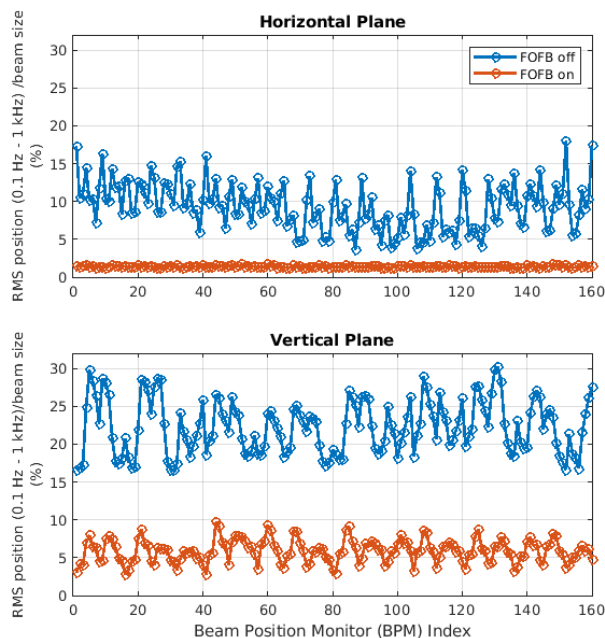


Figura 74: Valor RMS integrado na banda de 0,1 Hz a 1 kHz em todos os BPMs do anel de armazenamento do Sirius nos planos horizontal e vertical em cenários com FOFB desligado (malha aberta) e ligado (malha fechada).

Ao longo do comissionamento do sistema foram realizadas sessões de estudo de máquina conjuntas entre as equipes dos aceleradores e linhas de luz. A Figura 75 e a Figura 76 demonstram o efeito do FOFB em atenuar perturbações de posição e ângulo no feixe de fótons das linhas de luz CARNAÚBA e MANACÁ, respectivamente, a partir de diagnósticos presentes nestas linhas. Na linha CARNAÚBA foi utilizada a SSA (*Secondary Source Aperture*), posicionada a 54 metros da fonte primária. Na linha MANACÁ foi utilizado o XBPM2, com sensor de diamante comercial da Cividec e eletrônica de leitura de baixas correntes desenvolvida pelo LNLS. A despeito da limitação por ruído de instrumentação para frequências abaixo de 1 Hz, é possível observar a rejeição de perturbações provida pelo FOFB na faixa de frequências que se estende de 10 Hz a 200 Hz.

Os primeiros resultados obtidos com o FOFB atendem marginalmente à especificação de estabilidade de órbita de 10% do tamanho do feixe no anel de armazenamento do Sirius. Melhorias no sistema serão realizadas para permitir maior margem de desempenho, tendo por meta 5% do tamanho do feixe. Em especial, a taxa de correção será incrementada do valor atual de 25 kHz para 50 kHz e o filtro digital de média móvel atualmente presente no controlador do FOFB será removido a fim de reduzir a latência da malha de controle. Será dada ênfase na modelagem da dinâmica do sistema e otimização dos parâmetros serão realizadas.

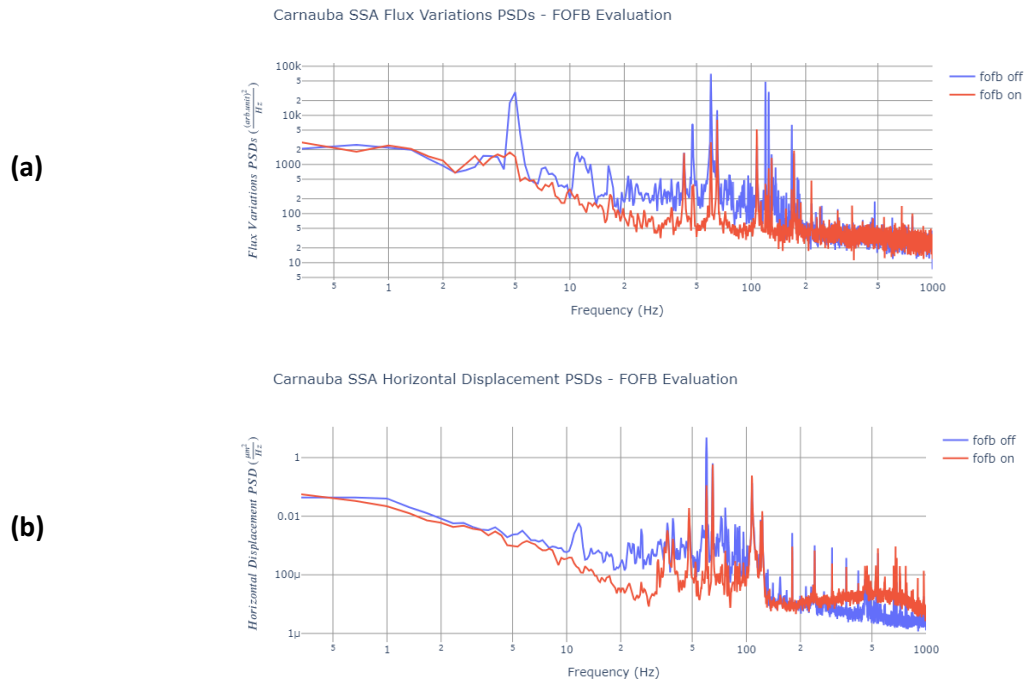


Figura 75: PSDs de fluxo (a) e posição horizontal (b) do feixe de fótons na linha CARNAÚBA, medido no diagnóstico SSA.

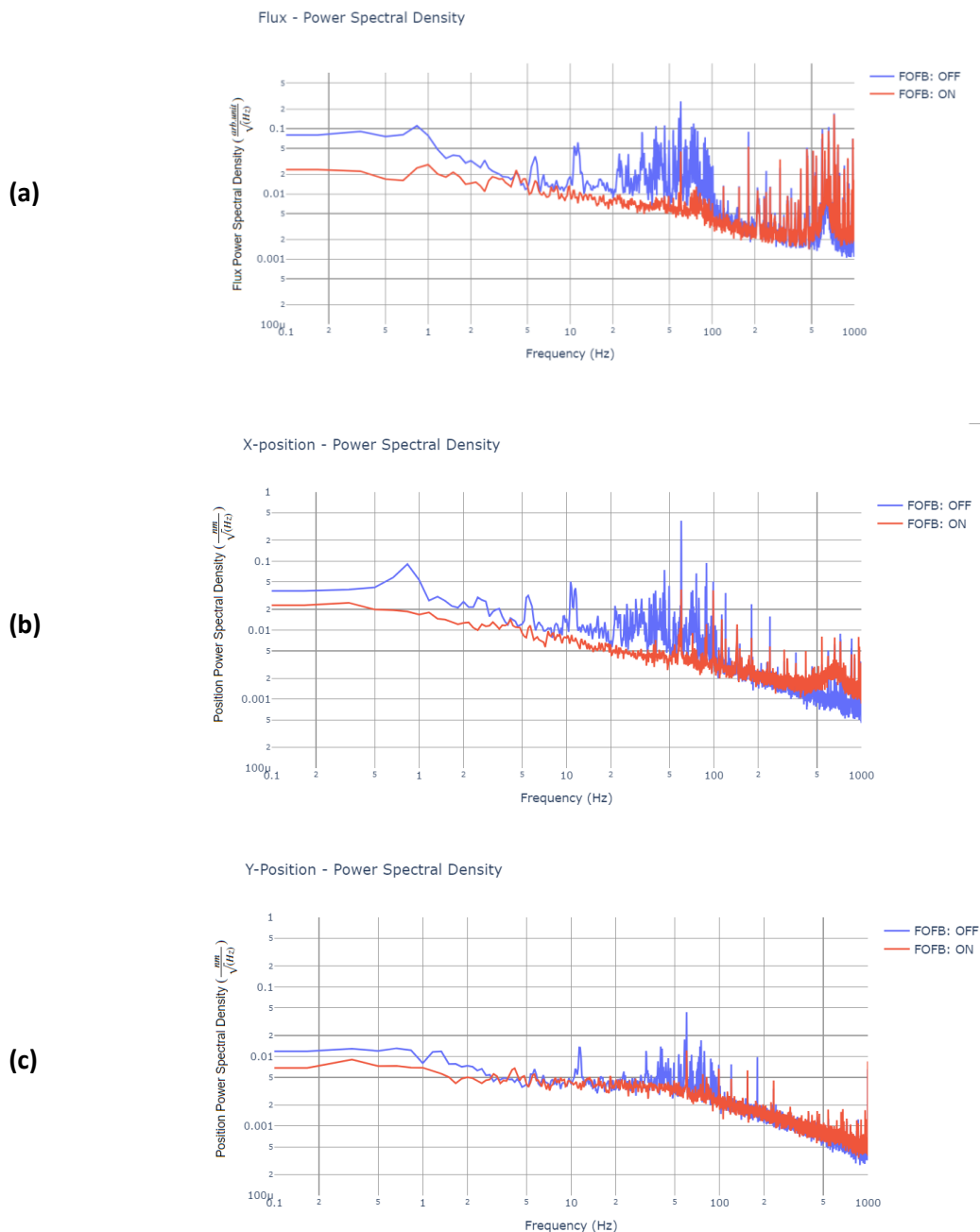


Figura 76: PSDs de fluxo (a), posição horizontal (b) e posição vertical (c) do feixe de fótons na linha MANACÁ, medido em XBPM de diamante.

Programa de Ciência com Luz Síncrotron

A investigação da matéria através da luz síncrotron tem impactado praticamente todas as áreas do conhecimento relevantes para a sociedade, como saúde, energia, informação, meio ambiente e agricultura. Os experimentos com luz síncrotron permitem testar uma grande variedade de hipóteses sobre mecanismos microscópicos dos fenômenos observados na matéria natural ou sintética, que inspiram a invenção de novas tecnologias ou a expansão da fronteira do conhecimento científico.

As formulações de tais hipóteses são calcadas em paradigmas, conceituados na ciência com luz síncrotron, que sintetizam o conhecimento da natureza microscópica da matéria e atribuem significado quantitativo aos dados extraídos em experimentos de síncrotrons para explicação dos fenômenos em investigação. Dentro do programa científico de luz síncrotron esses paradigmas evoluem a partir da descoberta de fenômenos fundamentais da interação da radiação eletromagnética com a matéria, da invenção de novas instrumentações científicas e da criação de métodos e protocolos experimentais. Isso estabelece a ótica sob a qual os pesquisadores da comunidade nacional e internacional, que utilizam o Sirius em suas pesquisas, formulam perguntas, examinam os aspectos metodológicos, e analisam seus dados experimentais.

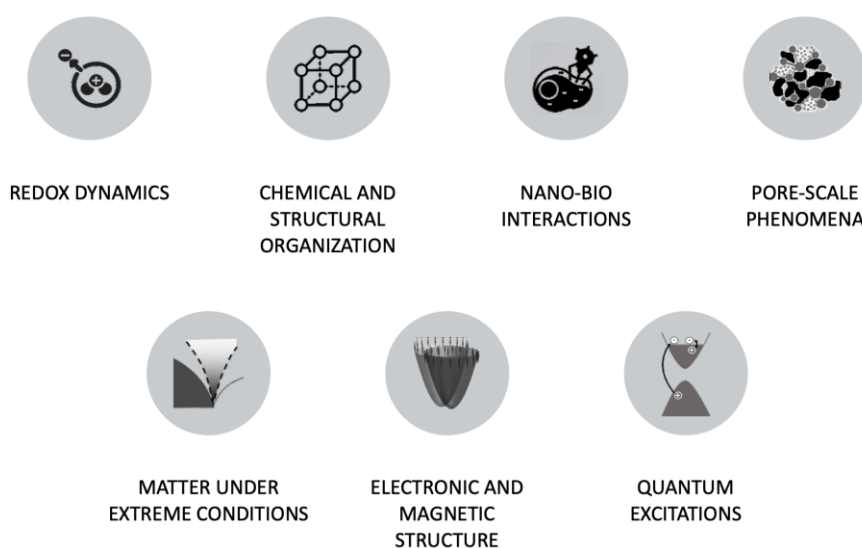


Figura 77 - Programas de ciência com luz síncrotron

Como uma “*ciência e tecnologia habilitadoras das ciências finalísticas*” este programa científico evolui constantemente a partir dos projetos científicos e tecnológicos, liderados pelos pesquisadores e especialistas do LNLS, entregando perspectivas (como quantificação de sinergia e fenômenos emergentes entre componentes orgânicos, inorgânicos e poros da matéria heterogênea), pensamentos e linguagens (como a dos estados da matéria, estrutura eletrônica de bandas e flutuações quânticas) e conjunto de conceitos compartilhados entre áreas (como de transferências de cargas em processos de redox e interações nano-bio, ubíquos em processos naturais e tecnológicos), como ilustrados na Figura 77.

Pode-se afirmar então que o programa de ciência e tecnologia com luz síncrotron forma uma camada de conhecimento científico que reside na interface entre as técnicas experimentais, disponíveis nas linhas de luz, e a resolução de problemas nas áreas científicas finalísticas, suprindo cientificamente o programa de usuários e os programas de pesquisa do CNPEM nas áreas de saúde, energia e materiais renováveis. O seu objetivo principal é expandir as fronteiras do conhecimento científico para que a comunidade que utiliza o Sirius tenha ao seu alcance o estado da arte em técnicas de luz síncrotron para solução de problemas

estratégicos para o país. Ao mesmo tempo, os problemas trazidos pela comunidade científica interna e externa geram os desafios para exploração da fronteira da ciência de luz síncrotron num ciclo virtuoso de pesquisa e desenvolvimento. A seguir passaremos a descrição dos objetivos de cada subprograma, exibindo alguns destaques de 2023.

Organização química e estrutural

Os materiais naturais e artificiais mais interessantes, desafiadores e tecnologicamente relevantes exibem, tipicamente, organização estrutural e química em múltiplas escalas de comprimento e distribuídas hierarquicamente. Isto lhes confere propriedades físico-químicas emergentes que vão além daquelas observadas em cada um de seus componentes, e que permeiam praticamente todas as áreas do conhecimento científico, desde os solos na agricultura, os fósseis na paleontologia, os catalisadores na indústria petroquímica até as propriedades da matéria viva. Entretanto, para compreender mecanisticamente o funcionamento destes materiais é necessário combinar ferramentas analíticas capazes de revelar detalhes químicos e estruturais em meso e nano-escala, e em grandes volumes de amostras. Só assim é possível construir uma visão completa dos processos sinérgicos que ocorrem entre seus componentes e em várias escalas de comprimento, criando paradigmas e modelos da matéria heterogênea análogos aos que permitem compreender a matéria homogênea com tanto sucesso. Com efeito, a combinação dos conhecimentos obtidos por técnicas de imagem, desde o infravermelho até os raios-X, e por espectroscopia e difração de raios-X, é o principal pilar deste subprograma que busca ampliar o estado da arte no uso da luz síncrotron na obtenção de informações quantitativas sobre estes materiais complexos. A principal entrega deste subprograma são métodos e conceitos que permitem que diferentes áreas finalísticas do conhecimento científico possam testar hipóteses que correlacionem propriedades macroscópicas dos materiais com a sua organização estrutural e química na meso e nano-escala.

Destaque:

O tipo de conhecimento científico produzido neste subprograma é ilustrado na combinação de dados das linhas CARNAÚBA e CATERETÊ para quantificar a organização espacial química e estrutural em um microagregado de solo mostrado na Figura 78.

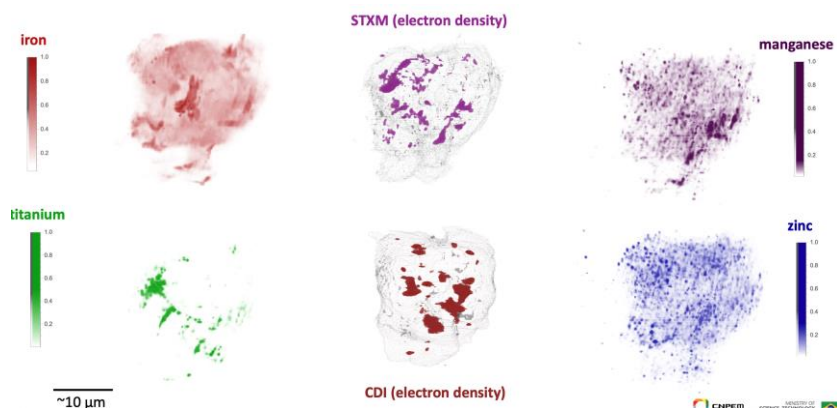


Figura 78 - Imagens 3D com técnicas complementares de síncrotron nas linhas CARNAÚBA e CATERETÊ mostram padrões espaciais físicos e químicos internos de microagregados. De Hesterberg et. al, não publicado.

As amostras são de um solo tropical altamente intemperado. Seus microagregados são compostos de partículas sub-micrométricas em arranjos estrutural e quimicamente heterogêneos. A organização relativa entre estas partículas, orgânicas e inorgânicas, poros e fluidos permite revelar a estrutura sob a qual ocorrem os processos de redox que levam a disponibilidade de nutrientes para as plantas. A aplicação desse conhecimento à ciência dos solos impulsionará a inovação em vários problemas de pesquisa relacionados à agricultura e às ciências ambientais (fixação e recuperação de fosfato, micronutrientes e contaminantes na cadeia alimentar, armazenamento de carbono).

Fenômenos na escala de poros

Os fenômenos de escala de poros, da nanoescala à mesoescala, desempenham um papel fundamental na complexa dinâmica de fluidos em materiais naturais e sintéticos. A ciência com luz síncrotron que trata dos fenômenos na escala de poros explora métodos e paradigmas científicos que permitem identificar, quantificar e modelar as redes interconectadas de poros, em múltiplas escalas espaciais e temporais, de diferentes tipos de materiais, através de técnicas de imagem e de espalhamento de raios-X. Este subprograma científico, que combina desde experimentos *in situ* e operando até métodos computacionais de aprendizado de máquina, visa ampliar o estado da arte no uso da luz síncrotron para obtenção de informações quantitativas que permitem testar hipóteses mecânicas sobre a influência da topologia da malha de poros e as propriedades físico-químicas de diferentes tipos de materiais. Alguns exemplos de materiais e fenômenos que têm sido utilizados como objeto de estudo dos pesquisadores do LNLS na exploração da fronteira da ciência de luz síncrotron na escala de poros são: as rochas porosas, como as que retêm o óleo do pré-sal brasileiro; os catalisadores utilizados na indústria petroquímica para craqueamento do petróleo; a dinâmica complexa de nutrientes dos solos de cultivo agrícola; a permeabilidade e susceptibilidade a contaminação e remediação das rochas aquíferas; a eficiência de membranas de filtração para processos industriais e de dessalinização; os processos de desconstrução da biomassa na química verde e o funcionamento de tecidos e órgãos de animais na pesquisa biomédica.

Destaque:

As membranas poliméricas são amplamente utilizadas em vários processos de separação industrial desafiadores - elas são cruciais para o abastecimento de água em vários países, pois são amplamente aplicadas para dessalinização ou tratamento de água por osmose reversa. Elas também encontram sua aplicação em refinarias de petróleo para separações de solventes orgânicos, bem como separações de gases e vapores. A geração de imagens da complexa estrutura da membrana é essencial para a caracterização e progresso adicional de materiais poliméricos para membranas de separação. Devido à complexidade das estruturas, as imagens clássicas de microscopia 2D fornecem apenas informações restritas. Uma reconstrução em três dimensões (3D) com alta resolução de um volume de membrana representativo permitiria uma representação muito mais realista dos sistemas de filmes finos, ajudaria a entender melhor os fenômenos de transporte, como a estrutura está funcionando e seu mecanismo de formação, e, com isso, orientaria desenvolvimentos futuros.

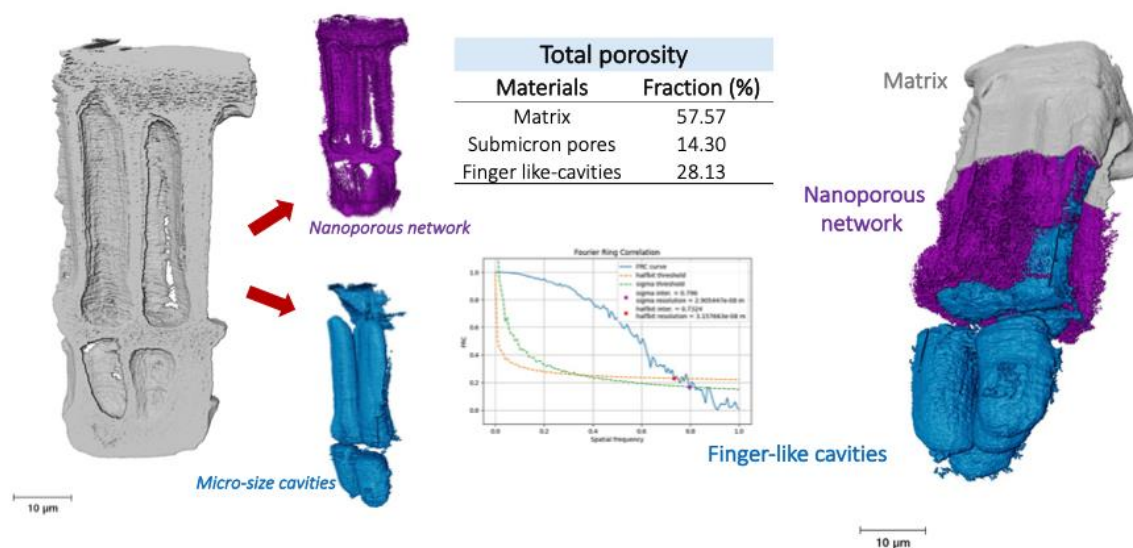


Figura 79 Reconstrução de imagem tridimensional de alta resolução de uma membrana polimérica obtida por nanotomografia computadorizada de raios-x por pticografia na linha de luz Cateretê do Sirius. A análise de segmentação 3D permite identificar e quantificar a estrutura em estudo, separando a matriz polimérica (cinza), a rede nanoporosa (rosa) e as microcavidades. A resolução foi determinada por Fourier Ring Correlation em uma projeção 2D e é de 31,5 nm.

Neste trabalho, foi aplicada a nanotomografia computadorizada de raios-X por pticografia para revelar tridimensionalmente a estrutura de uma membrana composta de filme fino. O estudo foi realizado na linha de luz CATERETÊ em colaboração com grupo de cientistas da King Abdullah University of Science and Technology (KAUST). O alto fluxo coerente de raios-X obtido na fonte síncrotron de 4ª geração Sirius, permitiu revelar a estrutura hierárquica dos materiais na membrana polimérica com uma resolução próxima a 30 nanômetros. A reconstrução da imagem 3D em alta resolução permitirá caracterizar a morfologia do material, calcular a porosidade das membranas porosas e o volume livre das camadas densas. O comportamento do material em ambientes de ar e água, trará compreensão para os fenômenos de transporte através de materiais de membrana, mecanismo de formação e desempenho do material em um ambiente próximo à aplicação industrial real⁴⁰.

Dinâmica de redox

Os fenômenos transferência de elétrons entre espécies químicas (como átomos, íons ou moléculas) envolvidas em reações oxidação-redução (ou redox), são fundamentais na compreensão de processos catalíticos ou biocatalíticos, na queima de combustíveis, na corrosão de metais e até mesmo os processos de fotossíntese e respiração celular. A ciência com luz síncrotron que trata da dinâmica de redox explora métodos e paradigmas científicos que permitem identificar, quantificar e modelar a dinâmica de estados de oxidação e transferência de elétrons entre espécies químicas através de técnicas de espectroscopia de absorção, foto emissão e espalhamento inelástico de raios-X. Este subprograma científico, que combina experimentos *in situ* e operando com modelagem física, visa ampliar o estado da arte no uso da

⁴⁰ F. Meneau et al., "Broadband X-ray Nanotomography Imaging Using Ultra Low-Emittance Synchrotron Radiation", in preparation.

luz síncrotron para obtenção de informações quantitativas que permitem testar hipóteses mecanísticas sobre os processos fundamentais de transferência de elétrons de/para um sítio ativo durante uma reação redox e rearranjo de ligações químicas. Alguns exemplos de materiais e fenômenos que têm servido de objeto de estudo dos pesquisadores do LNLS na exploração da fronteira da ciência de luz síncrotron dentro do contexto da dinâmica de redox são os sistemas de geração e armazenamento de energia, como células fotovoltaicas baseadas em perovskitas e baterias de Li-ar, assim como catalisadores e metaloenzimas utilizadas em biotransformação.

Destaque:

O trabalho em destaque neste subprograma científico introduz um setup experimental explorando a espectro-eletróquímica em escala nanométrica⁴¹. A técnica revela as heterogeneidades do eletrodo funcionalizado com enzimas, revelando a concentração do metal em determinadas regiões através de um mapeamento por fluorescência de raios-X com resolução de centenas de nanômetros, e a evolução química no processo de bio-eletrocatalise por espectroscopia de absorção de raios-x.

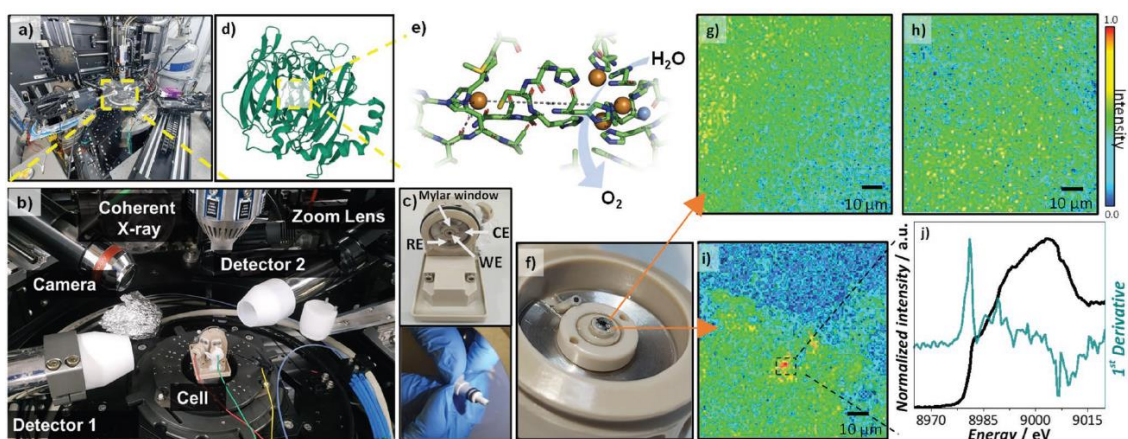


Figura 80 Detalhes da estação experimental Tarumã da linha Carnáuba e da célula eletroquímica adaptada para o estudo (a-c, f), representação da enzima e do centro metálico (d, e), imageamento das heterogeneidades por fluorescência de raios X (g-i) e a espectroscopia

Estrutura Eletrônica e Magnética

A organização dos elétrons nos materiais é regida pela interação entre os elétrons e núcleos da rede cristalina e pelas interações com outros elétrons, dentro das leis da mecânica quântica. Essa organização é descrita por paradigmas científicos que nos permitem empacotar o conhecimento sobre o comportamento quântico dos elétrons, a que denominamos de estrutura eletrônica (de bandas) e magnética dos materiais. Esta ciência com luz síncrotron desenvolve formas de enxergar a organização dos elétrons nos materiais através da foto emissão por raios-X e UV ou pelo dicroísmo circular magnético por raios-X. O conhecimento fornecido por este tipo de programa científico, fortemente calcado em métodos experimentais

⁴¹ Sedenho et al, "Investigation of Water Splitting Reaction by a Multicopper Oxidase through X-ray Absorption Nanospectroelectrochemistry", Adv. Energy Mater. 2022, 2202485.

e teóricos, permite prever e explicar microscopicamente por que certos materiais são condutores, isolantes ou mesmo supercondutores, se são opacos, transparentes ou refletores, ou como certos materiais respondem a campos magnéticos externos. Alguns exemplos de materiais e fenômenos que têm servido de objeto de estudo dos pesquisadores do LNL na exploração da fronteira da ciência de luz síncrotron são os isolantes topológicos e os filmes magnéticos com texturas de spin.

Destaque:

A combinação de métodos teóricos, como a teoria do funcional da densidade e a espectroscopia de fotoemissão com resolução angular permite testar hipóteses sobre a estrutura eletrônica de materiais e suas consequências em propriedades de transporte. A estrutura eletrônica de isolantes topológicos é um exemplo desafiador para essa combinação, que mistura conceitos da teoria quântica de campos e teoria dos metais. No exemplo⁴², foi revelada uma estrutura que possui três gaps topológicos fortes adjacentes com estados de superfície protegidos associados dentro de uma faixa de 2 eV do nível de Fermi. A existência de três cones de Dirac consecutivos no espaço k promete fenômenos e aplicações alternativas, por exemplo, produção de fótons únicos com diferentes energias (nas faixas de infravermelho e visível) para transporte multicanal de informação quântica, bem como múltiplos graus de liberdade em elétrons bombeamento para lasers.

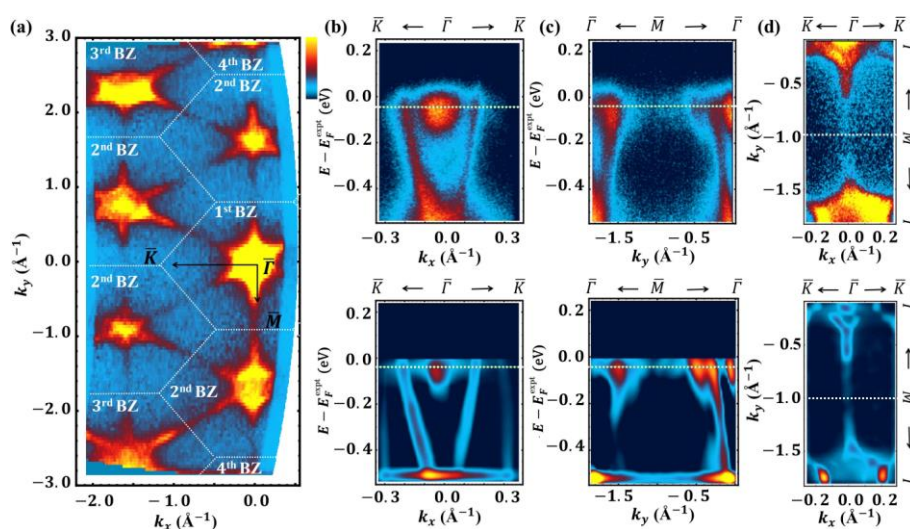


Figura 81 - Estrutura de bandas do Bi_4Te_3 , composta por camadas alternadas de Bi_2 e Bi_2Te_3 , investigada por teoria do funcional da densidade e espectroscopia de foto emissão com resolução angular.

Excitações quânticas

As propriedades físicas da matéria condensada são determinadas pelos estados quânticos acessíveis às condições impostas pelo ambiente, como temperatura e campos externos. A descrição destes estados se dá a partir do estado fundamental, ou de mais baixa energia, e os estados energeticamente mais próximos – os estados excitados. Estes estados podem ser

⁴² T. Chagas et al., “Multiple strong topological gaps and hexagonal warping in Bi_4Te_3 ”, Phys. Rev. B 105, L081409 (2022).

convenientemente descritos por gases e líquidos formados por entidades chamadas de excitações quânticas, que por vezes se comportam como novas partículas, ou quasi-partículas. A energia, momentum, carga e massa efetivas que estas excitações quânticas portam, sobretudo nos ditos materiais quânticos, podem ser totalmente diferentes das propriedades elementares dos elétrons que constituem esses materiais e se refletem nas suas propriedades térmicas, óticas e de transporte. Todavia, o acesso mais direto possível a estas propriedades elementares das excitações quânticas se dá através de uma interação controlada e precisa com fótons. No subprograma científico de excitações quânticas este acesso é explorado por sondas espacialmente localizadas, na faixa de infravermelho, pelo efeito fotoelétrico, na faixa de UV, ou mesmo por espalhamento inelástico de raios-X. Os fenômenos relacionados a interação entre os fótons e as excitações quânticas dos materiais permitem criar paradigmas e conceitos que fundamentam os modelos microscópicos mecânicos de como estas excitações influenciam em fenômenos como a supercondutividade, o ferromagnetismo e a magnetoresistência. O subprograma científico de excitações quânticas desenvolve ferramentas e conceitos a partir da combinação de técnicas de luz síncrotron em todo espectro eletromagnético e simulações físicas que permitem sondar e monitorar as excitações quânticas nos materiais.

Destaque:

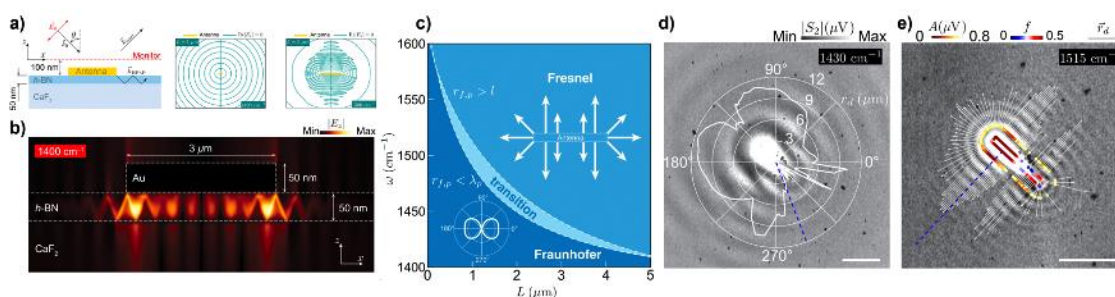


Figura 82 (a) Esquerda: vista lateral de uma plataforma nanofotônica típica baseada em antena lançadora sobre um nanocristal fotônico, neste caso hBN. Modelagem numérica de ondas polaritônicas lançadas por uma configuração de Fraunhofer (centro) e Fresnel (direita). (b) Modelagem numérica de campo elétrico referente a ondas de fônons-polárítions nanoconfinadas em hBN 2D. (c) Delimitação de regiões de campo de ondas de fônons-polárítions em 2Ds lançadas por uma antena metálica tipo haste, uma definição baseada no formalismo de antenas de rádio-frequência. (d) Gráfico polar da distância detectável (rd) de ondas polaritônicas construído a partir da aplicação do modelo proposto à imagem experimental de amplitude s-SNOM tomada em 1430 cm^{-1} . (e) Amplitude de lançamento (A), fator geométrico (f) e rd reconstruídos de uma imagem experimental s-SNOM tomada em 1515 cm^{-1} . Em (d) e (e), as barras de escala representam $2 \mu\text{m}$. O comprimento das setas brancas em (e) representa rd e segue a escala da imagem

Dispositivos nanofotônicos baseados em cristais bidimensionais possibilitam diversas aplicações tecnológicas, indo desde biosensoriamento à comunicação quântica. Nesses dispositivos, antenas plasmônicas têm sido extensivamente exploradas na conversão fóton-polárítion pois permitem confinamento de campo em volumes muito menores que o comprimento de onda de excitação. Apesar do amplo potencial da polaritônica, regras essenciais para a engenharia de lançadores de polárítions ainda precisam ser desenvolvidas, pois

a influência da geometria das antenas e dos parâmetros da fonte de luz na diretividade das ondas de poláritons é desconhecida. Neste trabalho⁴³, abordamos esse problema combinando conceitos de design de antena de radiofrequência com a modelagem de ondas de poláriton estabelecida. Como entrada para o modelo, simulamos ondas de fônons-poláritons em nitreto de boro hexagonal (hBN) lançadas por antenas metálicas de diferentes geometrias. Ao adaptar o formalismo de regiões de campo de Fresnel e Fraunhofer para ondas polaritônicas, otimizamos a precisão do modelo e sugerimos uma nova representação gráfica que quantifica os vários parâmetros de lançamento em forma de padrões de radiação. Além disso, demonstramos como nosso framework pode ser aplicado a antenas reais, empregando-o em imagens experimentais de campo próximo de poláritons medidas por s-SNOM. Nossos resultados mostram que a geometria da antena, sua ordem de ressonância e o ângulo de incidência da excitação podem influenciar decisivamente o padrão das ondas de poláriton no nanocristal fotônico. Assim, acreditamos que nossa nova abordagem irá contribuir para estudos futuros abordando o lançamento otimizado de poláritons em dispositivos e, conseqüentemente, irá auxiliar na engenharia de chips nanofotônicos.

Interações Nano-bio

A interação dos nanomateriais (NMs) com sistemas biológicos é complexa e envolve diversos eventos em distintos níveis. Dessa forma, a investigação das interações de natureza nano-bio se mostra crucial para avaliação de nanosseguurança e o desenvolvimento racional de nanofármacos. No entanto, informações a respeito dessas nano-biointerações e seus mecanismos subjacentes são escassas pois os métodos convencionais falham em estudar o comportamento *in vitro* e o destino biológico dos NMs. Técnicas avançadas baseadas em radiação síncrotron (SR) podem desvendar sistematicamente as interações nano-bio, ou seja, sondar propriamente a interface entre NMs e estruturas modelo ou até sistemas biológicos complexos. Dentro desse contexto, uma grande variedade de técnicas disponíveis no Sirius está sendo empregadas para investigar nano-biointerações. As técnicas que se beneficiam da coerência do feixe de raios-X (Pticrografia e Espectroscopia de Correlação de Fótons de Raios-X) abrirão portas para o entendimento da internalização de NMs em células de mamíferos bem como seu comportamento em fluídos biológicos complexos como o sangue. A técnica de Dicroísmo Circular associada à Radiação Síncrotron será empregada no entendimento de interações finas entre proteínas e biomoléculas e NMs. Por fim, espectroscopia de infravermelho em escalas micrométrica e nanométrica está sendo empregada para decifrar a natureza química das interações nano-bio em diferentes escalas de tamanho.

Destaque:

A aplicação de nanopartículas na medicina é extremamente dependente da adsorção não específica de proteínas em sua superfície (efeito chamado de corona proteica) que, muitas vezes, pode levar a formação de agregados de nanopartículas que possivelmente induzem o entupimento de vasos. A formação da corona proteica e a agregação de nanopartículas têm sido muito discutidos nos últimos anos, mas a falta do mapeamento fino desses dois efeitos

⁴³ R. A. Mayer, F. H. Feres, F. C. B. Maia, I. D. Barcelos, A. S. McLeod, A. Rodin & R. O. Freitas Guidelines for Engineering Directional Polariton Launchers. *Physical Review Applied*, 18, 1 (2022).

combinados tem dificultado a evolução da entrega direcionada fármacos e o desenvolvimento da nanomedicina personalizada. O desafio da área está baseado na dificuldade em distinguir a formação da corona proteica da agregação de nanopartículas.

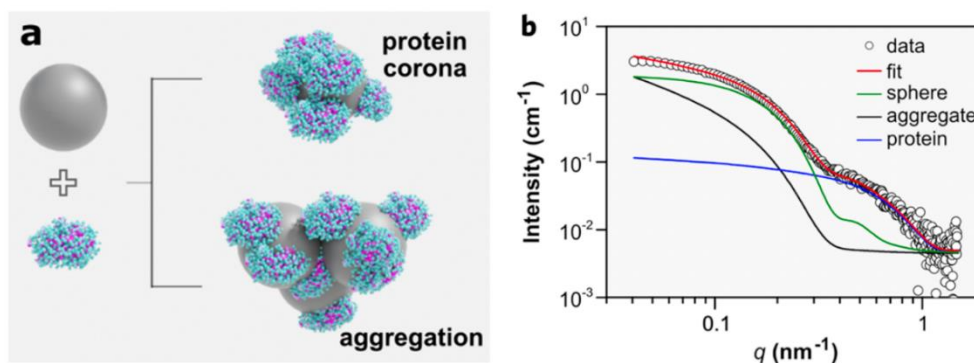


Figura 83 a) Representação das nanopartículas de sílica antes da adição de proteínas e após a formação da corona de proteína e agregados. b) Uma curva experimental SAXS de uma amostra contendo albumina bovina (BSA) e nanopartículas de sílica escolhida para destacar os níveis estruturais usados para ajustar os dados. A curva vermelha corresponde ao ajuste global, o sinal do nível azul vem do BSA, o nível verde é atribuído às nanopartículas de sílica, enquanto a intensidade do nível preto está relacionada ao sinal agregado.

Nesse trabalho⁴⁴ foi proposta uma modelagem inovadora dos dados espalhamento de raios-X a baixos ângulos (SAXS) que foram corroborados com dados de espalhamento de luz dinâmico (DLS) e crio-microscopia eletrônica de transmissão (crio-TEM). Essa estratégia foi testada usando nanopartículas de sílica modelo de ~25 nm incubadas com proteínas padrão ou proteomas biologicamente relevantes (como soro fetal bovino e plasma humano) a fim de manipular as interações partícula-proteína. Foi possível diferenciar corona proteica, formação de pequenos agregados e agregação maciça, bem como obter informações fractais sobre os agregados de forma confiável e direta através dos dados de SAXS. A estratégia apresentada pode ser expandida para outras misturas de partícula-proteína e pode ser empregada como uma plataforma de controle de qualidade para amostras anterior aos testes biológicos.

Matéria sob condições extremas

A estabilização da organização dos átomos e elétrons para formar um material depende fortemente de quais as condições atmosféricas que ele se encontra, como temperatura, pressão e campo magnético. Um exemplo clássico disso é o diamante, que é formado apenas por átomos de carbono, como o grafite, mas com uma estrutura cristalina mais compacta induzida e estabilizada em altas pressões e temperaturas. Além de materiais estáveis, condições externas podem ser usadas para alterar a estrutura (cristalina, eletrônica, magnética) dos materiais e potencializar ou melhorar algumas propriedades altamente desejadas para esses. Combinando diferentes técnicas de radiação síncrotron, como difração e espectroscopia de raios-x, com a

⁴⁴ Ferreira, L.F. et al. Nanoparticle-Protein Interaction: Demystifying the Correlation between Protein Corona and Aggregation Phenomena. ACS Applied Materials & Interfaces, v. 14, p. 28559-28569, 2022.

aplicação dessas condições extremas de temperatura, pressão e campo magnético podemos monitorar como os materiais se comportam nessas condições, quais propriedades novas podem surgir, ou mesmo sintetizar e estabilizar novos materiais que não seriam encontrados naturalmente. Além disso, o grande poder de focalização do feixe de raios-X no Sirius facilita isso, possibilitando chegar a, por exemplo, pressões mais altas do que as encontradas no centro da terra, temperaturas tão altas quanto a da superfície do sol ou tão baixas quanto as usadas em computadores quânticos enquanto os materiais são simultaneamente investigados com raios-X. O subprograma de matéria em condições extremas busca realizar experimentos de raios-X em condições cada vez mais no limite do que é possível tecnicamente para estudar materiais com propriedades exóticas e pouco compreendidas. Essas possibilidades se conectam com diversas áreas de materiais, desde matéria condensada, geociências, fármacos, dentre outros.

Destaque:

O mapeamento com múltiplas técnicas de raios X permitido pelo recente advento das fontes síncrotron de 4ª geração, como o Sirius, pode produzir conjuntos de dados astronômicos quando, por exemplo, se combinam gradientes termodinâmicos com fases de amostra espacialmente não homogêneas. Essa combinação de sondas de *big data* em pequena escala com síntese de materiais em condições extremas de pressão e temperatura desafia nossa capacidade humana de identificar quantitativamente novos materiais cristalinos. Um exemplo é a busca por supercondutores de alta temperatura em altas pressões e temperaturas, para os quais muito debate foi levantado recentemente sobre a reprodutibilidade de propriedades observadas quando os parâmetros de síntese e a composição da amostra são espacialmente heterogêneos ou difíceis de serem controlados com precisão.

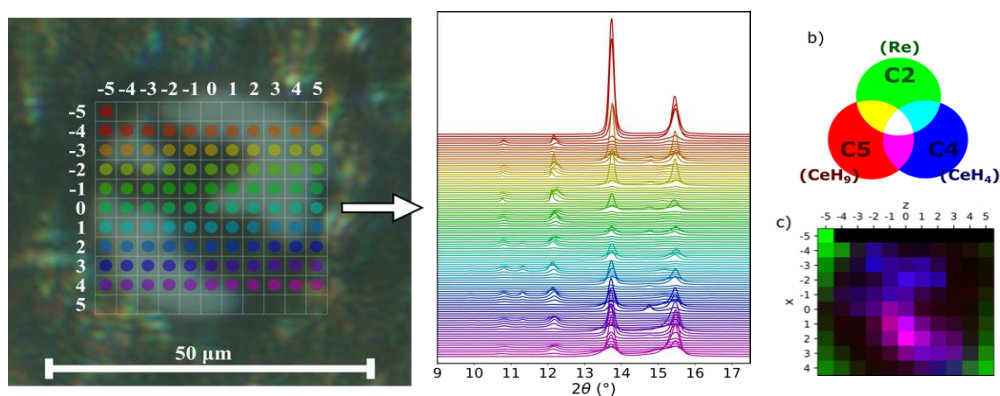


Figura 84 Mapeamento das diferentes fases estruturais formadas num único porta amostras com hidreto de Ce em condições extremas de temperatura e pressão.

No trabalho realizado na linha EMA⁴⁵, foi desenvolvido um método de agrupamento não supervisionado para reconhecer fases estruturais resolvidas espacialmente dentro de uma amostra de super-hidreto sintetizada em condições extremas de pressão e temperatura. Esse método foi aplicado para revelar as inomogeneidades em um pequeno volume de amostra como

⁴⁵ L. H. Francisco et al., "Unsupervised machine learning identification of elusive phases under high pressure from large 2D x-ray diffraction datasets", to be submitted.

um possível caminho para resolver algumas controvérsias sobre essa classe de materiais. Quando combinada com o mapeamento de raios-x multimodal de *big data*, essa análise de agrupamento de aprendizado de máquina semiautomática pode revolucionar a maneira como descobrimos novas fases de amostras cristalinas em diversas condições termodinâmicas.

Projetos de Futuro

Projeto Sirius

O ano de 2022 foi marcado pelo avanço das linhas que tiveram seu ritmo reduzido em 2021, progredindo em projeto e fabricação de componentes, além da continuidade dos projetos que foram priorizados durante a falta de recursos. A instalação dos componentes das linhas CEDRO, MOGNO, SABIÁ e PAINEIRA foi praticamente concluída e, além das 6 linhas que já estão em operação, estas novas 4 linhas também receberam o primeiro feixe de luz síncrotron, completando 10 linhas de luz iluminadas em 10 anos de projeto. Na linha IPÊ, o comissionamento da estação XPS permitiu os primeiros experimentos com usuários externos e marca o início da operação dessa estação. Para as linhas EMA e PAINEIRA foram adquiridos os onduladores definitivos, que permitirão obter um feixe de luz dentro das especificações de experimentos ainda mais avançados. Na linha SAPUCAIA houve a instalação do túnel onde se movimentou o detector da estação experimental, sendo um grande avanço para a entrega da estação na data prevista. Os demais projetos das linhas também avançaram para as próximas entregas que devem acontecer e serem reportadas nos próximos relatórios. Nos laboratórios, os avanços incluem o término da infraestrutura e encomenda dos equipamentos experimentais do LCA (Laboratório de Ciências Ambientais) e a finalização do LCRIO (Laboratório de Preparação Criogênica de Amostras), operando com os primeiros usuários.

A respeito dos aceleradores, as principais atividades visaram, principalmente: a continuidade do programa de comissionamento dos aceleradores da fonte de luz; o fornecimento de feixe para linhas de luz dentro do prazo e em condições de estabilidade; o suporte às atividades de manutenção e testes com os diversos subsistemas; a continuidade da instalação da linha de diagnóstico de feixe, a CARCARÁ; a definição de parâmetros dos aceleradores para os novos onduladores a serem adquiridos; os estudos de parâmetros e contato com possível fornecedor da cavidade supercondutora passiva de terceiro harmônico e o desenvolvimento de detectores de radiação gama.

Desde o início de 2022, após a parada para instalações e realinhamento do *booster*, o SIRIUS operou regularmente com uma programação que contempla turnos de comissionamento científico de linhas de luz de quarta a sábado e turnos de estudos de máquina e recuperação do feixe após paradas de instalações e manutenção, às segundas e terças. Em geral, as paradas para instalações e manutenções são de duas semanas a cada dois meses. Nestas paradas, o tempo é compartilhado entre instalações de componentes nos aceleradores e nos *front-ends* das linhas de luz, e atividades de manutenção preventivas e corretivas. Neste ano os aceleradores do SIRIUS operaram regularmente seguindo agenda previamente estabelecida, fornecendo feixe de luz síncrotron para experimentos da fase de comissionamento científico das primeiras 6 Linhas de Luz, para comissionamento de novas linhas à medida que atingiam a condição de serem iluminadas, e para estudos de máquina. A alocação de tempo realizada para o SIRIUS nas diferentes atividades em 2022 é mostrada na Figura 85. As principais atividades relacionadas a estudos de máquina nos aceleradores deram continuidade aos trabalhos que visam disponibilizar o feixe de luz dentro dos parâmetros de projeto de intensidade e estabilidade do feixe.

A operação dos aceleradores em 2022 foi feita no modo de decaimento de corrente, com duas injeções diárias, e corrente decaindo do valor inicial de 100 mA até aproximadamente 60 mA ao final do turno de quase 12 horas. Os testes mostram que possivelmente poderemos operar neste modo no ano que vem, 2023. A operação no modo 'top-up' contribuirá para a estabilidade de longo prazo pois permitirá uma carga térmica praticamente constante nos elementos óticos das linhas de luz. Ainda estamos avaliando o efeito das perturbações transientes (com duração de dezenas de mili-segundos) durante os pulsos de injeção, causadas por campos espúrios dos ímãs pulsados. Tanto medidas de atenuação destas fontes de perturbação, como de compensação através de outros ímãs, ou mesmo disponibilização de um sinal sincronizado para cegar as linhas de luz durante as injeções, estão sendo analisadas para mitigar esse efeito.

Além do modo *top-up*, outro parâmetro que ainda precisará ser atingido no anel é a corrente nominal de projeto do SIRIUS de 350 mA. Entretanto, para que possamos aumentar a corrente atual de 100 mA para o valor nominal de 350 mA, é preciso completar a instalação do sistema de radiofrequência (RF) do anel de armazenamento. Atualmente o sistema de RF utiliza uma cavidade temporária, uma cavidade de 7 células construída nos anos 1980 para o colisor PETRA (DESY, Alemanha), e que opera em temperatura ambiente com potência instalada de 120 kW. O sistema de RF definitivo, que irá permitir atingirmos os parâmetros nominais de projeto, é composto por duas cavidades supercondutoras de 500 MHz com 480 kW de potência instalada, e uma cavidade de terceiro harmônico (3HC) de 1.5 GHz supercondutora passiva.

As duas cavidades supercondutoras de 500 MHz já foram adquiridas da empresa Research Instruments (RI), assim como o sistema criogênico, da empresa Linde, com previsão de entrega no LNLS em 2023. Entretanto, não existem fabricantes comerciais para a 3HC de 1.5 GHz no mundo. Os aceleradores que operam com cavidades 3HC de 1.5 GHz geralmente os desenvolvem internamente em centros que contam com laboratórios de desenvolvimento de cavidades de RF supercondutora. Uma das atividades neste semestre consistiu na busca de alternativas para uma cavidade 3HC para o Sirius dentro de prazo e custo razoáveis.

Outra atividade deste ano que podemos destacar é o estudo para definição de tipos e parâmetros de onduladores para as linhas EMA, PAINEIRA, CARNAÚBA e CATERETÊ, para aquisição junto a fornecedores comerciais, e o levantamento e contacto com estes fornecedores.

Neste período também foi implementado o sistema para *feedback* rápido da órbita (FOFB), capaz de atenuar perturbações rápidas de até aproximadamente 200 Hz, complementando o sistema lento (SOFB) já em operação. A operacionalização do FOFB contribuiu para o aumento da estabilidade de posição do feixe nas linhas de luz, atenuando, notadamente, os efeitos de perturbações na frequência da rede (60 Hz), que atualmente são as de maior amplitude. Iniciamos também testes de injeção no modo 'top-up', em que a corrente é mantida aproximadamente constante através de injeções frequentes.

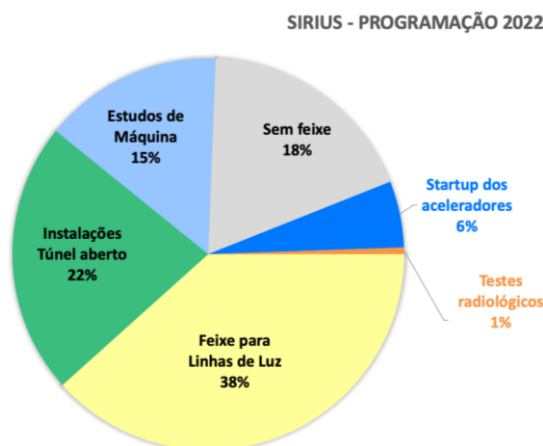


Figura 85: Alocação de tempo no SIRIUS no ano de 2022.

As estatísticas de confiabilidade da fonte de luz para o ano de 2022, definida como o tempo de feixe para linhas de luz entregue dentro do horário programado, foi de 96%, o tempo médio entre as falhas (MTBF) foi de cerca de 32.5 horas e o tempo médio de recuperação (MTTR), de cerca de 1.2 horas. Esses dados estão mostrados mês a mês na Figura 86, e os números integrados no ano, estão apresentados na Tabela 1. Houve 19 quedas de feixe devido a falhas neste período. Embora não haja atividade oficial no campus aos domingos, muitas vezes esses dias são utilizados para as linhas de luz, contabilizando tempo extra de feixe. Assim, o total de horas de feixe entregue é maior do que as horas programadas. As estatísticas de falha por subsistema, integradas no ano, são mostradas na Figura 87.

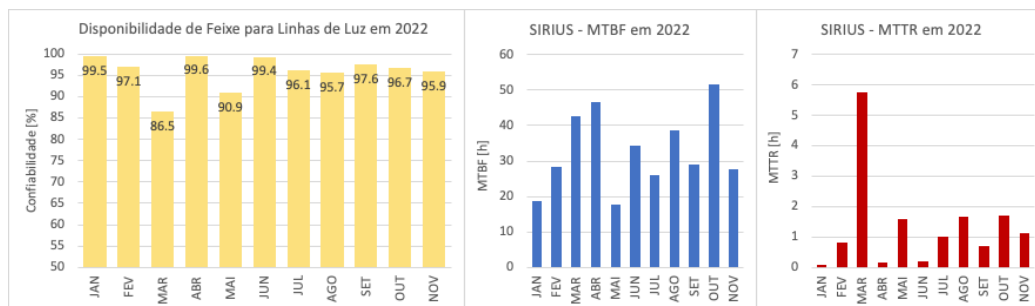
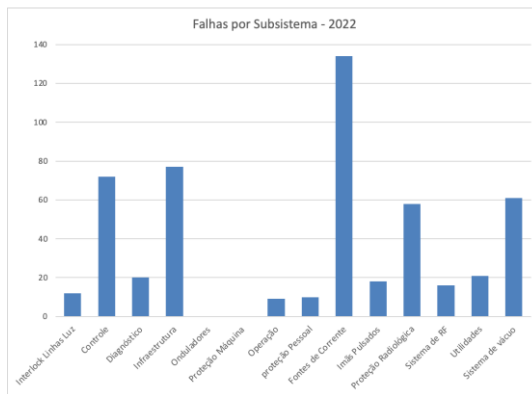


Figura 86: Disponibilidade de feixe para as linhas, tempo médio entre falhas (MTBF) e tempo médio para recuperação de falhas (MTTR) no ano de 2022.



Horas programadas de feixe para linhas	3059.5 h
--	----------

Total de horas entregues	3350.5 h
--------------------------	----------

Horas entregues dentro do prazo	2941.9 h
---------------------------------	----------

Confiabilidade	96.1 %
----------------	--------

Quedas de feixe devido a falhas	19
---------------------------------	----

Tempo médio entre falhas (MTBF)	32.5 h
---------------------------------	--------

Tempo médio para recuperação (MTTR)	1.25 h
-------------------------------------	--------

Figura 87: Estatística de falhas por subsistema para o ano de 2022.

Tabela 1: Estatísticas de 2022.

Comissionamento dos aceleradores

Dentro do programa de comissionamento da fonte de luz, destaca-se a melhoria do desempenho do síncrotron-booster, que foi realinhado no início do ano para compatibilizar sua circunferência na energia de injeção à frequência de RF, resultando em diminuição significativa da perda de corrente ao longo da rampa em energia. Além disso, houve um aumento da eficiência de injeção no anel de armazenamento com a implementação do *emittance exchange* no *booster*. Os estudos relacionados ao anel incluíram também medidas de efeitos coletivos *single-bunch* e *multi-bunch*; medidas de tempo de vida Touschek; investigação de causas para perturbações na órbita do feixe em determinadas frequências com efeitos mais significativos, como 2 Hz, 60 Hz, 64 Hz; implementação de novo método para medida de matriz resposta de órbita; e caracterizações e ajustes nos parâmetros da ótica do anel de armazenamento e nos subsistemas para recuperação da máquina após manutenções.

Os principais resultados atuais de comissionamento dos aceleradores e o status da operação podem ser resumidos conforme abaixo:

- A ótica linear do anel de armazenamento está próxima do projeto após o alinhamento dos aceleradores.
- Procedimentos de calibração da ótica linear com o método LOCO e calibração do centro dos BPMs com relação ao centro magnético utilizando o feixe de elétrons (BBA) são realizados regularmente.

- Operação regular com feixe para linhas de luz com corrente inicial de 100 mA. As condições de estabilidade para 100 mA foram alcançadas com a sintonização da temperatura de operação da cavidade RF temporária Petra7, que não tem amortecimento de modos de ordem superior.
- Tempo de vida do feixe medido de 17 horas a 100 mA, para preenchimento uniforme dos pacotes.
- A eficiência da injeção do *booster* para o anel de armazenamento com *kicker* não-linear (NLK) atingiu valores maiores que 95% com ajustes dos parâmetros de injeção. Esse valor, no entanto, varia bastante pulso a pulso e a média decai com o tempo, sendo necessário procedimento de reotimização.
- Operação regular com 7 dispositivos de inserção: 5 onduladores planares de comissionamento, com ajuste de fase (APU), e 2 dispositivos de inserção do UVX, instalados provisoriamente para iluminação das linhas SABIA (EPU50) e PAINEIRA (W180).
- Operação do anel de armazenamento durante aproximadamente 6 meses com uma câmara de vácuo protótipo de 2.6 m de comprimento para testes, revestida com NEG, com uma seção transversal quadrada, bastante restritiva, de 6.4 mm de lado interno.
- O sistema de feedback transversal e longitudinal de BbB está operando regularmente.

Calibração e medição óptica linear

A óptica linear do anel de armazenamento foi corrigida usando o algoritmo LOCO aplicado à máquina com órbita corrigida após calibração do centro dos BPMs utilizando o método BBA. Atualmente, as calibrações BBA e LOCO são realizadas rotineiramente para verificar as condições da máquina após os períodos de manutenção. O LOCO é bastante eficaz na restauração da simetria da ótica, como pode ser visto nas medidas da função betatron mostradas na Figura 88, e nas medidas das funções de dispersão, mostradas na Figura 89.

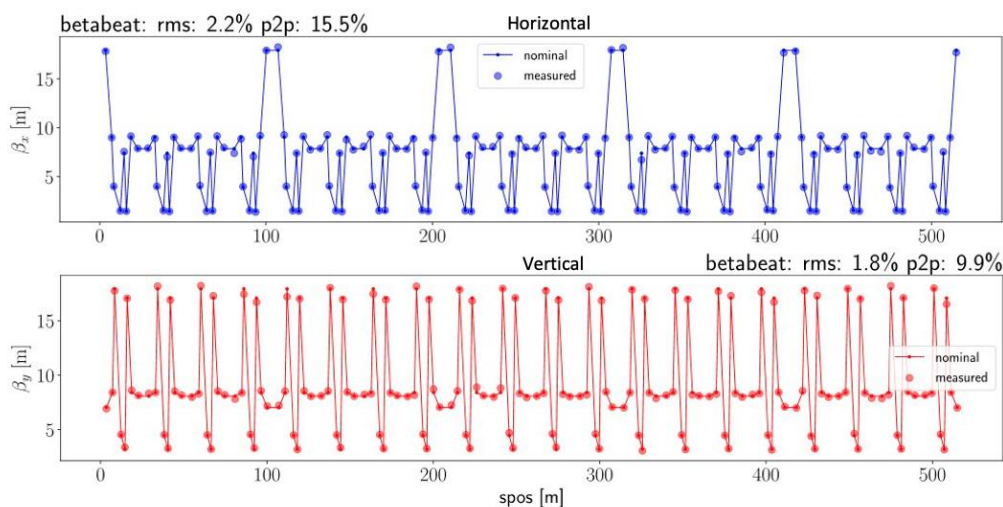


Figura 88 - Funções betatrons medidos em BPMs após a calibração da óptica linear com LOCO e de deslocamentos de BPM com BBA. Os pontos são valores medidos e as linhas são valores do modelo nominal.

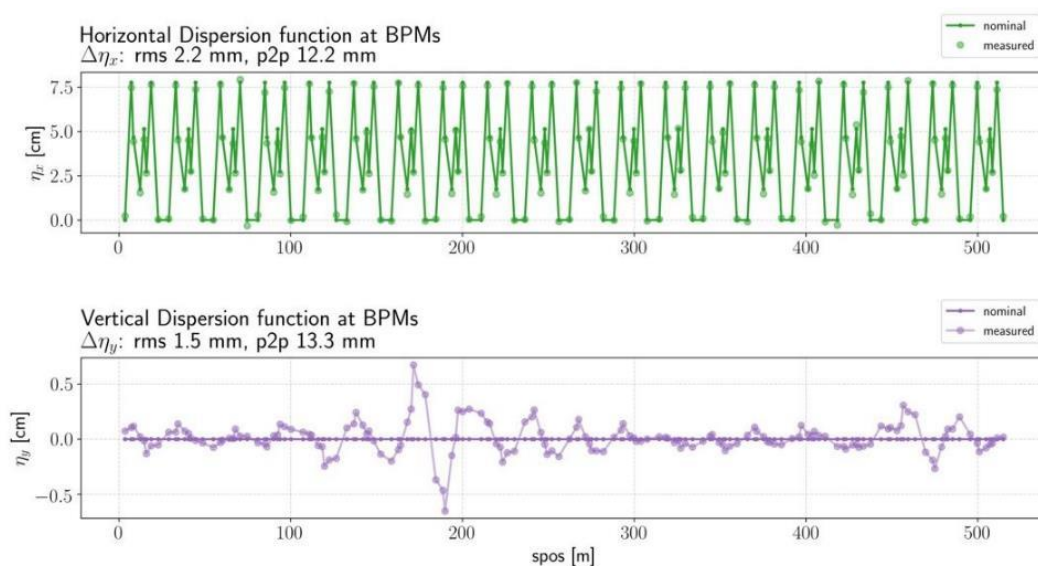


Figura 89: Função de dispersão medida em BPMs.

Abertura dinâmica

A abertura dinâmica (DA) na seção reta de injeção foi medida através da fração de perda de feixe em função da amplitude do *kick* dos pingers horizontais e verticais da máquina. Foram feitas varreduras das amplitudes de *kick* para mapear a abertura na direção radial para vários ângulos. A amplitude da oscilação é extraída dos dados de posição volta-a-volta registrados nos BPMs. A abertura dinâmica é definida aqui como a amplitude na qual ocorre uma perda de feixe >5%. Em março de 2022, uma câmara de vácuo protótipo foi instalada em uma das seções retas de baixo beta do anel de armazenamento, para testar o desempenho do revestimento NEG. Esta câmara de 2.6m de comprimento é muito restritiva em termos de abertura (BSC) para o plano horizontal, com uma seção transversal quadrada de 6.4 mm de lado, orientada em forma de diamante. Atualmente, esta câmara está limitando a abertura horizontal da máquina, reduzindo-a de 11.25 mm para 9.65 mm. Essa restrição teve um pequeno efeito sobre a abertura dinâmica medida. Os resultados de DA medido antes e depois da instalação da câmara de vácuo são mostrados na Figura 90.

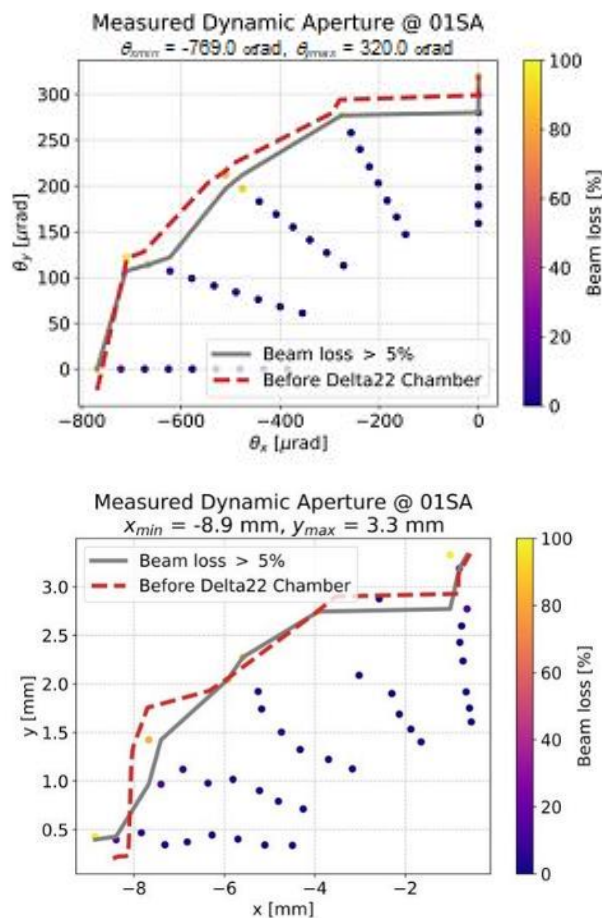


Figura 90: Medida da abertura dinâmica no trecho de injeção. As linhas indicam as amplitudes de oscilação do feixe induzidas pelos pingers, para as quais a perda de feixe é de >5%. As linhas tracejadas são valores medidos antes da instalação da câmara de vácuo protótipo. Esquerda: coordenadas dos gráficos são kicks dos pingers usados para medir a abertura.

Cromaticidade e acoplamento

As cromaticidades de operação SIRIUS são definidas como +2,5 em ambos os planos, de acordo com as especificações de projeto. As cromaticidades de ordem superior medidas apresentam uma pequena diferença em relação ao modelo, conforme mostrado na Figura 91. A razão dessa discrepância ainda não é totalmente compreendida e faz parte do estudo de otimização não linear em andamento.

O acoplamento transversal do feixe é medido pelo método de mínima aproximação das sintonias betatron, como mostrado na Figura 92.

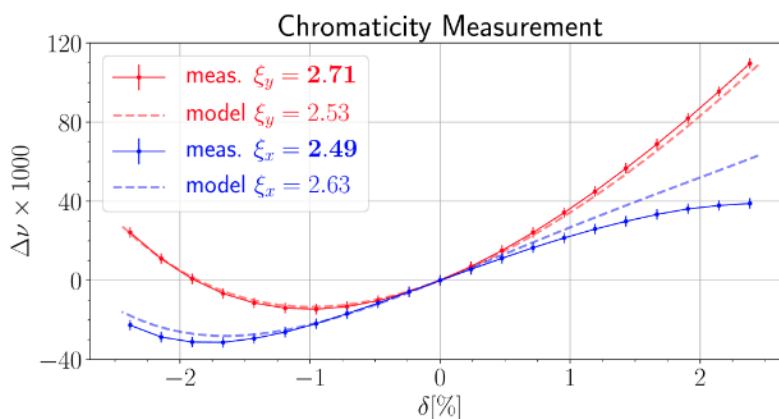


Figura 91: Cromaticidades horizontais (azuis) e verticais (vermelhas). Os valores medidos são comparados aos valores do modelo (tracejado). As cromaticidades lineares são definidas como +2,5 em ambos os planos.

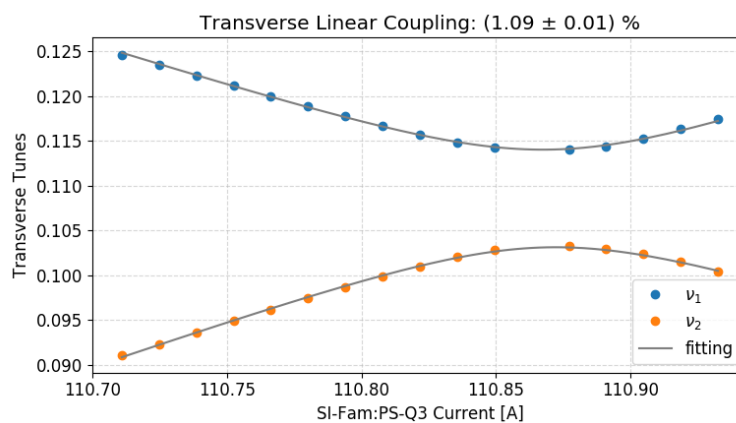


Figura 92: Medida de acoplamento pelo método de mínima separação das sintonias betatron.

Tempo de vida do feixe

O tempo de vida total do feixe durante os turnos de usuários para preenchimento uniforme é mostrado na Figura 93. Alguns parâmetros de operação são mostrados na Tabela 2

Modo de operação	Decaimento
Número de injeções/dia	2
Padrão de preenchimento	Uniforme
Número de pacotes	864
Corrente inicial	100 mA
Tempo de vida total @ 100 mA	17 h

(H,V,L) Feedback BbB	Em operação
Razão de emitância estimada	3 %

Tabela 2: Principais parâmetros de operação do SIRIUS

O tempo de vida atual é limitado pelo chamado efeito Touschek. Experimentos que tentam medir a contribuição de cada efeito para o tempo de vida total do feixe estão em andamento. Em particular, um experimento com 2 pacotes simultâneos na máquina com alta e baixa corrente está sendo estudado, mas os resultados ainda não são conclusivos.

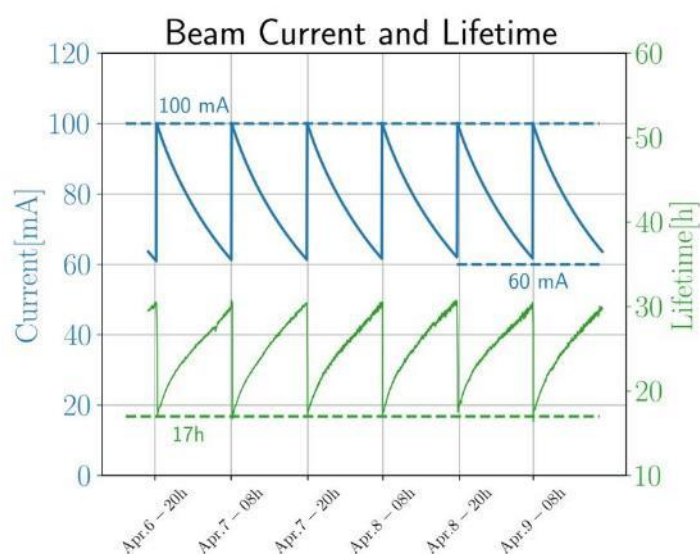


Figura 93: Medida de tempo de vida total do feixe para SIRIUS durante a operação regular para usuários.

Estabilidade da Órbita do Feixe

O espectro de órbita foi medido utilizando dados de BPM adquiridos a uma taxa de amostragem de 25 kHz. As medidas mostram um pico de perturbação maior na frequência da rede de 60 Hz. Para BPMs em regiões dispersivas da rede, aparece um pico adicional de perturbação em torno de 1.5kHz (frequência síncrotron) na órbita horizontal. Este pico está relacionado a oscilações horizontais induzidas por oscilações de energia causadas pelo ruído de rf (em torno de harmônicos de 64Hz). Outras perturbações acontecem durante a injeção do feixe, causadas pelo rampeamento do booster a 2 Hz e pelo campo de fuga dos septa e campo residual do NLK.

Durante o segundo semestre de 2022, testes realizados pelo grupo de RF identificaram a causa do ruído em 64 Hz, que foi suprimido com adição de filtros passa-alta no pré-*front-end* do LLRF do sistema de RF.

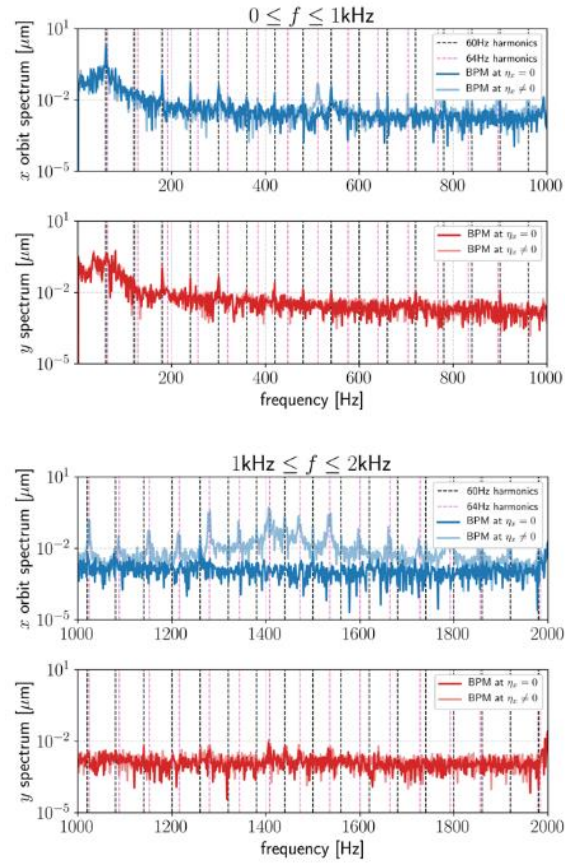


Figura 94: Espectro de órbita horizontal (acima) e vertical (abaixo) medido em 2 BPMs, um em uma região não dispersiva (curva escura) e outro em uma região dispersiva (curva de luz).

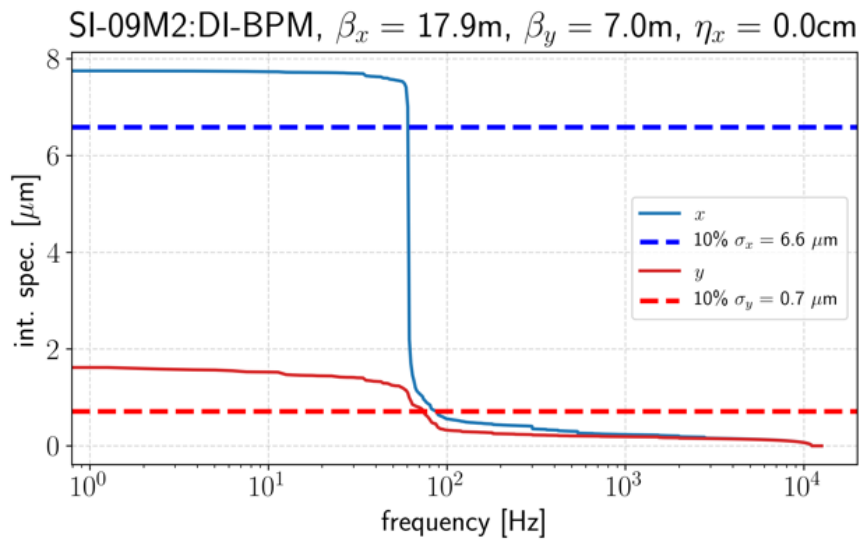


Figura 95: Espectro integrado de dados adquiridos de BPM a uma taxa de amostragem de 25 kHz. As linhas tracejadas representam 10% do tamanho do feixe. Esquerda: BPM não dispersivo. Direita: BPM dispersivo.

Otimização do Injetor

Um realinhamento de *booster* foi realizado no início de 2022 para casar sua circunferência na energia de injeção à frequência de RF do anel de armazenamento, reduzindo assim a órbita *off-energy* do feixe injetado do Linac nas primeiras voltas no *booster*. A eficiência de rampa do feixe aumentou de cerca de 15% para cerca de 70% após esse ajuste.

A eficiência da rampa completa em energia também foi otimizada, principalmente através do ajuste das configurações de órbita e sintonia ao longo da rampa. A Tabela 3 mostra a eficiência de transmissão do feixe em cada acelerador, desde o Linac até o anel de armazenamento. A eficiência global de todo o injetor é de cerca de 60%.

Os principais problemas relacionados ao injetor estão ligados à não repetibilidade do injetor, reduzindo a eficiência da injeção ao longo do tempo. Este problema tem sido correlacionado com a variação da temperatura dos septa pulsados e alternativas de mitigação estão sendo estudadas.

Tabela 3: Eficiência de transmissão do feixe para cada etapa da injeção

Acelerador	Eficiência [%]
Linac	> 95
LTB	> 95
Booster*	~ 70
BTS	> 95
Injeção no anel	~ 90

*perdas em baixa energia

Troca de emitância no booster

Estudos para implementar a troca de emitância no *booster* foram realizados para melhorar a eficiência da injeção no anel de armazenamento através da redução da emitância horizontal e consequente redução do tamanho horizontal do feixe. Os resultados foram positivos e o booster passou a operar regularmente com a troca de emitâncias incorporada à rampa de energia. Para alcançar este resultado, as sintonias cruzam a ressonância de diferença a cerca de 2 ms antes da extração do booster, com acoplamento de ~ 0,6%, como mostrado na Figura 96.

A Figura 97 mostra os tamanhos dos feixes medidos na primeira tela YAG na linha de transporte BTS, logo após a extração do booster, em função da aproximação das sintonias na energia de extração.

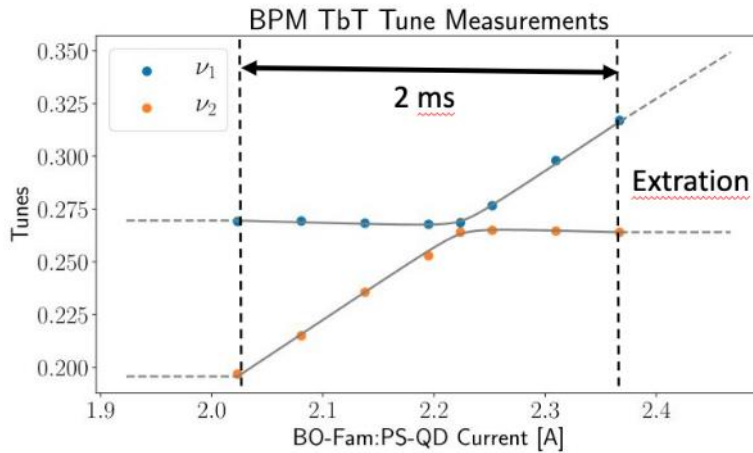


Figura 96: Medida do acoplamento no booster através de dados turn-by-turn do BPM, mostrando o cruzamento das sintonias 2 ms antes da extração do feixe.

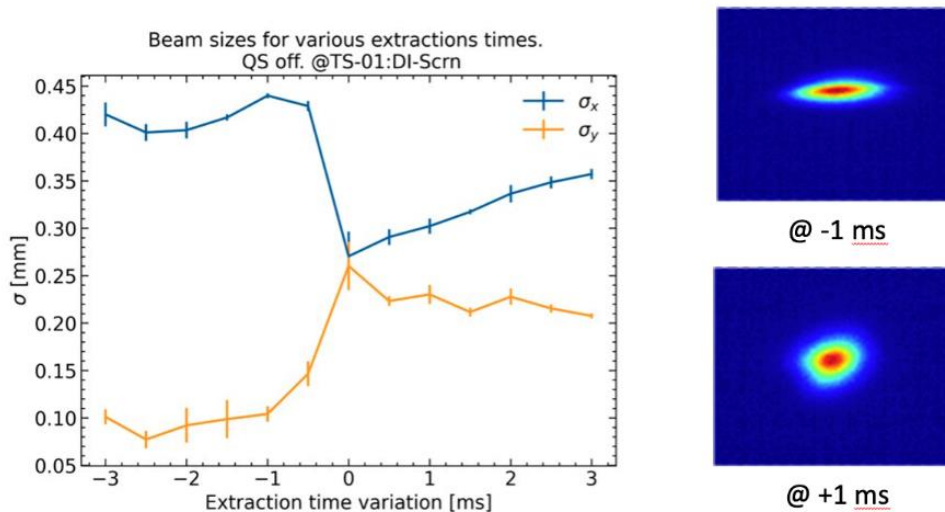


Figura 97: Tamanhos de feixe medidos na primeira tela YAG na linha de transporte BTS, logo após a extração do booster, em função da aproximação das sintonias na energia de extração.

Efeitos Coletivos

A estabilidade do feixe atualmente em termos de efeitos coletivos é garantida pela operação em loop fechado de três sistemas de feedback BbB, um para cada plano. No plano longitudinal, o feixe é naturalmente instável a 100 mA devido a uma instabilidade de pacotes acoplado (CBI) com limiar de corrente de aproximadamente 85 mA, que pode ser causada por um modo de ordem mais alto da cavidade RF Petra7 atualmente em uso. As oscilações de fase residual na operação com loop fechado estão associadas ao modo acoplado 0 e são devido ao ruído introduzido pelo sistema RF. A Figura 98 mostra a oscilação de fase residual do feixe durante a operação.

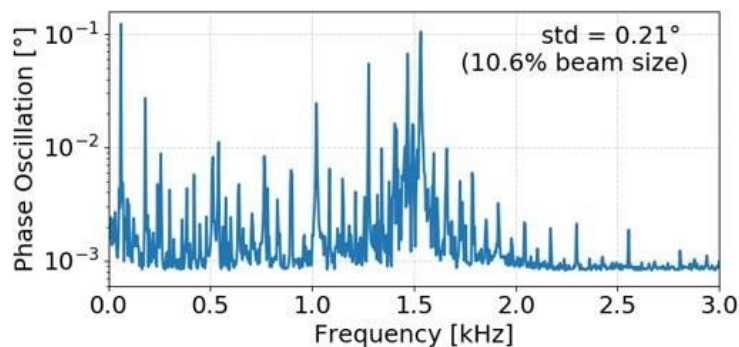


Figura 98: Oscilações de fase longitudinal do feixe. Observe a frequência síncrotron em torno de 1,5kHz e os vários picos introduzidos pelo ruído no Sistema de RF.

Efeitos coletivos no plano transversal estão sendo medidos e comparados a modelos de simulação, com resultados ainda preliminares.

Medidas de comprimento do pacote

O comprimento de um único pacote em função da corrente foi medido com a streak-camera recém-instalada e ainda sob comissionamento. Os resultados preliminares são mostrados na Figura 99, juntamente com os resultados da simulação com o modelo de impedância atual. O alongamento esperado do pacote é duas vezes menor do que o valor medido. Esse resultado ainda precisa ser investigado no futuro, mas erros sistemáticos na medida ainda precisam ser analisados.

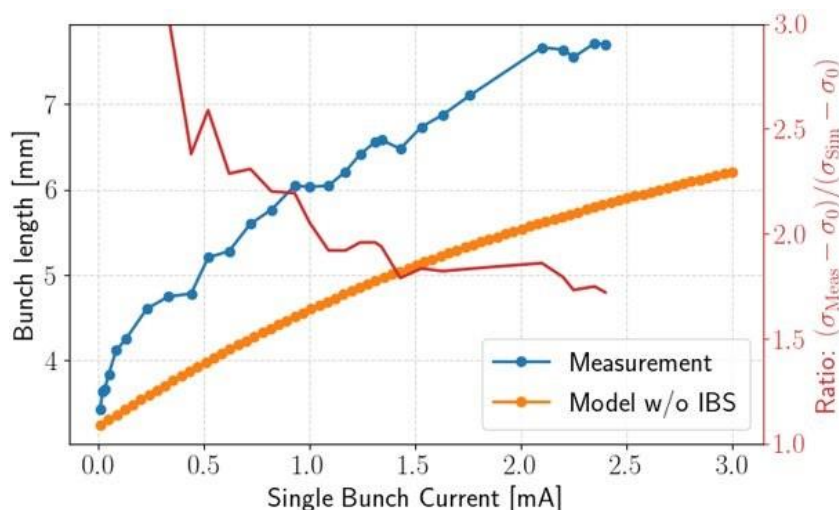


Figura 99: Medidas preliminares (azul) de comprimento de um pacote único em função da corrente usando a streak-camera instalada na linha de luz IMBUJA. Os valores esperados do modelo (laranja) sem efeitos IBS também são mostrados para comparação.

A dependência das sintonias transversais para um pacote único com a corrente foi medida para diferentes valores de cromaticidade. A Figura 100 mostra os valores para cromaticidade 0.0, em comparação com a previsão do modelo, que considerou o alongamento simulado do pacote. Há um acordo razoável entre ambos, principalmente no plano horizontal. No plano vertical, o

modelo prevê instabilidade de modo acoplado em aproximadamente 1.8 mA, mas o feixe ficou instável a uma corrente de 1.4 mA.

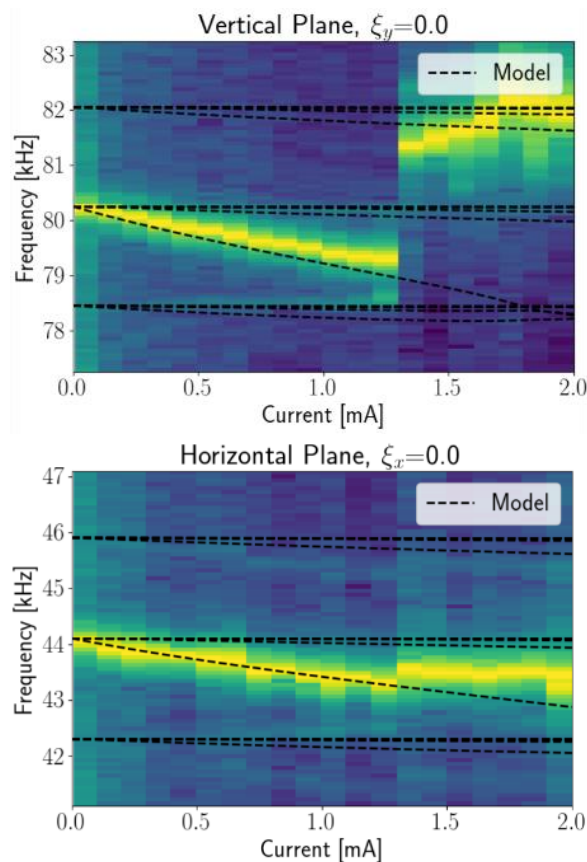


Figura 100: Mudança de sintonia medida em função da corrente de pacote único em comparação com o modelo. Esquerda: plano vertical. Direita: plano horizontal.

Operação em Modo Top-Up

A operação em modo *top-up* consiste em manter a corrente no anel de armazenamento em valor estável através de injeções frequentes de valores baixos de corrente, durante turno de feixe para linhas de luz. A corrente mais estável mantém a carga térmica constante durante longos períodos de tempo, tanto nas linhas de luz como nos aceleradores, contribuindo para a estabilidade de longo prazo. A operação em modo *top-up* requer alguns cuidados para sua implementação, já que a injeção de carga no anel acontece durante a operação para linhas de luz, com o bloqueio de gama aberto, e com onduladores em condições de uso nas linhas. Além da implementação de sistema de intertravamento que permite o processo de injeção apenas em perfeitas condições do anel, ou seja, apenas quando há feixe estocado, é preciso que se garanta alta eficiência de injeção mesmo com os onduladores em gaps e fases arbitrárias. Esta condição que não é necessária no modo de decaimento, em que se pode colocar os onduladores em condições pré-determinadas durante a injeção. Além disso, o processo de injeção causa perturbações transientes no feixe, com duração de dezenas de milissegundos e amplitude máxima de centenas de micrômetros, devido a campos espúrios de ímãs pulsados. Os efeitos destas perturbações estão sendo analisados pelas linhas de luz, e poderão determinar as condições ótimas para este regime de operação, como o período entre injeções e número de

pulsos por injeção. Os transientes de injeção poderão determinar, ainda, a necessidade ou não de sinais sincronizados com os pulsos de injeção para que dados obtidos nas linhas sejam desconsiderados nos instantes em que há perturbação do feixe.

Parâmetros de top-up

Testes iniciais foram realizados com injeções em diferentes intervalos de tempo e diferentes números de pulsos por injeção. Nos casos em que o período entre injeções e o número de pulsos por injeção são fixos, estamos implementando um esquema de *feedback* da carga injetada por pulso através de ajuste na tensão de bias do canhão, para que se possa ajustar a corrente injetada por pulso necessária para manter a corrente dentro de uma janela pequena. A Figura 101 mostra a corrente do anel durante testes de injeção *top-up* realizados para validação tanto do sistema de controle como de ajustes de parâmetros do sistema de feedback de corrente injetada.

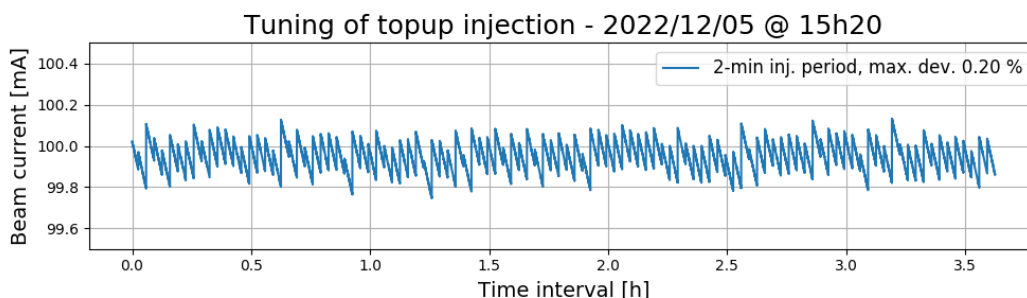


Figura 101 Testes de top-up com um pulso a cada 2 minutos e feedback de carga injetada por pulso através de ajuste da tensão de bias do canhão.

Parâmetros do injetor

No regime de operação *top-up*, o sistema injetor deve operar quase que continuamente, em modo otimizado para fornecer máxima carga injetada por pulso. Assim, as condições de operação neste modo foram inicialmente definidas para modo de preenchimento uniforme dos pacotes do anel de armazenamento, com o Linac em modo de corrente multi-pulso, entregando uma carga de aproximadamente 1 nC em um macro-pulso de 150 ns. A carga é ajustável dentro de um determinado range através do ajuste da tensão de bias do canhão. Os ímãs da rede magnética do *booster* permanecem em operação contínua de rampeamento, com taxa de ciclagem de 2 Hz, e os ímãs pulsados de injeção, *septa* e *kickers*, pulsam apenas durante a injeção de carga.

Para que o perfil de preenchimento de corrente no anel seja aproximadamente uniforme, a lista de aproximadamente 75 pacotes a serem preenchidos é sequencialmente deslocada a cada injeção.

Dinâmica de Feixe

Otimização da abertura dinâmica do anel de armazenamento

O trabalho de otimização experimental da abertura dinâmica do SIRIUS está sendo preparado para início dos experimentos em dezembro de 2022, e consiste no emprego de algoritmos de otimização online que utilizam estratégias de procura pelo ótimo da função objetivo (abertura dinâmica) mediante variações no espaço de parâmetros (famílias de sextupolos). Durante o segundo semestre de 2022, foram realizados testes de integração de um algoritmo de otimização online, o *Robust Conjugate Direction Search* (RCDS), aos sistemas de controle dos aceleradores. Como um teste inicial, foi realizada a otimização online da eficiência de injeção mediante variações de posição e ângulo do feixe de elétrons na saída da linha de transporte (TS) e variações da força do campo do NLK. A rotina de otimização foi capaz de encontrar combinações ótimas neste espaço de parâmetros 5-dimensional que resultaram em eficiências de injeção em torno de 95%, conforme mostra a Figura 102.

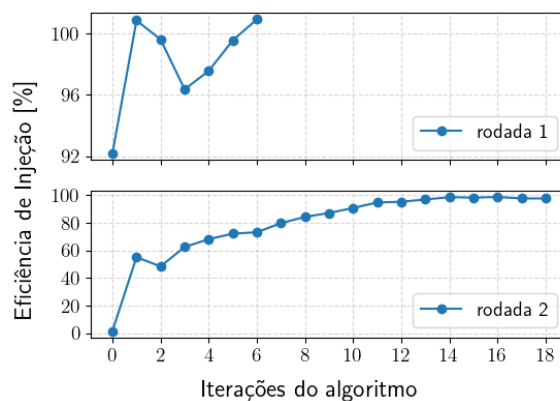


Figura 102 Histórico de eficiência de injeção em função das iterações do algoritmo. Na primeira rodada, o algoritmo partiu de configurações de posição, ângulo e força do NLK que rendiam uma eficiência de injeção de 85+-5 % e encontrou configurações que levaram à eficiência de 98+-2%, em 6 iterações (buscas ao longo dos 5 parâmetros). Na segunda rodada, as configurações foram variadas deliberadamente para piorar a eficiência de injeção e o algoritmo foi capaz de recuperar a eficiência de 94+-3, partindo do zero.

Estudos dos efeitos da cavidade de terceiro harmônico (3HC) no feixe de elétrons

Atingir a corrente de 350 mA e um tempo de vida superior a 10 h no anel de armazenamento estão entre as metas de parâmetros para Fase 1 do SIRIUS. A instalação de uma cavidade de terceiro harmônico (3HC) passiva e supercondutora é uma etapa importante para se atingir estes parâmetros. A frequência de RF base do SIRIUS é 500 MHz, de modo que os campos eletromagnéticos nesta cavidade harmônica terão uma frequência de oscilação 3 vezes maior, 1.5 GHz. O modo de operação passivo significa que a fonte de potência para gerar os campos da cavidade é o próprio feixe de elétrons armazenado no anel.

Este tipo de cavidade modifica a focalização longitudinal dos elétrons, de modo que é possível ajustar os campos gerados pela 3HC para reduzir esta focalização e conseqüentemente alongar o comprimento de equilíbrio dos pacotes. Como o efeito dominante para o tempo de vida no anel do SIRIUS depende da densidade de elétrons por pacote, o alongamento do comprimento

reduz a densidade eletrônica e aumenta o tempo de vida do feixe, portanto. Além disso, pacotes de elétrons com comprimento maior têm menor interação com as impedâncias da máquina devido a sua composição de frequências e, deste modo, há menor deposição de potência e possível aquecimento de dispositivos do acelerador.

Uma das vantagens do uso de cavidades harmônicas é seu efeito majoritariamente restrito à dinâmica longitudinal, isto é, os demais parâmetros de equilíbrio do feixe, por exemplo a emitância e a dispersão de energia do feixe, são mantidos constantes. Manter tais parâmetros fixos é fundamental para se manter o brilho e qualidade da luz síncrotron gerada para as linhas de luz.

Do ponto de vista das simulações dos efeitos de 3HC no feixe, uma primeira etapa consiste em analisar os impactos no equilíbrio longitudinal dos elétrons. Sendo a 3HC passiva, os campos na cavidade dependem diretamente do perfil de preenchimento de corrente nos pacotes. Para a Fase 1 do SIRIUS, está planejado o modo de operação com preenchimento uniforme dos pacotes. Neste caso, por simetria, todos os pacotes são equivalentes e há fórmulas analíticas da tensão de equilíbrio presente na cavidade harmônica. Uma vez que esta tensão harmônica é obtida, é possível calcular a correspondente distribuição longitudinal de equilíbrio dos pacotes.

Em casos mais gerais, pode haver não-uniformidades no perfil de preenchimento dos pacotes, seja por efeitos de imperfeições naturais de um sistema de injeção real (todos os pacotes exatamente iguais é um caso idealizado), ou também por diferentes modos de operação em que intencionalmente há gaps (pacotes sem elétrons) no preenchimento. Por conta disso, também é importante estudar os efeitos da 3HC com perfis de preenchimento não-uniformes e nestes casos não há uma função fechada para tensão harmônica, como na situação mais simples de preenchimento uniforme.

De modo geral, determinar o equilíbrio longitudinal com a 3HC consiste em resolver um problema autoconsistente para distribuição dos pacotes. A distribuição de elétrons inicial induz campos na cavidade, que por sua vez interage novamente com os elétrons, alterando sua distribuição que voltam a gerar novos campos. O equilíbrio é atingido quando esse processo converge para um ponto-fixo, em que as distribuições inicial e final são iguais, bem como os campos na 3HC. Este tipo de simulação é chamado de semianalítica ou solver, dado que é um algoritmo de resolução de um problema de ponto-fixo.

Durante o período de 2022, o cálculo semianalítico de equilíbrio longitudinal na presença de impedâncias genéricas na máquina, além de perfis de preenchimento arbitrários, foi implementado numericamente. Inicialmente o objetivo principal do desenvolvimento foi a aplicação para o caso da impedância da 3HC. Apesar disso, a ferramenta computacional desenvolvida é bastante flexível para ser aplicada para incluir outras impedâncias da máquina. Uma grande vantagem deste solver é seu baixo custo computacional frente a alternativas como tracking, que depende da simulação da evolução das equações de movimento de dezenas de milhares de elétrons por milhares de voltas no anel de armazenamento até se atingir o equilíbrio. Esta maior velocidade de simulação de um solver permite o estudo de diversos cenários de operação da 3HC em um tempo factível.

Uma verificação importante do solver é o comparativo da distribuição longitudinal com o resultado obtido por tracking. Para testar o código implementado, foi feito um benchmarking dos resultados de equilíbrio longitudinal usando os parâmetros do anel de armazenamento do SIRIUS e os parâmetros da 3HC produzida pelo Shanghai Synchrotron Radiation Facility (SSRF), que está sendo considerada para instalação no SIRIUS. Foi utilizado um perfil de preenchimento fictício com o intuito de comparar os efeitos da 3HC devido a não-uniformidade dos pacotes (o caso de preenchimento uniforme é trivial de verificar). Os resultados deste teste estão apresentados na Figura 103 e Figura 104.

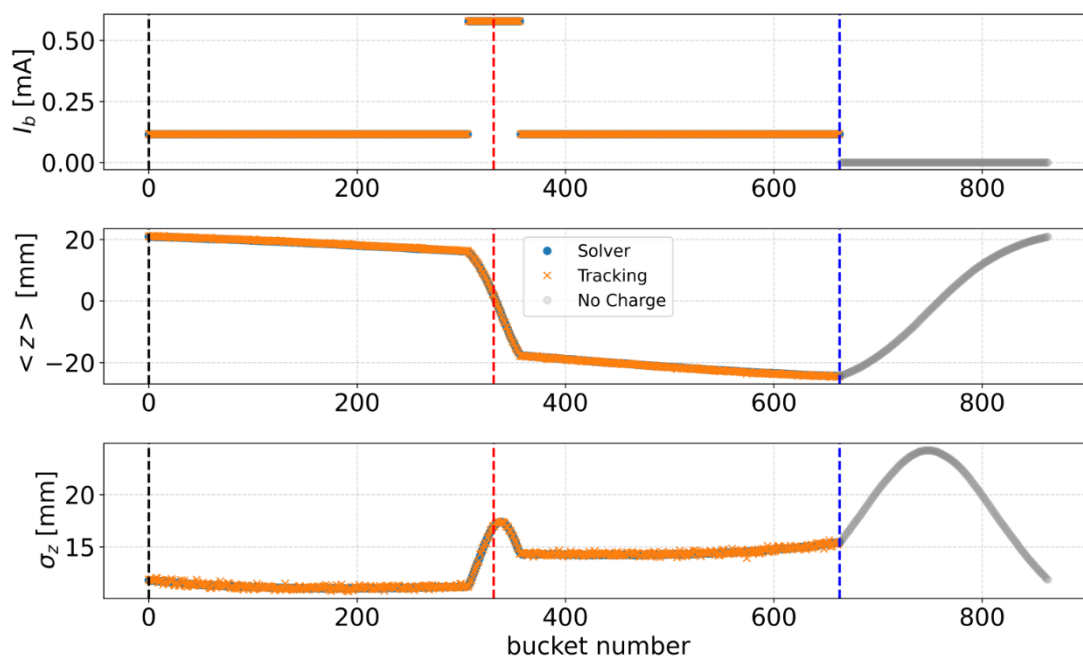


Figura 103 Comparativo dos resultados de equilíbrio longitudinal obtidos com o cálculo semi-analítico (solver) e tracking na presença da 3HC com os parâmetros do SIRIUS. Os mesmos parâmetros foram utilizados para ambas as simulações. O perfil de preenchimento está

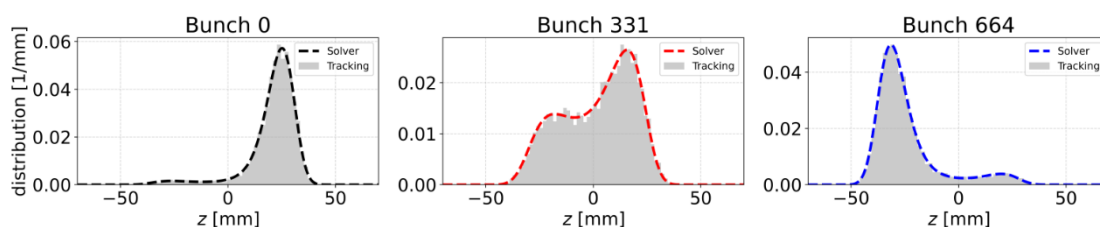


Figura 104 Distribuição longitudinal obtida para os pacotes de número 0, 331 e 664, obtido pelo tracking e pelo solver. O código de cores do contorno pontilhado corresponde ao índice do pacote representado como retas verticais na Figura 103

É importante mencionar o tempo de cálculo envolvido em cada tipo de simulação. Para obter a distribuição de equilíbrio por *tracking*, foram simuladas 10 mil partículas em cada um dos 864 pacotes por 500 mil voltas, processo que levou cerca de 12h para ser finalizado. Por outro lado, no mesmo computador, o código do solver levou poucos segundos para convergir para distribuição de equilíbrio.

Obter o equilíbrio longitudinal é uma etapa importante no estudo dos efeitos de 3HC no feixe de elétrons. A sequência natural dos estudos envolve investigar os efeitos dinâmicos para avaliar a estabilidade da solução de equilíbrio frente a perturbações, o que está planejado para os próximos passos desta frente de trabalho da DAC.

Dispositivos de Inserção

Análise de campos de IDs do UVX e simulação no SIRIUS

Dois dispositivos de inserção (IDs) usados no antigo anel UVX de armazenamento do LNSL foram instalados como fontes de luz síncrotron para comissionamento de duas linhas do SIRIUS. O primeiro destes é o WIG180, instalado em setembro e que serve à linha de luz PANEIRA. Este dispositivo é um *wiggler* híbrido planar de período 180 mm construído pela STI Optronics e que chega a um campo de 2T no gap mínimo de 22 mm. No SIRIUS ele está sendo operado com gap fixo de 49.73 mm e campo de 0.95T. O WIG180 gera luz horizontalmente polarizada (HP) com seu campo magnético vertical.

O segundo dispositivo, instalado em novembro para a linha SABIÁ, é o ondulator EPU50 de período 50 mm. Este ondulator é do tipo APPLE-II e foi desenvolvido e construído pelo próprio LNSL. O EPU50 é capaz de, através de movimentações longitudinais de seus cassetes de Halbach, gerar luz de diferentes polarizações, desde a linear vertical (PV) até a horizontal (PH), passando por polarizações elípticas e circulares (PC) em suas configurações intermediárias. A varredura de energia de seus harmônicos em cada polarização é feita através de movimentação do gap, que vai de 22 mm a 300 mm. O EPU50 até o momento foi comissionado no gap de 36 mm mas a SABIÁ deverá usar no futuro próximo todas as polarizações em fase e bandas de energia permitidas pelo dispositivo.

Previamente às instalações dentro do túnel dos aceleradores estes dois IDs foram reconicionados e tiveram seus campos magnéticos medidos em bancada Hall novamente. As medidas consistiram em, para cada configuração do ID, mapas bi-dimensionais das três componentes de campo em planos verticais paralelos ao plano da trajetória do feixe de elétrons. A Figura 105 mostra a amplitude do campo medido do WIG180 em função do gap do *wiggler*, e a amplitude do campo medido para o EPU50 na configuração de polarização circular. Como exemplo, o gráfico [epu50-hp-field-by.png] mostra o campo do EPU50 na fase de PH e em gaps para os quais há mapas medidos. Para melhor visualização do carácter senoidal do campo do ondulator apenas a região inicial do ID, com sua terminação e seus nos primeiros oito períodos, estão no gráfico.

Estas medidas foram analisadas e usadas nos cálculos de trajetórias dos elétrons do feixe sujeitos aos campos do dispositivo. As trajetórias são obtidas através do método Runge-Kutta (RK) de integração numérica (veja Figura 106) em que o campo magnético em cada ponto no

espaço é interpolado dos mapas 2D de campos medidos. Durante este processo de análise ferramentas foram desenvolvidas e encapsuladas em uma biblioteca padronizada que poderá ser reutilizada com futuros dispositivos para o SIRIUS.

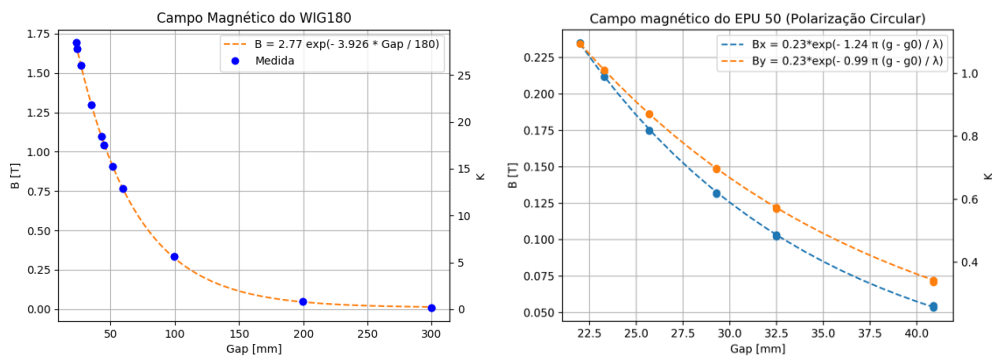


Figura 105 Esquerda: amplitude de campo magnético medido do WIG180 em função do gap. Direita: amplitude do campo medido para o EPU50 na fase de polarização circular.

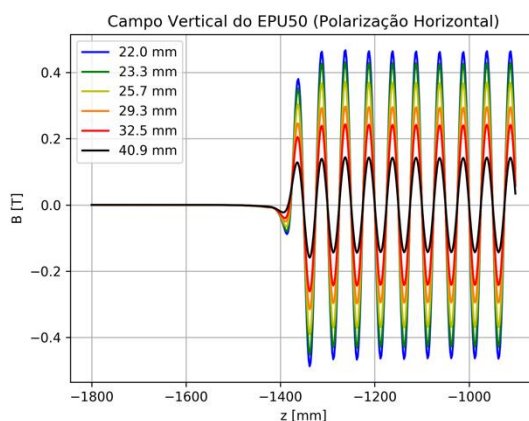


Figura 106 Campo do EPU50 na fase de polarização horizontal em gaps onde foram feitas medidas magnéticas.

Correção de Órbita

As integrais residuais dos campos dos IDs geram deslocamentos e desvios angulares no feixe que se traduzem em uma perturbação da órbita fechada ao longo de todo anel e devem, portanto, ser corrigidos. Para este fim, ímãs locais corretoras foram instaladas juntamente com os IDs: duas corretoras horizontais para o WIG180, uma antes e uma depois do *wiggler*, e dois pares de corretoras para o EPU50, um par relativo a cada direção transversal. Para estas corretoras foram utilizadas fontes padrão de baixa potência amplamente empregadas no SIRIUS e cujo software de controle já estava pronto. Estas fontes bipolares produzem correntes de até 10A.

As trajetórias RK com os campos dos IDs foram analisadas de modo a determinar se as integrais residuais eram baixas o suficiente para garantir que as corretoras locais teriam força para a correção de posição e ângulo em qualquer configuração dos dispositivos. Durante o comissionamento dos IDs, as forças destas corretoras são encontradas na prática registrando-se as distorções de órbita do feixe provocadas pela movimentação de gap e ajustando-se as correntes das fontes necessárias para a correção de tais distorções (ver Figura 107). No caso do WIG180 no gap de 49.73 mm, as correntes encontradas foram de +0.96A e -0.26A. No caso do EPU50 uma tabela deverá ser construída para cada polarização e gap do ondulador e usada em um sistema de correção local com *feedforward*. No momento, com sua operação fixa em 36 mm, a órbita horizontal é corrigida com as correntes de +0.85A e -0.16A para as corretoras horizontais e de +0.20A e -1.42A para as verticais. Estes valores encontrados estão, como havia sido estimado, bem acomodados dentro da janela de operação das fontes dipolares.

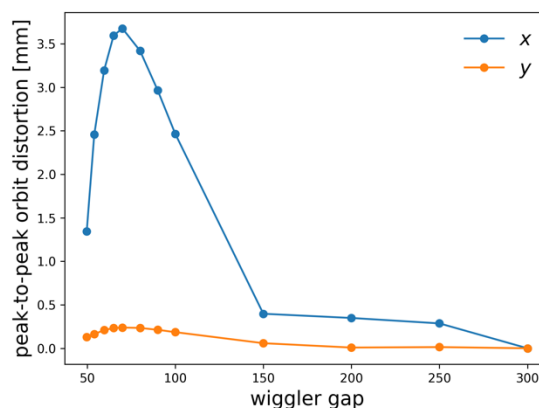


Figura 107 Distorções de órbita pico-a-pico em função do gap do wiggler WIG180, devido a erros de integral.

Correção de Ótica

Além do efeito sobre a órbita foi analisado também o efeito dos IDs sobre a ótica do feixe. Para incluir estes efeitos nos nossos modelos do SIRIUS usamos o formalismo de Elleaume, no qual mapas de *kicks* gerados das trajetórias RK são usados para descrever o efeito do campo sobre as coordenadas dos elétrons no espaço de fase da dinâmica transversal. O mapa de *kick* em cada direção representa a deflexão da trajetória sofrida naquele plano em função das coordenadas transversais de entrada nos IDs. Com estes mapas de *kicks* nos nossos modelos do anel conseguimos calcular variações de sintonias, as distorções de ótica (*beta-beating*), mudanças no acoplamento da dinâmica transversal e possíveis reduções da abertura dinâmica através de tracking volta-a-volta.

Os trechos retos que servem às linhas PAINEIRA e SABIÁ (trecho 14SB com o WIG180 da primeira linha e trecho 10SB com o EPU50 da segunda) correspondem aos chamados de trechos de baixo beta cujas perturbações de campo provocam respostas reduzidas na ótica do anel. No caso do WIG180, que é um *wiggler* planar, e na configuração de operação atual do EPU50, com polarização horizontal, apenas a focalização vertical intrínseca é esperada. Esta focalização muda a sintonia vertical da ordem de 0.0025 para o *wiggler* e de 0.0001 para o ondulador, em suas configurações atuais de operação em gap fixo.

As distorções das funções óticas beta dos dois IDs foram calculadas a partir do modelo do anel com os mapas de *kicks* nos trechos correspondentes. No caso do WIG180 no gap de operação, o *beta-beating* é da ordem de 5% na horizontal e 3% na vertical. No caso do EPU50 o *beta-beating* calculado é menor que o que conseguimos medir usando análise PCA de dados volta-a-volta de BPMs com feixe *kickado*. Durante o comissionamento destes IDs, fizemos a análise LOCO da matriz resposta de órbita e constatamos uma variação das forças quadrupolares compatíveis com as estimativas pelo modelo (ver Figura 108) com as variações de correção quadrupolar para a correção do WIG180). Com as fontes de trim dos quadrupolos restauramos a simetria da ótica usando nosso algoritmo padrão baseado no modelo LOCO calibrado.

Caracterizamos o efeito dos IDs sobre o acoplamento linear global da ótica através da medida de separação mínima entre as sintonias. Observamos uma mudança do valor de operação do acoplamento de 1% para 1.5% no caso do WIG180 (gap de 49.73 mm), como pode ser observado na Figura 109, e uma redução para 0.5% com o EPU50 (gap de 36 mm). A correção deste acoplamento para o valor de operação foi feita de modo a restaurar o tempo de vida e a razão das emitâncias que são da ordem de 17 horas e 2.5%, respectivamente. Esta correção é implementada com os quadrupolos *skew* disponíveis nos trechos acromáticos M1 e M2. Não foi necessário num primeiro momento fazer correção de acoplamento local usando os dois quadrupolos *skew* instalados juntos com o EPU50.

Por último, os cálculos de abertura dinâmica e aceitância em energia por *tracking* com estes dois dispositivos nos nossos modelos do SIRIUS mostraram que para suas configurações atuais de operação não há redução significativa além das restrições físicas das câmaras de vácuo já existentes. Isto foi comprovado pelo fato da eficiência de injeção com os IDs não ter sido comprometida. Também corrobora estas simulações a medida de tempo de vida após a correção de acoplamento, que permaneceu em seu patamar original.

No início do primeiro semestre de 2023 experimentos de máquina serão agendados para uma caracterização pormenorizada e mais sistemática dos efeitos destes dois dispositivos de inserção na ótica do SIRIUS caracterização e validação dos nossos modelos com IDs.

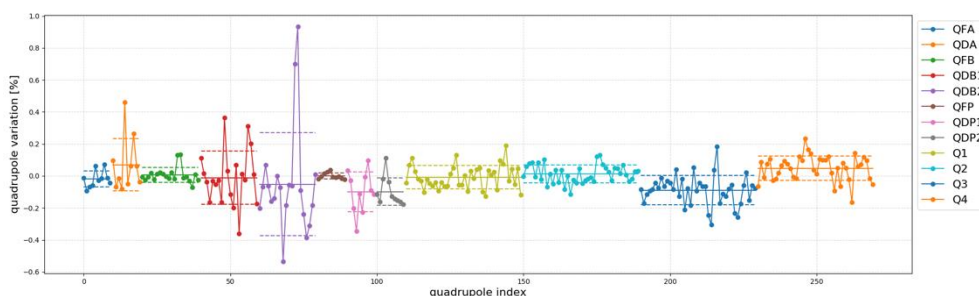


Figura 108 Variação das forças dos quadrupolos para compensar efeitos de focalização do WIG180 na ótica do anel de armazenamento.

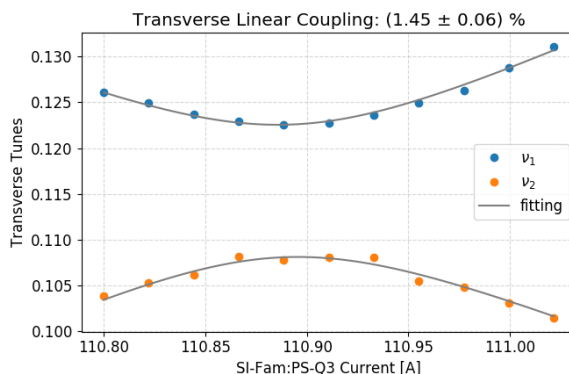


Figura 109 Medida de acoplamento para determinar efeito do WIG180. O acoplamento medido aumentou de 1% para 1.5%.

Especificação de novos onduladores comerciais

Em 2022, o plano de base para obtenção dos onduladores de algumas linhas da Fase 1 do SIRIUS foi alterado para aquisição de equipamentos comerciais. O desenvolvimento interno de onduladores do tipo Delta passou a ser considerado um projeto de P&D, sem prazo determinado para finalização. Com o novo plano, foi dada prioridade no estudo e análise das alternativas comerciais, como *in-vacuum* com ímãs permanentes, *out-of-vacuum* com ímãs permanentes ou híbrido, tipo APPLE-II, etc. Para cada tipo foram analisadas diferentes opções de comprimento e gap dos onduladores tendo em vista o brilho produzido na faixa de energia de interesse, a continuidade dos harmônicos em baixa energia, o efeito de restrição da abertura dinâmica no anel, a disponibilidade de câmara de vácuo, o custo e o prazo de entrega do equipamento, entre outros.

Os estudos resultaram em onduladores tipo *in-vacuum* (IVU18) para as linhas EMA e PAINEIRA, tipo híbrido com abertura de gap horizontal (VPU29) para as linhas CARNAÚBA e CATERETÊ, e tipo APPLE-II (EPU50) para a linha IPÊ. O processo de especificação, análise de propostas e pedido de compra já foi finalizado para os 2 onduladores IVU18, com entrega prevista para final de março de 2024. Os demais onduladores foram especificados, mas estamos aguardando definição da situação orçamentária para colocação dos pedidos.

Tabela 4 Parâmetros principais dos novos onduladores da Fase 1 do SIRIUS

	IVU18	VPU29	APPLE-II
Período (mm)	18.5	29.0	50.0
Número de períodos	108	51	53
Mínimo gap magnético (mm)	4.2	9.7	10.0
K efetivo no mínimo gap	>2.1	>2.2	5.5

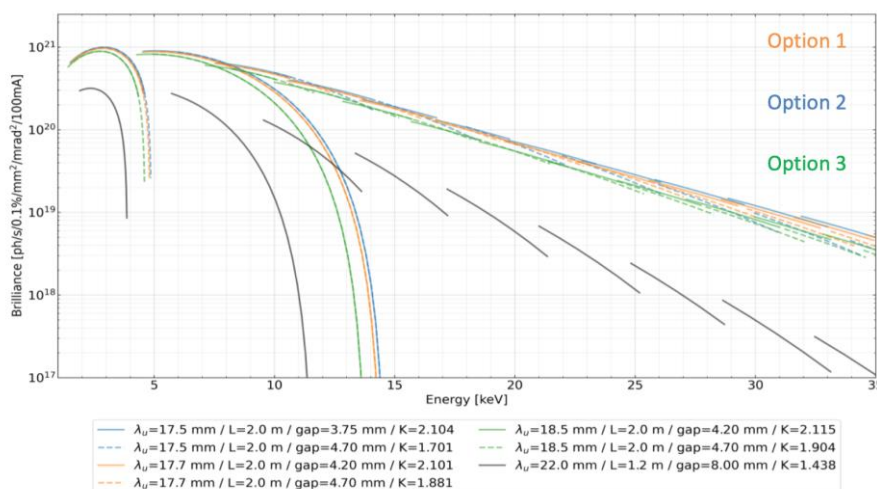


Figura 110 Estudo de diferentes opções para otimização dos parâmetros do IVU18

Detector de Radiação Gama para Proteção Radiológica

Foram desenvolvidos detectores de radiação gama para monitoramento de proteção radiológica no hall experimental do SIRIUS, como o objetivo de disponibilizar muitas unidades com facilidade de instalação e manutenção, formando uma grande rede de monitoração. O desenvolvimento priorizou a portabilidade, o custo, a rapidez de instalação e a facilidade de leitura e armazenamento de dados no sistema de controle dos aceleradores.

Este detector foi baseado em um modelo semelhante, utilizado dentro do túnel dos aceleradores para monitoramento de pressões de vácuo nas câmaras do anel de armazenamento. Esta solução permite monitorar a pressão de um trecho reto sem utilizar espaço na rede magnética do anel, que é muito compacta. Há mais de uma centena destes monitores instalados ao longo do anel de armazenamento.

Para aumentar a sensibilidade a energias mais altas, o cintilador plástico, ERJ-200, foi construído com comprimento maior, de 150 mm, e uma seção reta de 25x25 mm². Foi também construída uma eletrônica simplificada com ajustes remotos de tensão de polarização e de discriminação do ruído.

Para que estas funcionalidades pudessem ser implementadas, foi modificado um módulo de contagem como os utilizados pelos detectores do anel de armazenamento. Estes módulos de contagem são baseados no controlador *BeagleBone* com conexão *Wi-Fi*.

Atualmente o detector produzido encontra-se em testes, e os primeiros resultados podem ser vistos na Figura 111. As flutuações na medida devem diminuir com o desenvolvimento de uma eletrônica dedicada a este detector.

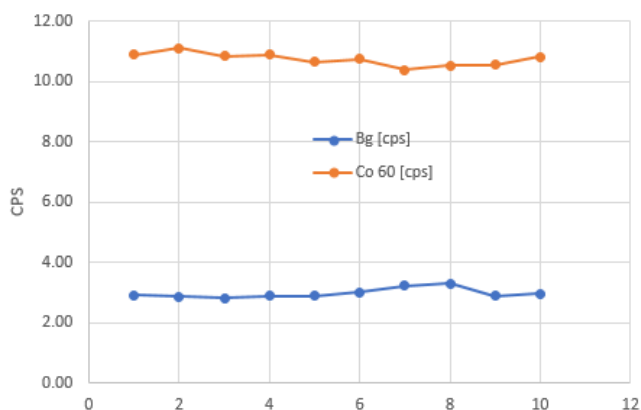


Figura 111 Primeiros testes mostrando contagens medidas pelo detector de gama para proteção radiológica usando uma fonte de Cobalto_60. Os dados foram adquiridos com 2 minutos de integração.

Linha CARCARÁ-X

A CARCARÁ-X é uma linha de luz para diagnóstico óptico de parâmetros do feixe de elétrons do anel de armazenamento. Em particular, a linha foi projetada para medida da emitância do feixe a partir da imagem formada usando raios-X de 11 keV emitidos no começo do primeiro dipolo B1 do arco acromático, onde a função dispersão é muito pequena. A imagem do feixe é formada utilizando-se um espelho toroidal multi-camadas com focalização 1:1. Um desenho esquemático da linha é mostrado na Figura 112. A máxima resolução na medida do tamanho do feixe será obtida numa fase posterior com a magnificação da imagem do feixe através de um arranjo com cristais de Bragg. Na primeira fase ora implementada, temos a detecção da imagem sem magnificação, através da visualização da luz visível fluorescente formada em uma tela de YAG-Ce de 20 μm de espessura posicionada no plano imagem do feixe. O espelho toroidal focalizador fica a 17m da fonte, no *front-end* da linha, dentro do túnel dos aceleradores, e a imagem é formada a 34m, no hall experimental. A Figura 112 mostra um desenho esquemático da linha e Figura 113 mostra uma foto da linha no hall experimental.

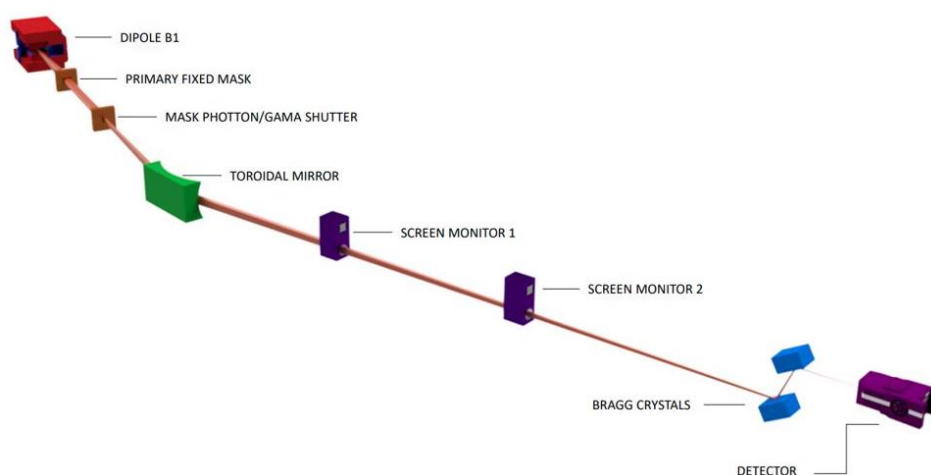


Figura 112 Desenho esquemático da linha CARCARÁ-X.



Figura 113 Foto da linha CARCARÁ-X no hall experimental do SIRIUS.

Conquistas/Entregas/Metas alcançadas no período

- Neste semestre, o mecanismo do espelho M1, que fica no front-end da Linha Carcará X, foi montado e devidamente testado. Os IOCs e PVs relacionados ao funcionamento deste espelho, com os graus de liberdade necessários foram desenvolvidos e estão operacionais.
- O espelho M1 teve seus parâmetros testados e validados. Ele foi instalado na câmara de vácuo com 3 sensores de temperatura e com um dedo frio que conecta o espelho a um sistema de refrigeração tipo Peltier. Este sistema foi projetado, desenvolvido, montado e validado, com o intuito de minimizar as distorções térmicas, de tal modo a garantir a alta performance do componente ótico. A Figura 114 mostra a montagem do espelho M1 e os acessórios dentro da câmara de vácuo, além de todo o conjunto mecânico montado no *front-end* da linha, dentro do túnel dos aceleradores do Sirius.
- No dia 30 de agosto, a CARCARÁ recebeu o primeiro feixe. Após alguns alinhamentos iniciais no espelho M1, vimos o feixe no DVF1. No decorrer do segundo semestre, a linha continuou sendo otimizada e hoje temos a imagem do feixe também no DVF2. A Figura 115 mostra a imagem do feixe nos dois dispositivos de visualização do feixe (DVF).

Ações em progresso

- Checagem da resolução da linha através de medida da imagem na DVF2, com tela de YAG-Ce na configuração atual, com magnificação 1:1, sem uso dos cristais de Bragg. A resolução será testada através da detecção da imagem na tela usando o padrão de calibração de uma estrela de siemens.
- Deposição de marcas de referência na tela de YAG-Ce para calibração da magnificação do sistema ótico e ajuste de focalização.
- Upgrade do projeto mecânico e ótico do magnificador de imagem com cristais de Bragg para facilitar alinhamento fino dos cristais.

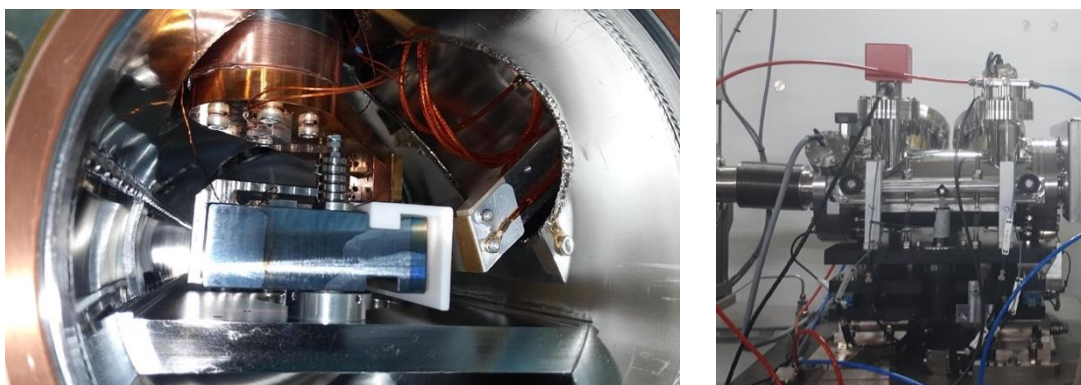


Figura 114 (Esquerda) Espelho M1 e acessórios internos montados na sala limpa. (Direita) Conjunto do espelho M1 montado no Front-End da Linha Carcara-X.

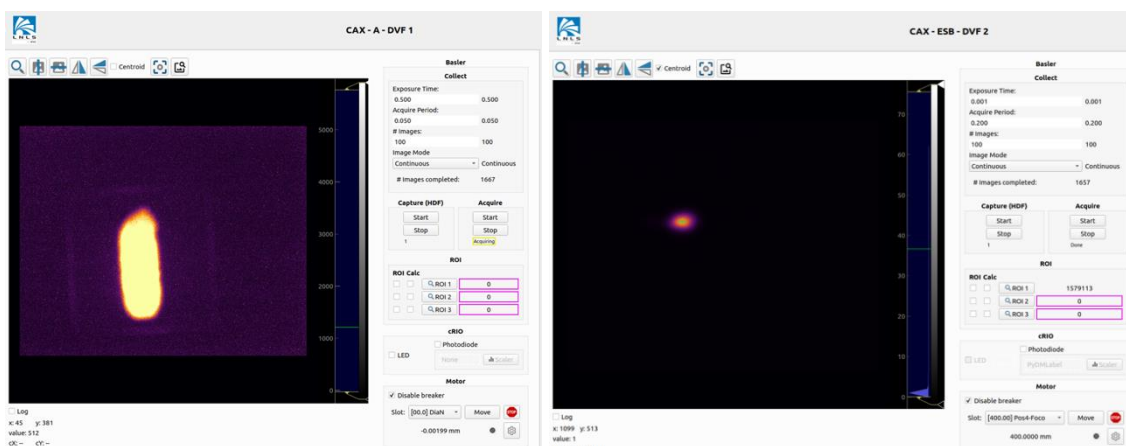


Figura 115 Feixe observado na CARCARÁ-X com corrente de 100 mA no anel de armazenamento. Esquerda: DVF1. Direita: DVF2.

O ano de 2022 foi marcado pelo avanço das linhas que tiveram seu ritmo reduzido em 2021, progredindo em projeto e fabricação de componentes, além da continuidade dos projetos que foram priorizados. A seguir, descreveremos os principais avanços nos projetos das 14 linhas da Fase 1 do Sirius, começando pelos avanços das 7 linhas em Instalação, montagem e desenvolvimento (Figura 116). Em seguida descreveremos os avanços na operação e primeiros experimentos das 7 linhas que já estão entrando em fase de comissionamento.

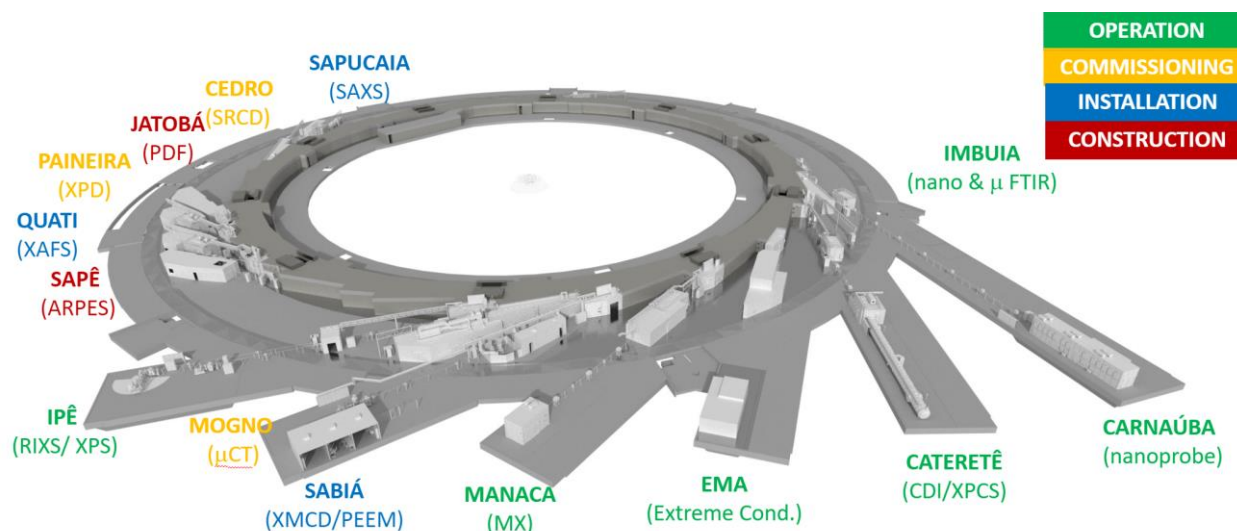
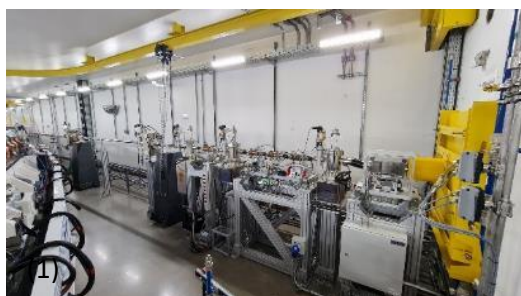


Figura 116 - Disposição das linhas da fase I do Sirius e suas respectivas fases de implantação.

PAINEIRA: XPD

Esta linha de luz será dedicada a experimentos de difração de raios-X de materiais policristalinos (PXRD), operando no modo *high-throughput*, permitindo o uso eficiente do tempo de feixe, bem como a redução dos custos operacionais para proporcionar fácil acesso ao usuário. A sua construção está em estágio avançado – vide Figura 117. O front-end (item 1) já foi instalado e aguarda a instalação do ondulador para levar a radiação síncrotron para as cabanas. As cabanas óticas e experimentais (item 2), as salas de apoio e as infraestruturas elétrica, de rede e mecânica foram concluídas. As instalações de suportes, fendas, diagnósticos do feixe, válvulas bloqueadoras, entre outros, estão em etapa final de montagem na cabana óptica (itens 3 e 4).



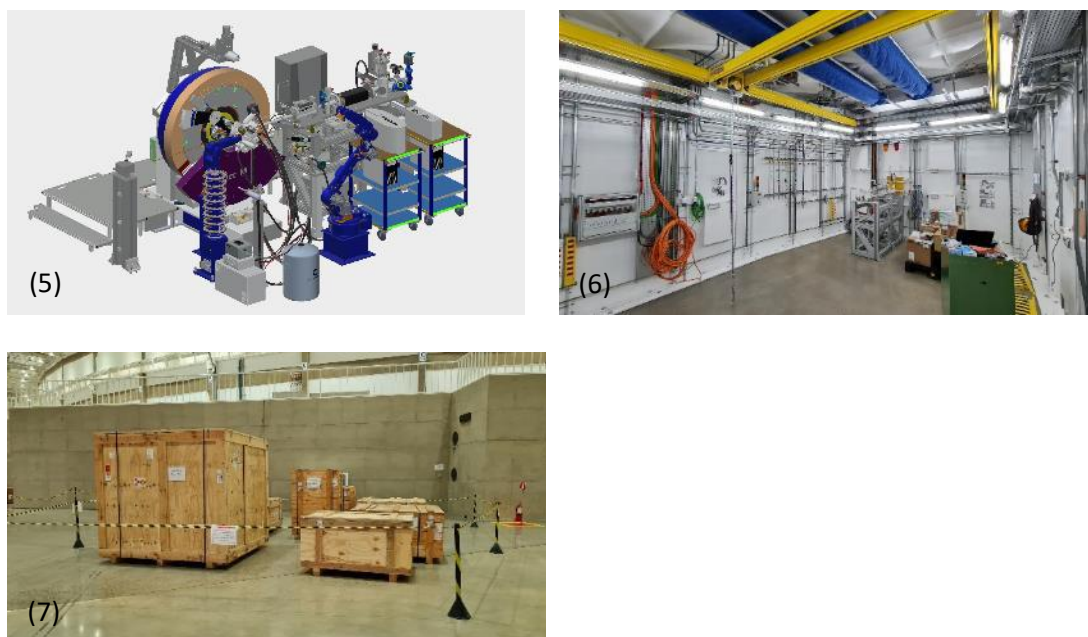


Figura 117: (1) Front-end montado no interior do túnel; (2) foto da linha de luz PAINEIRA no SIRIUS em 04/22; (3) componentes em instalação na cabana óptica; (4) destaque para a instalação do monocromador; (5) projeto da estação experimental; (6) status da montagem da estação em 6/22; (7) difratômetro aguardando instalação pela equipe do fabricante.

Para cobrir uma melhor estatística de grãos de amostra nas medidas de difração, a ótica da linha PAINEIRA não possui elemento focalizante, fazendo uso apenas de fendas e um monocromador de cristal duplo criogenicamente resfriado (DCM-Bruker) para definir a aceitação e monocromatizar o feixe, respectivamente. O DCM da linha foi reaproveitado da linha de luz XDS no antigo síncrotron UVX, tem dois conjuntos de cristais de silício (111) e (311), permitindo que a linha de luz opere de 5 a 30 keV com uma resolução de energia $\Delta E/E$ de cerca de 10^{-4} . O DCM foi limpo, revisado, o sistema de controle atualizado para os padrões adotados no SIRIUS e atualmente está instalado na linha (item 4).

O difratômetro esteve em uso na linha de luz XRD1 na UVX de 2012 a 2019 e foi enviado para Newport, na França, em agosto de 2021, para inverter a direção do movimento dos círculos para ser compatível com a direção do fóton do Sirius (oposta à UVX). Além disso, o sistema de controle foi atualizado para o padrão atual do fabricante.

O detector de aquisição rápida PIMEGA 450D é um desenvolvimento interno entre o grupo detector LNLS em parceria com o PiTec (<https://www.pitec.co/>). O detector é baseado no detector ASIC Medipix3RX, disposto em um arco 2D que permite uma ampla cobertura angular (100° 2Theta) como mostrado na Figura 118. Para otimizar o tempo de aquisição e evitar lacunas entre os sensores, estes foram colocadas em zig-zag com uma sobreposição de 4 pixels entre dois cabeças sensores.

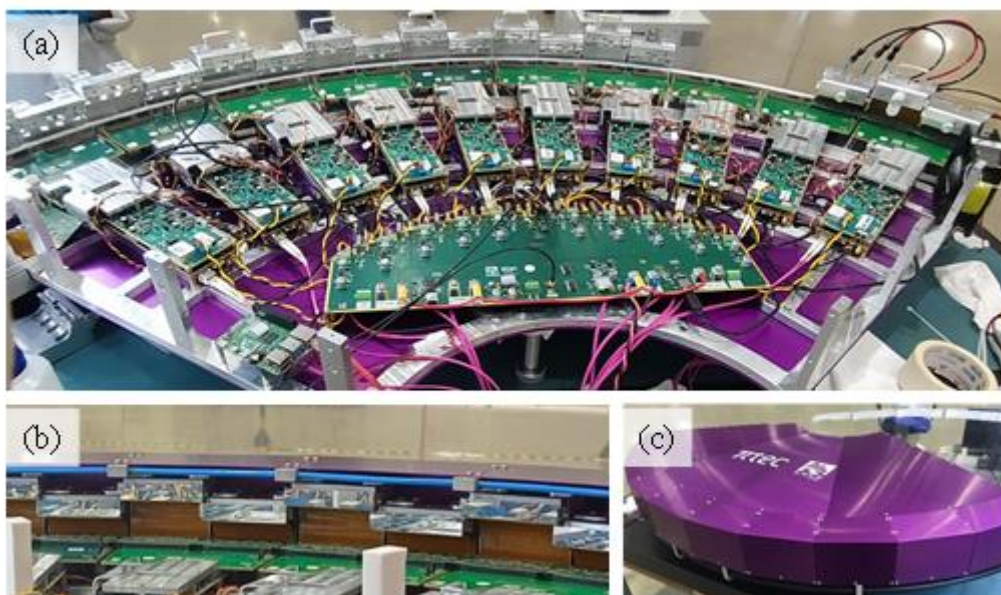


Figura 118: PIMEGA 450D imagens (a) o eletrônico; (b) os sensores colocados em zig-zag; e (c) o caso do detector fechado e pronto para ser instalado no difratômetro.

Ao longo do segundo semestre a linha passou pela finalização da montagem da ótica na cabana experimental, assim como o difratômetro Newport, incluindo o detector MAC de alta resolução e detector PiMEGA 450D de detecção rápida (Figura 119). Outro importante componente instalado foi o *Wiggler* de 1T no anel de armazenamento do Sirius, retirado e recuperado do antigo anel UVX (Figura 120).

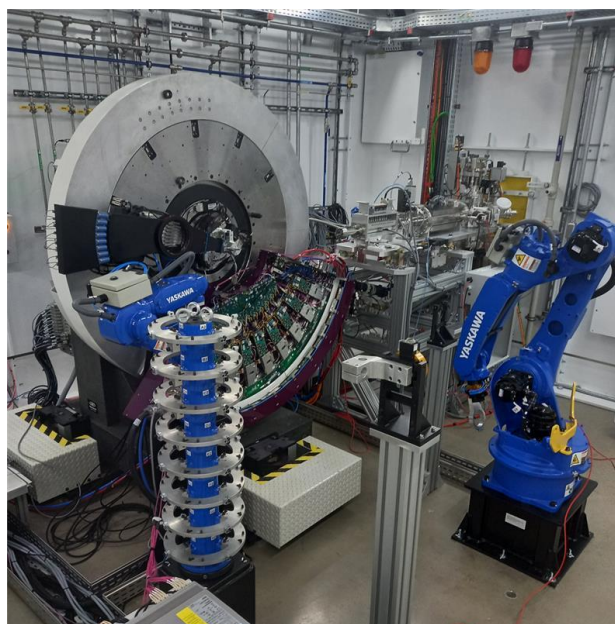


Figura 119: Montagem da estação experimental da linha PAINIRA



Figura 120: Wiggler de 1T instalado no anel de armazenamento do Sirius

Com o *Wiggler*, em caráter provisório, foi possível obter luz síncrotron que foi usado no condicionamento de vácuo dos elementos óticos da cabana. O monocromador foi capaz de fornecer um feixe monocromático no intervalo de 15 a 25keV. Com esses resultados foi realizado o primeiro difratograma de raios X de uma amostra padrão, Al_2O_3 NIST.

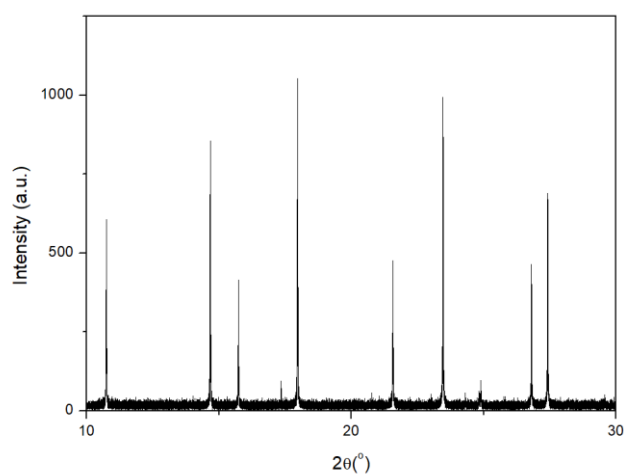
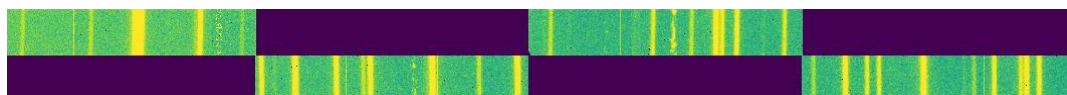


Figura 121: Primeiro difratograma de raios X de uma amostra padrão, Al_2O_3 NIST, com o PiMega 540D (acima) e com o detector MAC (abaixo)

Os trabalhos seguem agora com o comissionamento técnico dos detectores, bem como do difratômetro, do sistema de alinhamento rotação e translação da amostra (*spinner*) e

bloqueio de feixe (*beam stopper*). Em breve a linha deve receber também melhorias no sistema de sistema *high-throughput* (magazine de amostras, células robóticas e sensor de QR code) com a programação do sistema feita pela empresa Motoman, além da instalação e comissionamento da cela de experimentos in situ e em pressão ambiente.

Além dos equipamentos, estão sendo desenvolvidos, comissionados e melhorados o sistema de controle da linha, de controle dos equipamentos e de aquisição dos dados experimentais. Estes desenvolvimentos permitirão que todos os equipamentos estejam integrados no sistema de controle da Paineira e assim sejam acionados e controlados a partir do computador de controle da linha.

SABIÁ: XMCD e PEEM

Esta linha de luz de raios-x moles está em construção, e operará na faixa de energia de cerca de 85 a 1600 eV e seus instrumentos são otimizados para estudos de materiais magnéticos. O layout óptico da linha foi baseado na grade e parte dos espelhos da antiga linha de luz PGM do antigo sincrotron UVX. Esses elementos ópticos foram recuperados do edifício UVX e verificados pelo Grupo de Óptica. Notou-se que o espelho toroidal planejado para focalizar o feixe na estação final do HFM tinha alguma delaminação do revestimento dourado (Figura 122). O Grupo de Óptica colaborou com o Laboratório de Nanotecnologia (LNNano) da CNPEM para limpar totalmente o revestimento de ouro original e evaporar uma nova camada de ouro neste espelho. Algumas deposições-teste foram feitas no processo para verificar a homogeneidade da espessura de ouro depositada. Este espelho está atualmente revestido e pronto para instalação.



Figura 122 : (Superior) Espelho toroidal a ser usado para focalizar o feixe na estação final do HFM, conforme retirado da antiga linha de feixe PGM no UVX. Note a severa delaminação de parte do revestimento dourado. (Inferior) HFM após revestimento de ouro no LNNano/CNPEM.

A câmara de monocromador foi comprada da BESTEC GmbH e sua entrega teve um atraso severo principalmente relacionado à escassez mundial de componentes eletrônicos durante as pandemias COVID. Elaboramos o cronograma geral com o fabricante para mitigar o atraso na entrega do monocromático no Brasil, e finalmente tivemos os testes de aceitação da fábrica

realizados com sucesso durante a última semana de março/2022. O monocromador foi entregue no final de maio/2022 e os testes feitos após o recebimento têm sido bem-sucedidos.

Conforme observado na Figura 123, (A) o *front-end* da linha passa atualmente pelos últimos ajustes de instalação. A infraestrutura técnica (B e C) associada à cabana óptica e à área de apoio da estação experimental da bobina de alto campo está concluída. Já o projeto de infraestrutura de salas de apoio associada à estação PEEM (D) se encontra em elaboração e será executada dentro do primeiro semestre de 2023.



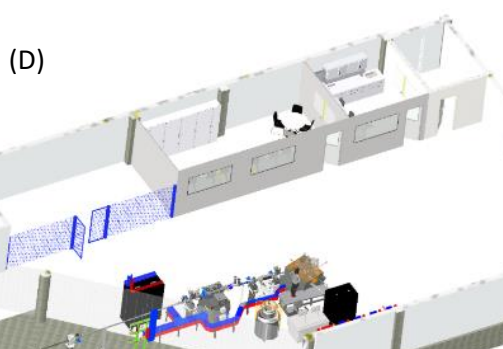
(A)



(B)



(C)



(D)

Figura 123: (A) *Front-end* instalado no interior do anel; (B) instalação da infraestrutura técnica da cabana óptica concluída; (C) instalação das salas de apoio da estação da bobina concluída; (D) projeto da área de apoio da estação PEEM em elaboração.

Ao longo do segundo semestre, a linha recebeu o ondulador EPU temporário (Figura 124) e foi possível observar o feixe pela primeira vez no diagnóstico de feixe da linha (Figura 125). As ações em andamento na linha são ligadas a conexões dos elementos óticos da linha, que tem a maioria de seus componentes instalados. Essas montagens e conexões incluem a conexão da câmara do primeiro espelho da linha, instalação do conjunto de fendas de saída do monocromador, a montagem do receptáculo de amostras no criostato do eletroímã supercondutor e reinstalação

do criostato na câmara principalmente, montagem dos componentes para as câmaras auxiliares do eletroímã supercondutor e finalização da montagem de tubos de vácuo em torno do microscópio de fotoemissão. Na Figura 126 são apresentados o estado atual da instalação dos componentes ao longo da linha.



Figura 124: ondulador EPU instalado no anel de armazenamento

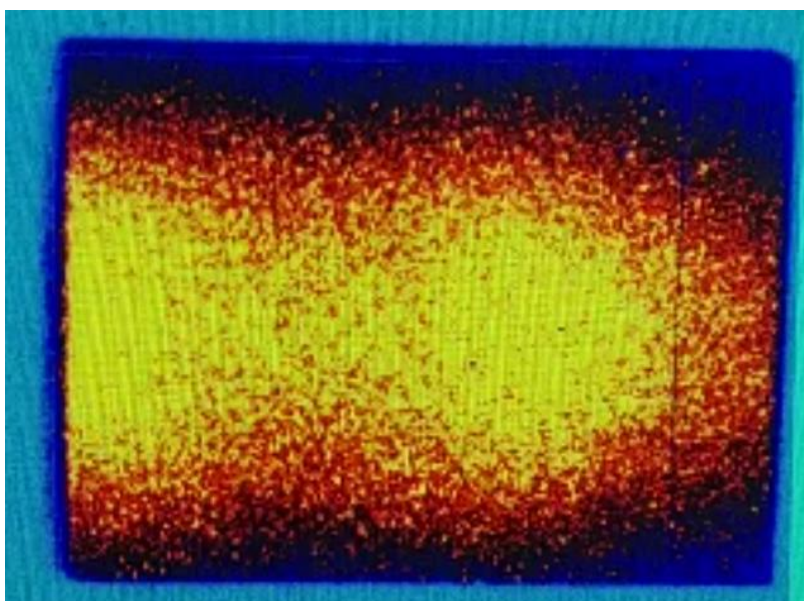


Figura 125: feixe observado no primeiro diagnóstico de feixe da linha



Figura 126: Avanço da instalação de componentes - (A) no interior da cabana óptica; (B) na linha de transporte para as estações; (C) integração de controle do monocromador PGM; (D) no entorno da estação PEEM. (E) Projetos de infraestrutura técnica e base de granito para PEEM em fase estágio avançado de elaboração.

A limitação nas viagens internacionais devido à situação da pandemia também impactou a instalação do HFM (bobina supercondutora). Recebemos o instrumento no início de 2021, mas a instalação ocorreu apenas em janeiro de 2022. Os testes de aceitação no local foram bem-sucedidos, e o instrumento está pronto para ser usado para experimentos de radiação síncrotron. Atualmente, estamos terminando o projeto das câmaras auxiliares e plataforma de acesso, principalmente relacionadas à transferência e armazenamento de amostras. Na Figura 127 mostramos uma imagem do sistema logo após a instalação e uma visão do projeto final.

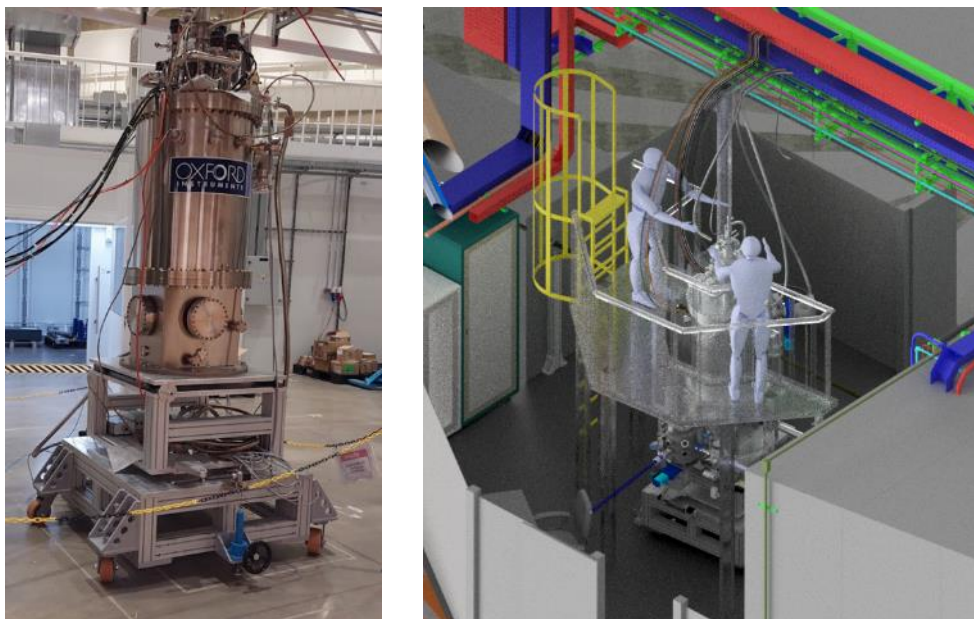


Figura 127 (Esquerda) Ímã supercondutor de 9 T / 4 T para a estação HFM, após testes de instalação e aceitação no local. (Direita) Vista do projeto da plataforma de acesso em torno da bobina.

CEDRO: SRCD

A linha de luz CEDRO será dedicada à espectroscopia de Dicroísmo Circular de Radiação Síncrotron (SRCD) na região ultravioleta. O seu *layout* óptico foi inspirado no mesmo *layout* ótico da linha IMBUIA e consiste em um espelho plano (M1) para extrair a radiação do dipolo B2 e uma janela óptica (W1 - Safira) dentro do túnel. Do lado de fora teremos uma câmara óptica contendo os espelhos M2, M3 (espelhos cilíndricos para dirigir e focar o feixe) e M4, um espelho plano previsto para mudar a direção do feixe para um experimento adicional no futuro. A segunda janela óptica (W2 – CaF₂) separará o ambiente UHV da câmara óptica da atmosfera de N₂ no espectrômetro (Figura 128). O espectrômetro de CD foi adquirido da empresa OLIS e o comissionamento offline foi realizado, e está apto para ser acoplado ao feixe síncrotron, quando a montagem da óptica primária estiver pronta.

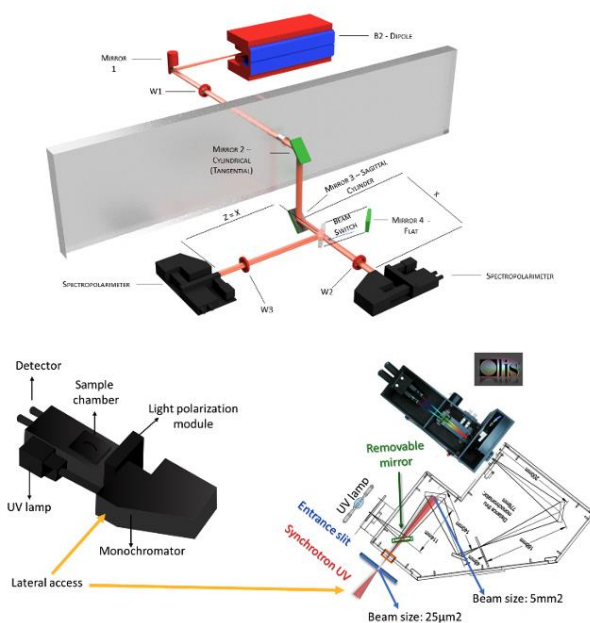


Figura 128. Acima: esquema dos componentes da CEDRO dentro e fora do túnel. Abaixo: esquema do espectrômetro OLIS DSM20 destacando os compartimentos e a entrada adicional para o feixe síncrotron.

A primeira atividade desenvolvida no primeiro semestre de 2022 na linha CEDRO foi a montagem da cabana que se iniciou em janeiro e foi concluída em março (Figura 129). Na sequência, as utilidades, ar-condicionado e cabeadamentos foram instalados. O projeto do mobiliário foi finalizado em maio e será montado em julho.

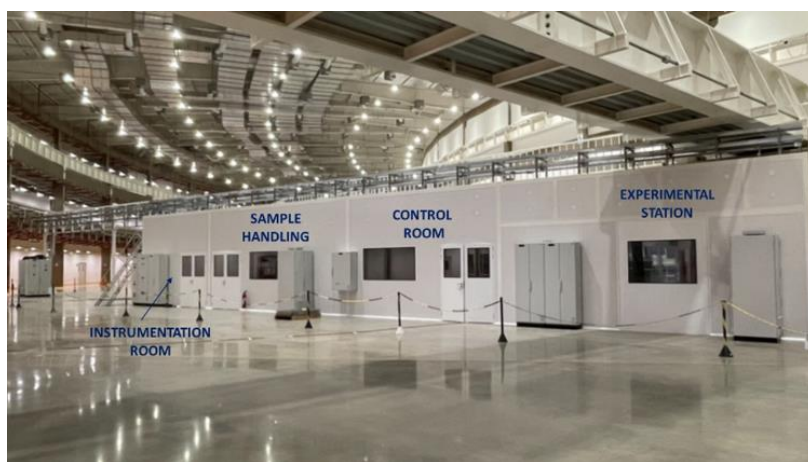


Figura 129. A Cabana da linha CEDRO. Cada sala é indicada na figura (Janeiro - Março de 2022)

Logo no início do ano, também se iniciou a montagem dos componentes do *front-end* como mostrado na Figura 130. Alguns componentes tiveram que ser retrabalhados, mas a montagem foi bem-sucedida, seguindo o exemplo da linha IMBUIA que possui o mesmo *front-end*. Praticamente todo o *front-end* foi finalizado no primeiro semestre. O último componente a ser instalado em julho foi o M1.



Figura 130. 1- Espelho M1, 2 – Janela óptica de safira (W1), 3 – Bomba iônica, 4 – Obturador Gama, 5 – Chumbo para proteção radiológica, 6 – Nipple, 7 – Bellow, 8 – Câmara de proteção radiológica contendo os espelhos M2, M3 e M4, 9 – Base de granito, 10 – Janela óptica de fluoreto de cálcio (W2), 11 – Espectrômetro DSM20.

A pré-montagem dessa câmara foi iniciada em junho (Figura 131). No período de junho a agosto de 2022 os espelhos M2, M3 e M4 foram instaladas na câmara óptica. Na sequência, foi realizado um pré-alinhamento dos espelhos com o auxílio de um laser simulando o feixe síncrotron (Figura 132)

Em meados de setembro de 2022, a câmara foi fechada e posicionada na base de granito na estação experimental, o procedimento de “*baking*” da câmara de espelhos foi realizado e durante a espera (de aproximadamente 3 semanas), foi feito o condicionamento de vácuo com a iluminação do espelho M1 (Figura 133).



Figura 131 Pré-montagem da câmara de espelhos (junho 2022).

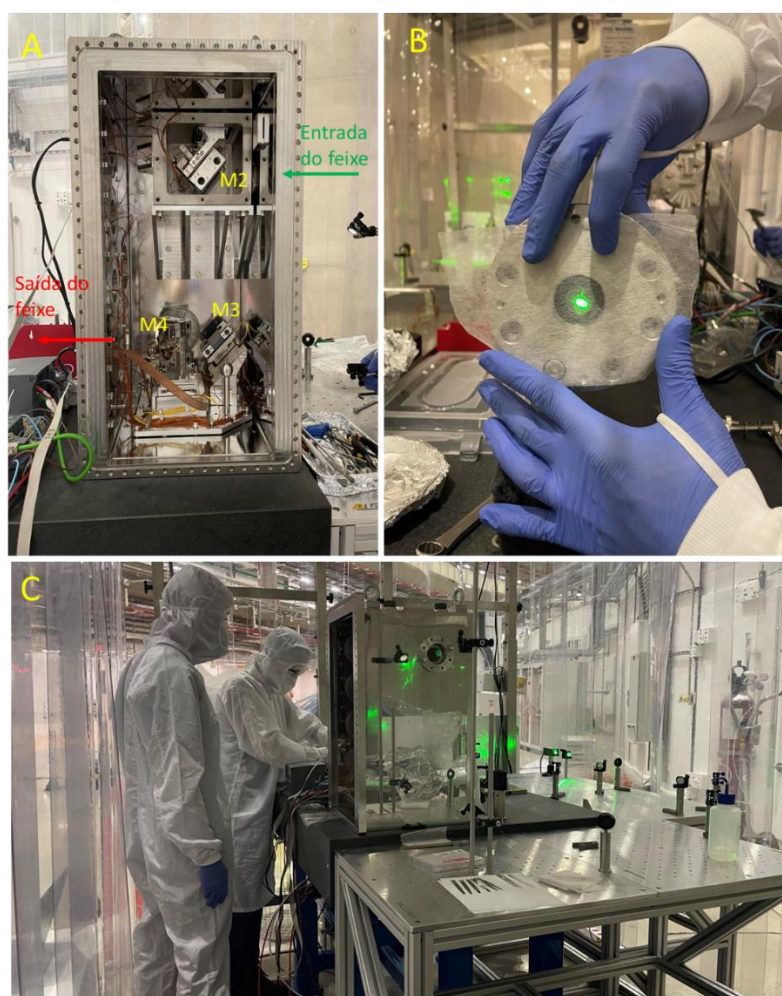


Figura 132. A: Visão do interior da câmara de espelhos. B: Feixe simulado na janela de saída (W2). C: Sistema com elementos ópticos para simulação do feixe síncrotron com o laser (532 nm).



Figura 133. A: Posicionamento da câmara no granito. B: Conexão com a bomba iônica. C: Montagem do baking.

No final do mês de outubro, após a finalização do “baking”, a caixa de proteção radiológica foi posicionada e validada pelo grupo RAD. Durante esse período o M1 foi condicionado com rampeamento de corrente. O final do ano está dedicado ao alinhamento dos espelhos M2 e M3 para entrega do feixe sincrotron na janela de saída (W2 – CaF₂). Finalmente, o espectrômetro de difração circular, já comissionado de maneira offline, será acoplado ao sistema óptico. Assim, a estação experimental CEDRO entrará em fase de comissionamento e na sequência, poderá receber os primeiros usuários para início do comissionamento científico.

SAPUCAIA: SAXS

Esta é uma linha de luz dedicada ao espalhamento de raios-X a baixos ângulos (SAXS) que permite a caracterização estrutural usada para estudar propriedades morfológicas (forma, tamanho e organização espacial) e propriedades dinâmicas de objetos nano e micro-estruturados.

No final de 2021, a equipe da linha realizou, na Espanha, o Termo de Aceitação de Fábrica (FAT) do túnel de vácuo onde o detector será instalado. Isso é necessário pois, depois de completar o FAT, o túnel foi desmontado e enviado ao SIRIUS. A Figura 134 (painel A) mostra o túnel montado na AVS (Advanced Valuable Solutions, Eigobar, Espanha), juntamente com uma foto após sua entrega no SIRIUS, que ocorreu em março de 2022 (painel B). O túnel foi instalado na linha Sapucaia em maio de 2022. Fotos do túnel durante a instalação são apresentadas nos painéis C e D. Para isso, funcionários da empresa AVS vieram ao Brasil e realizaram este procedimento em conjunto com várias equipes do LNL e do CNPEM. Este procedimento durou cerca de 2 semanas. Terminada essa instalação mecânica, foram realizados todos os testes de alinhamento e de precisão interna do túnel bem como de seus componentes. Esta etapa é crucial, pois é necessário garantir que todos os parâmetros que contratados e conferidos com a empresa

durante o FAT realmente foram entregues no SIRIUS. Todos os testes foram dentro do que foi acordado com a empresa AVS.



Figura 134. Imagens do túnel da linha Sapucaia. (A) Na sede da AVS, em Eigobar, Espanha, durante o teste de aceitação em novembro de 2021. (B) Túnel durante o desembarque no Sirius em março de 2022. (C-D) Fotos do túnel durante a instalação no SIRIUS em maio de 2022. A imagem D evidencia o trilho no qual o detector será movimentado com precisão micrométrica. (E) Imagem do túnel após instalação finalizada.

Entre os meses de junho e julho de 2022 foram realizados testes de vácuo do túnel da Sapucaia, que se mostrou estável e reprodutível, atingindo a pressão que foi combinada com a empresa de 10^{-3} mbar. A Figura 135 mostra a variação da pressão interna do túnel em função do tempo. Pode-se notar que em cerca de 1,5 horas já se atingiu a pressão de $< 10^{-2}$ mbar, o que já é adequada para medidas de SAXS. A figura também mostra a construção da cabana experimental ao redor do túnel.

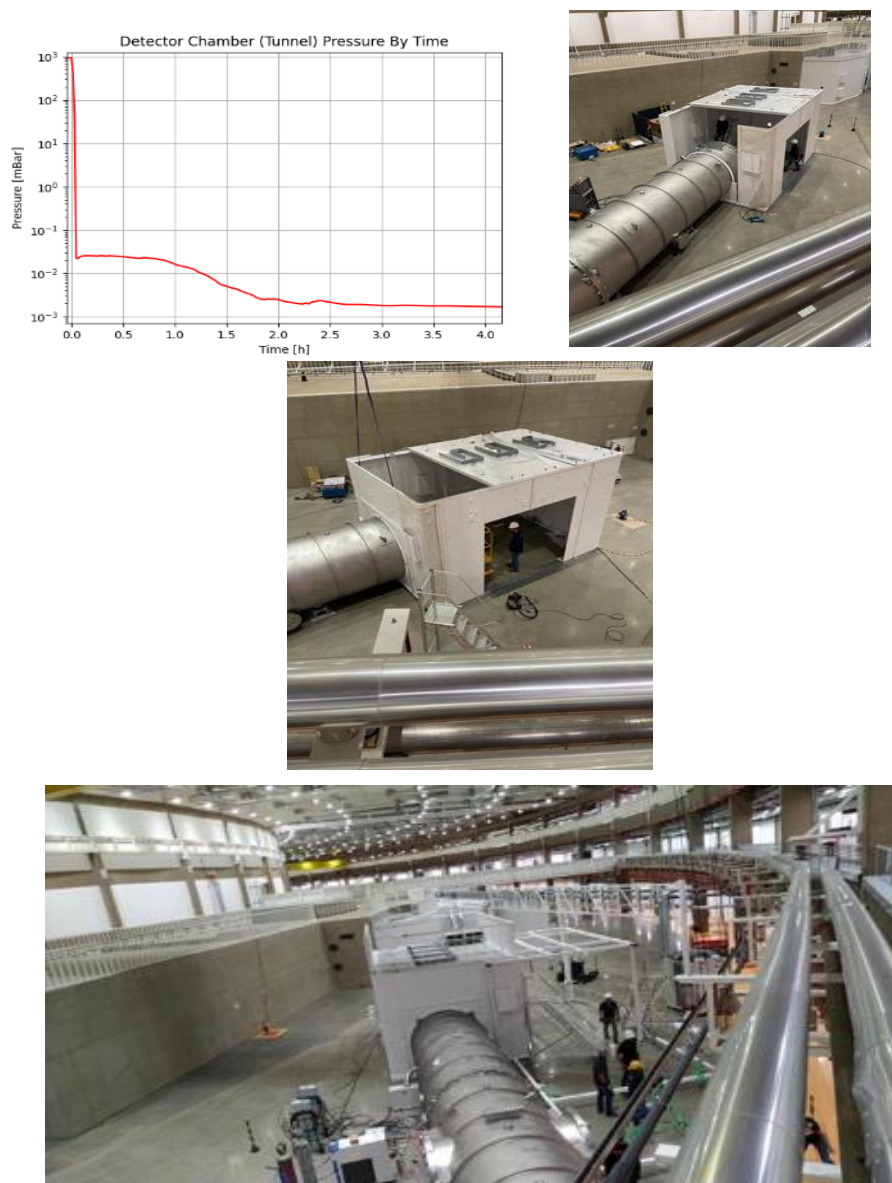


Figura 135: Variação da pressão interna do túnel em função do tempo (esquerda). Imagens da montagem da cabana experimental juntamente com a instalação do túnel, evidenciando a dificuldade deste processo pela complexidade dos sistemas.

A Figura 136 (painel A) mostra a cabana óptica da SAPUCAIA, montada no final de 2021 no Setor 5 do anel. Esta cabana acomodará o monocromador de cristal duplo (DCM – seta vermelha) e o espelho toroidal (seta verde) – painel B. Estes componentes estão em fase de produção pelos grupos de engenharia e empresas externas. O painel B representa o sentido dos raios-X (da direita para a esquerda) como evidenciado pela seta azul. Deve-se mencionar que depois tanto do DCM quanto do espelho toroidal, haverá dois pares de fendas para minimizar o espalhamento parasita.

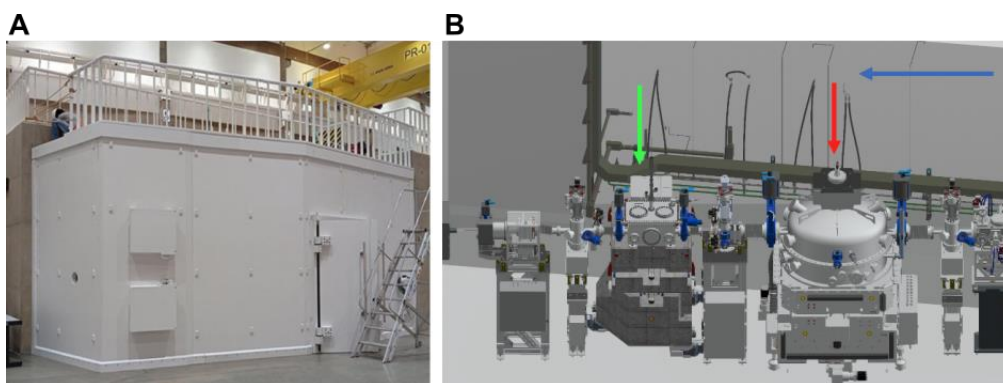


Figura 136. (A) A cabana óptica da linha de vigas SAPUCAIA foi instalada no final de 2021. (B) O desenho técnico óptico de cabana mostra o DDCM (Seta Vermelha) e o espelho toroidal (arqueiro verde). Nesta representação, o feixe de raios-X voa da direita para o lado esquerdo (seta azul).

Em relação à cabana experimental e à sala de controle, a Figura 137 mostra uma representação esquemática do layout da linha. Como se pode ver, em relação à sala de controle (área superior da imagem), teremos duas salas separadas; a primeira é onde nossos usuários podem ficar e discutir durante as medidas (área superior à direita), enquanto a outra está relacionada à preparação básica de amostras (área superior à esquerda). A imagem da direita mostra o status da instalação ao final de junho.

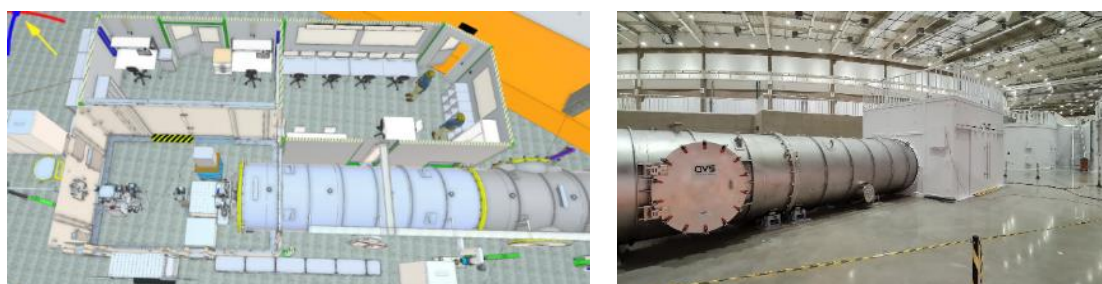


Figura 137. (Esquerda) O projeto geral da linha SAPUCAIA evidencia o túnel, a cabana experimental e as salas de controle. (Direita) Visão das cabanas óptica, experimental e túnel instalados e aguardando o início das obras de instalação de utilidades – tubulações, elétrica, ar-condicionado e automação e controle.

A Figura 138 apresenta o projeto executivo da infraestrutura da linha já concluído e em fase de contratação. A Figura 139 mostra imagens da situação atual da linha com montagens das infraestruturas mecânicas da linha e início da montagem de infraestrutura elétrica de todas as três cabanas da linha de luz.

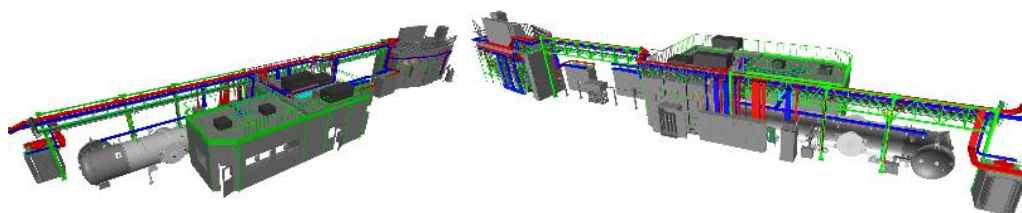


Figura 138. Vistas da versão final do projeto executivo de infraestrutura da linha SAPUCAIA.



Figura 139. Status atual de construção da linha Sapucaia, onde há as instalações de infraestrutura da linha, como passagem de água, eletricidade e cabeamento de um modo geral, com destaque para a região interna das cabanas da linha.

Um outro desenvolvimento importante foi a conclusão do projeto da mesa experimental da linha, que permitirá todas as possibilidades de medidas previstas para linhas, incluindo amostras sólidas e líquidas. O projeto final pode ser visto na Figura 140.

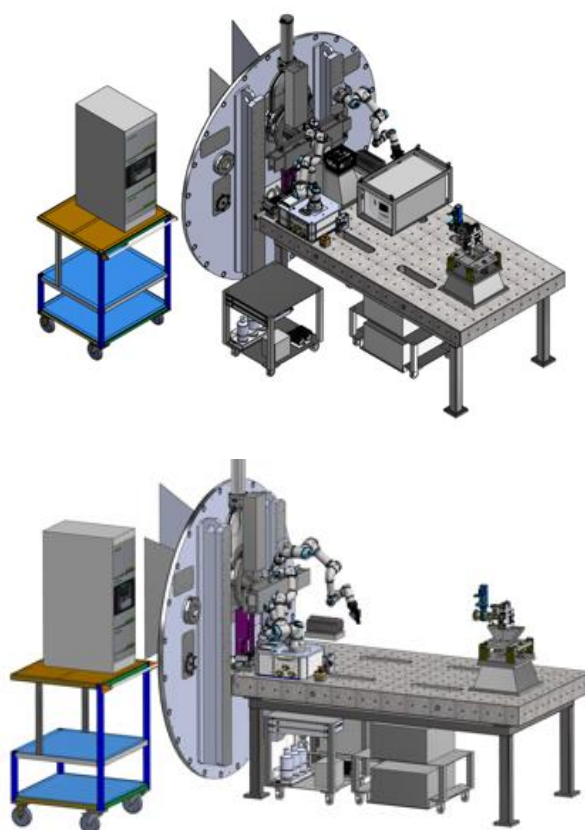


Figura 140. projeto final da mesa experimental da linha Sapucaia, juntamente com a identidade visual da Sapucaia.

A contratação e fabricação dos elementos ópticos está em curso. Uma versão mais atualizada do monocromador de duplo cristal de alta dinâmica foi projetada para a linha QUATI e replicada para a linha SAPUCAIA. A fabricação das peças se encontra em estágio final e o início da montagem está prevista para agosto. Já o sistema mecânico para o espelho focalizador foi inteiramente contratado para fabricação, montagem, caracterização e instalação de uma empresa nacional como estratégia de capacitação e transferência tecnológica. O projeto do

front-end da linha já está concluído e sua execução foi retomada no início do ano, com previsão de conclusão no início de 2023.



Figura 141. (Superior) Monocromador de duplo cristal e peças em fabricação na oficina interna do CNPEM e em parceiros externos. (Inferior) Estado atual da instalação do front-end no interior do túnel do anel de armazenamento.

Os usuários da linha SAPUCAIA terão ainda acesso a uma pequena sala de preparação de amostras que antecede a entrada da cabana experimental. A ideia principal deste espaço é permitir que os usuários realizem preparações rápidas de amostras, como agitação das amostras em ambientes controlados, medidas de pH, ou até mesmo montagens no suporte de amostras sólidas, que está em desenvolvimento. Além desta sala de preparação de amostras, também será compartilhado um espaço laboratorial com a linha CEDRO, onde os usuários podem acessar outros equipamentos, como balança de precisão e espectrômetro UV-vis. Deve-se ressaltar que estas não são salas regulares de preparação de amostras, uma vez que não há uma pia, por exemplo. Esses espaços são projetados para otimizar os experimentos e permitir que preparações, principalmente de soluções de proteínas, sejam devidamente caracterizadas antes das medidas de SAXS.

QUATI: EXAFS

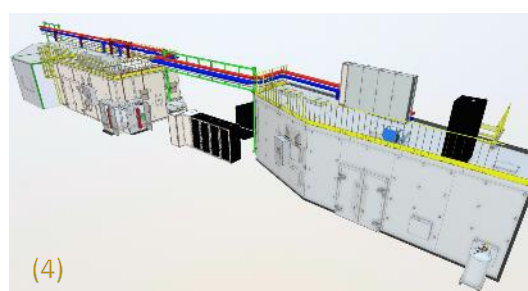
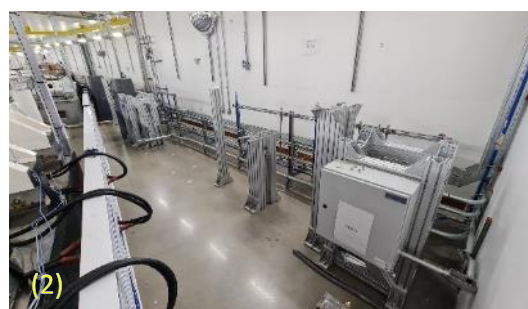
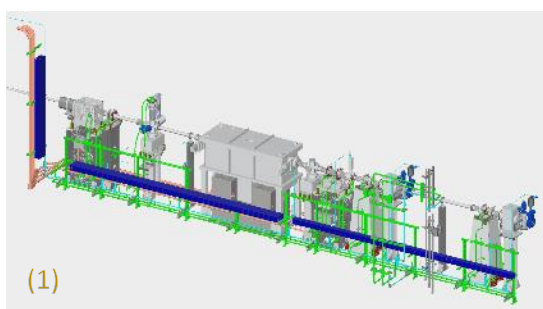
A linha de raios-X QUATI (QUick x-ray Absorption spectroscopy for Time and space-resolved experiments) é dedicada a experimentos de espectroscopia de absorção de raios-X de alta

qualidade, com resolução temporal e pretende combinar técnicas com o intuito de investigar diferentes aspectos da amostra em um único experimento durante processos in situ ou em condições operando.

A Figura 142 apresenta um resumo da evolução de parte da linha nos últimos meses. A instalação parcial do front-end ocorreu em 2021 antes da execução ser paralizada por falta de recursos. Em maio deste ano o projeto e fabricação dos itens faltantes foi retomada e a instalação foi concluída. A fabricação das cabanas foi concluída com sucesso e a instalação no Sirius foi feita entre julho e agosto deste ano. A partir deste ponto a execução da infraestrutura de utilidades da linha foi iniciada e a obra está em andamento, assim como a estrutura de isopaineis da sala de controle e as bases do sistema ótico da linha ()

A linha QUATI reutiliza diversos componentes óticos que equiparam a linha XDS no anel UVX – mecanismos de espelhos, fendas e diagnósticos. Esses dispositivos já estão disponíveis para serem reconicionados pelas equipes de projeto, instalação e controle. Entretanto, a fabricação dos espelhos por uma empresa francesa sofreu atrasos, a entrega deverá ocorrer apenas entre janeiro e fevereiro de 2023, a partir de quando passarão pelas etapas de metrologia e montagem assistida.

Um monocromador de duplo cristal de alta dinâmica teve o projeto customizado para esta linha ao longo de 2021 e está em etapa final de fabricação, sua montagem foi iniciada pela equipe de ótica em agosto e avançará até o início de 2023. Existiram alguns atrasos no cronograma original de entrega do monocromador da linha, devido à compra de itens internacionais, que foram sanados invertendo a ordem de prioridades entre o monocromador da SAPUCAIA e o da QUATI.



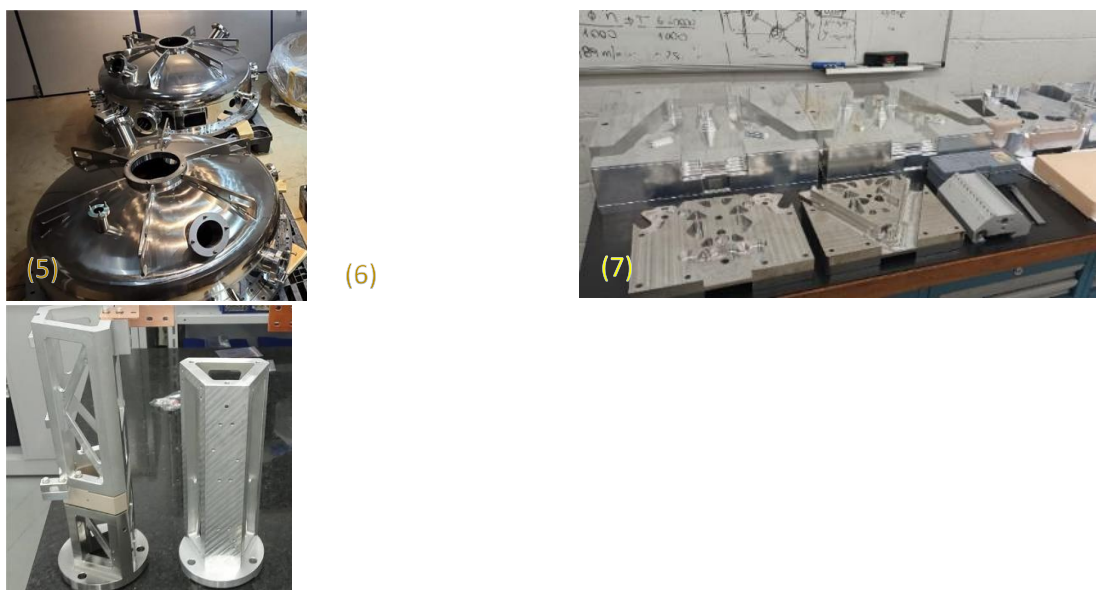


Figura 142 - (1) Projeto do front-end; (2) status da montagem do front-end montado no interior do túnel; (3) instalação das cabanas (4) projeto executivo de utilidades (5) e (6) monocromador de alta dinâmica em estágio final de fabricação; (7) espelhos reaproveitados da linha XDS do anel UVX passarão por condicionamento até janeiro/23.

A infraestrutura experimental da linha prevê um conjunto de instrumentos que combinarão caracterizações operando com técnicas complementares a espectroscopia de absorção de raios-X, como Raman, Infravermelho (IR) e difração de raios-X (Figura 143). A aquisição da mesa experimental e dos estágios dessa estrutura foram iniciadas no final do ano.

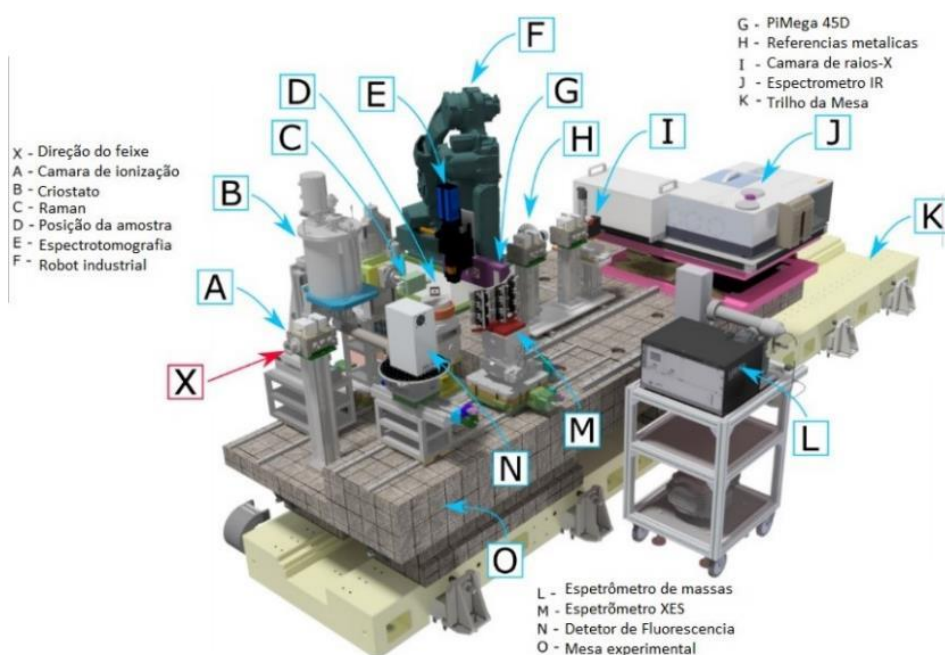


Figura 143 Desenho da mesa experimental com as principais configurações. A mesa se pode mover na direção do feixe, alterando o tamanho e a densidade do fluxo na amostra.

Os novos reatores, otimizados para a combinação de técnicas em catálise foram construídos (FAPESP: 2017/23050-4) ou estão atualmente em finalização de projeto. Uma atenção especial tem sido dedicada ao desenvolvimento de novas ferramentas de software para o tratamento de uma grande quantidade de dados. CORAL (*Curve ResOlution foR dAta anaLysis*), um kit de ferramentas de quimiometria baseado em Python para conduzir a decomposição espectral multivariada de conjuntos de dados XAS de grande volume.

Assim, os usuários do QUATI podem superar obstáculos ligados ao alto número de espectros gerados pela rápida aquisição de dados durante experimentos XAS resolvidos no tempo. Além disso, a melhoria/otimização do PCA e da Análise Iterativa de Transformação de Fatores do CORAL permite lidar com conjuntos de dados que antes não eram suportados por outras ferramentas de análise de dados. Todas as capacidades do CORAL serão fornecidas aos usuários no ambiente dos Cadernos Jupyter.

SAPÊ: ARPES

As especificações da linha permitirão experimentos de alta resolução em energia e momento dos fotoelétrons, além de contar com um feixe de luz micrométrico e fornecer um bom fluxo de fótons. A linha SAPÊ tem um design frontal específico; a radiação é extraída de um dipolo magnético em uma pequena câmara, percorrendo um caminho até o primeiro espelho (cilíndrico “sagital”) e em seguida sendo direcionado ao segundo espelho (cilíndrico “meridional”), ambos instalados dentro do túnel da blindagem do anel de armazenamento. Há um terceiro espelho elipsoidal que é responsável por focar o feixe na amostra dentro da câmara principal da estação experimental. A radiação VUV de 8eV a 60eV será selecionada no monocromador VLS – PGM e um filtro a gás foi projetado e será construído para filtrar as contribuições dos harmônicos mais altos.

Os 4 espelhos, incluindo o espelho plano do monocromador e a grade são feitos de silício. Algumas simulações mostram que o fluxo total pode chegar a 1×10^{12} ph/s/100mA para fótons com energia de 40eV, dependendo da fenda de saída selecionada. O tamanho do feixe pode ter de 5x5 micrômetros a 100x100 micrômetros, com fendas entre 10 e 300 micrômetros. A fenda também desempenha um papel importante na resolução de energia da linha de luz. O “*Resolving Power*” usando o menor tamanho de fenda mostra um valor próximo a 10.000 à 10eV e 3.000 para energias de fóton mais altas próximas à 60 eV. Esses valores podem fornecer uma resolução de aproximadamente 1meV em baixas energias de fótons próximas à 10eV, subindo para aproximadamente 30meV utilizando fótons com as energias mais altas da linha.

A Figura 144 resume o *status* do projeto e instalação da linha em junho de 2022. A execução do *front-end* da linha, que havia sido paralisado em 2021, foi recentemente retomado. O encaminhamento de eletrocalhas e tubulações será feito apenas após a instalação das 2 bases de espelho dentro da blindagem dos aceleradores, estratégia adotada para assegurar melhor compatibilização na região densamente ocupada. O projeto executivo de cabanas, salas de apoio e infra técnica no *hall* experimental está contratado e será executado até a virada do ano.

O monocromador PGM, que será reutilizado de uma das antigas linhas do anel UVX, está nas áreas de engenharia, onde passará por testes e atualização de seu sistema de controle. Já as mecânicas internas dos sistemas de espelho da linha estão em fase de finalização de projeto, bases de granito e sistemas de movimentação estão iniciando processo de montagem.

Problemas no polimento dos substratos de silício que irão compor a grade do monocromador da linha SAPÊ, foram identificados. O processo de “rulling” foi adiado pois os defeitos observados nos substratos poderiam comprometer todo o processo. Isso vai gerar grandes atrasos na entrega da grade. Análises mais detalhadas dos substratos, feitas posteriormente pelo fornecedor dos substratos em novembro de 2022, mostraram que o processo de “rulling” poderia ser feito sem grandes prejuízos para a qualidade da grade. O prazo de entrega das grades foi então atualizado e estendido para junho de 2023.



Figura 144: (A) Projeto inicial do front-end; (B) estado atual da instalação do front-end; (C) projeto integrado básico de infraestrutura; (D) monocromador da linha PGM do anel UVX; (E) bases de granito dos 3 sistemas de espelho da linha SAPÊ; (F) niveladores das bases de granito.

A Figura 145 mostra a estação experimental do ARPES com o manipulador CARVING, o canhão de raios-X, uma lâmpada de hélio e o SPECS PHOIBOS 150 anexados à câmara de vácuo, onde os

experimentos serão realizados em ambiente de UVH. Todas as quatro câmaras do sistema anexo de câmaras podem ser vistas conectadas à câmara principal (dentro do quadrado amarelo).

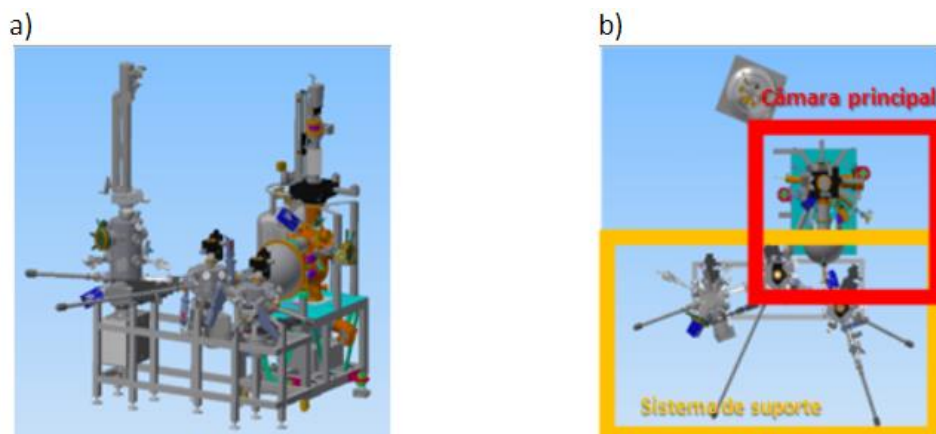


Figura 145 : a) mostra a imagem 3D da estação final ARPES. (b) Mostra a câmara principal (quadrado vermelho) e o sistema anexo de câmaras de vácuo (quadrado amarelo).

A estação experimental atualmente se encontra instalada provisoriamente em um laboratório de apoio. O manipulador, a ótica LEED, a fonte de íons e as evaporadoras do feixe de elétrons da câmara de preparação já foram comprados. Eles foram instalados na câmara de vácuo e um processo de "baking" foi iniciado, logo em seguida, para atingir as condições de UHV necessárias para operação desses equipamentos (Figura 146). Em setembro de 2022 foram realizados uma série de teste. com o início do comissionamento técnico da câmara principal, onde os experimentos ARPES são realizados. A Figura 147 mostra a preparação e os primeiros testes dos equipamentos e a Figura 148 mostra o espectro ARPES de uma amostra padrão de Bi₂Se₃ logo após a instalação da câmara principal da linha SAPÊ no LCIS.

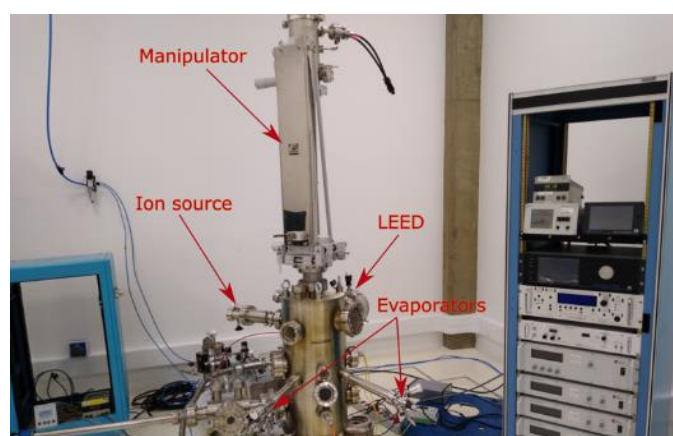


Figura 146 : Câmara de preparação da estação final SAPÊ sendo preparada para o comissionamento.

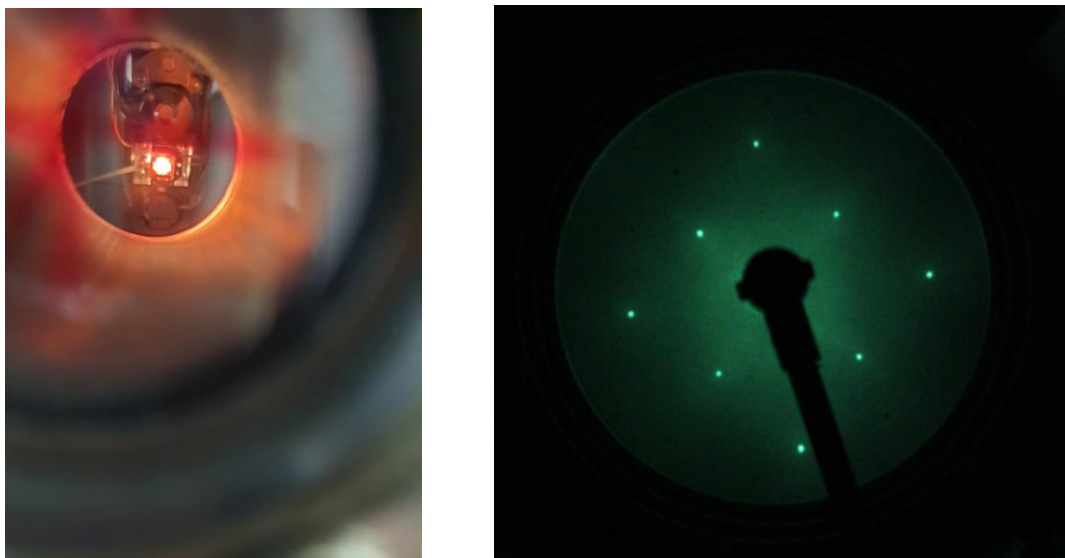


Figura 147 : Primeiros testes nos equipamentos da câmara de preparação. A figura à esquerda mostra a preparação da Pt(100) utilizando polimento com íons de Ar⁺ e aquecimento até 1000°C. À direita, o padrão de difração de elétrons em baixa energia da Pt(100) após preparação utilizando a ótica LEED instalada na câmara de preparação.

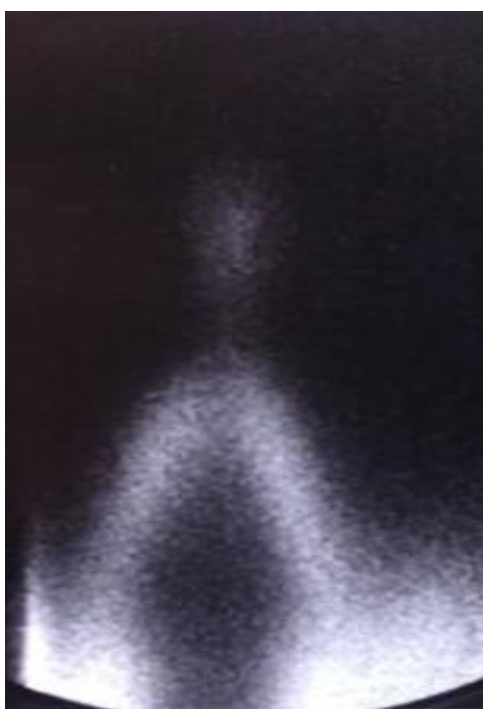


Figura 148 : Espectro ARPES de uma amostra padrão de Bi₂Se₃ logo após a instalação

JATOBÁ: PDF

A linha de luz JATOBÁ está sendo construída para produzir um feixe de raios X de alta energia e alto fluxo de fótons, focalizado em dimensões micrométricas e será dedicada ao estudo de uma ampla gama de materiais utilizando a técnica de espalhamento total de raios X. A linha deverá entrar em operação para usuários no segundo semestre de 2024.

A técnica de espalhamento total abrange tanto a difração de Bragg, proveniente das estruturas cristalinas, quanto o espalhamento difuso, que está relacionado aos efeitos de ordem de curto alcance e sem a necessidade de ordenamento cristalino. O sinal obtido a partir do experimento de espalhamento total é usado para obter a função conhecida como PDF (do inglês, *Pair Distribution Function*) ou Função de Distribuição de Pares. A função PDF é uma função oscilatória e cada pico representa em r (distância interatômica) a probabilidade de se encontrar um par de átomos e é pesada pelo poder de espalhamento do par de átomos. Assim, a partir de experimentos de espalhamento de total na linha Jatobá e o cálculo da função PDF, será possível obter informações da ordem local de materiais amorfos e nanoestruturados, como distâncias interatômicas, graus de desordem e coordenação.

A JATOBÁ é essencialmente uma linha de luz de espalhamento de raios X, similar à linha PAINEIRA para difração de policristais. No entanto, para promover experimentos de espalhamento total de raios X e análise de PDF, fornecerá raios X de altas energias, entre 40 e 70 keV, correspondentes a comprimentos de onda curtos (0,3 a 0,17 Å), elevados Q (vetor espalhamento), entre aproximadamente 27 e 48 Å⁻¹, e elevado fluxo de fótons (10¹²ph/s/100mA em 40keV) na posição da amostra. Além disso, fornecerá celas de reação, infraestrutura de gases e acessórios análogos aos da linha Paineira para promover experimentos de espalhamento total de raios X das amostras em condições *in situ* e *operando*.

Com um feixe incidente de dimensões micrométricas, é possível mapear regiões com diferentes cristalidades na amostra. Vários tipos de análise de materiais nanoestruturados ou mal ordenados serão possíveis através de mapeamento 2D e 3D com resolução espacial micrométrica e contraste de pedidos de curto, médio e longo alcance. Essas imagens são obtidas por meio de varredura de alta precisão no posicionamento da amostra em relação ao feixe micrométrico de luz síncrotron e coleta de dados com um detector de área de imagem rápida.

Neste primeiro semestre de 2022 tivemos:

- O projeto conceitual da JATOBÁ foi concluído, com a definição de *layout* óptico e todas as simulações relevantes.
- A discussão com o provedor de óptica foi iniciada e foram feitos ajustes no design inicial do espelho multicamadas para lidar com as possíveis tecnologias. Um design de espelho multicamadas final foi alcançado, com um cronograma de entrega de cerca de um ano.

A linha de luz JATOBÁ (Figura 149) opera a energias de 40 a 70 keV, utilizando como fonte primária um ímã dipolar de 3,2T (@0m) e uma ótica empregando um espelho multicamadas com foco toroidal (@15m) como principal componente ótico. Este espelho concentra o feixe em ambas as direções fornecendo uma microsonda de 22 μm (H) x 9,5 μm (V) na estação experimental (@30m). As multicamadas selecionam as energias desejadas. Um segundo espelho multicamadas planar (@28m) rebate o feixe para a direção original e compõe o segundo elemento para a seleção de energia. A segunda multicamada tem uma periodicidade um pouco deslocada, e a seleção de energia é realizada por um pequeno ajuste do ângulo de incidência. Fendas entre esses elementos óticos selecionam espacialmente o feixe e ajudam a reduzir qualquer espalhamento.

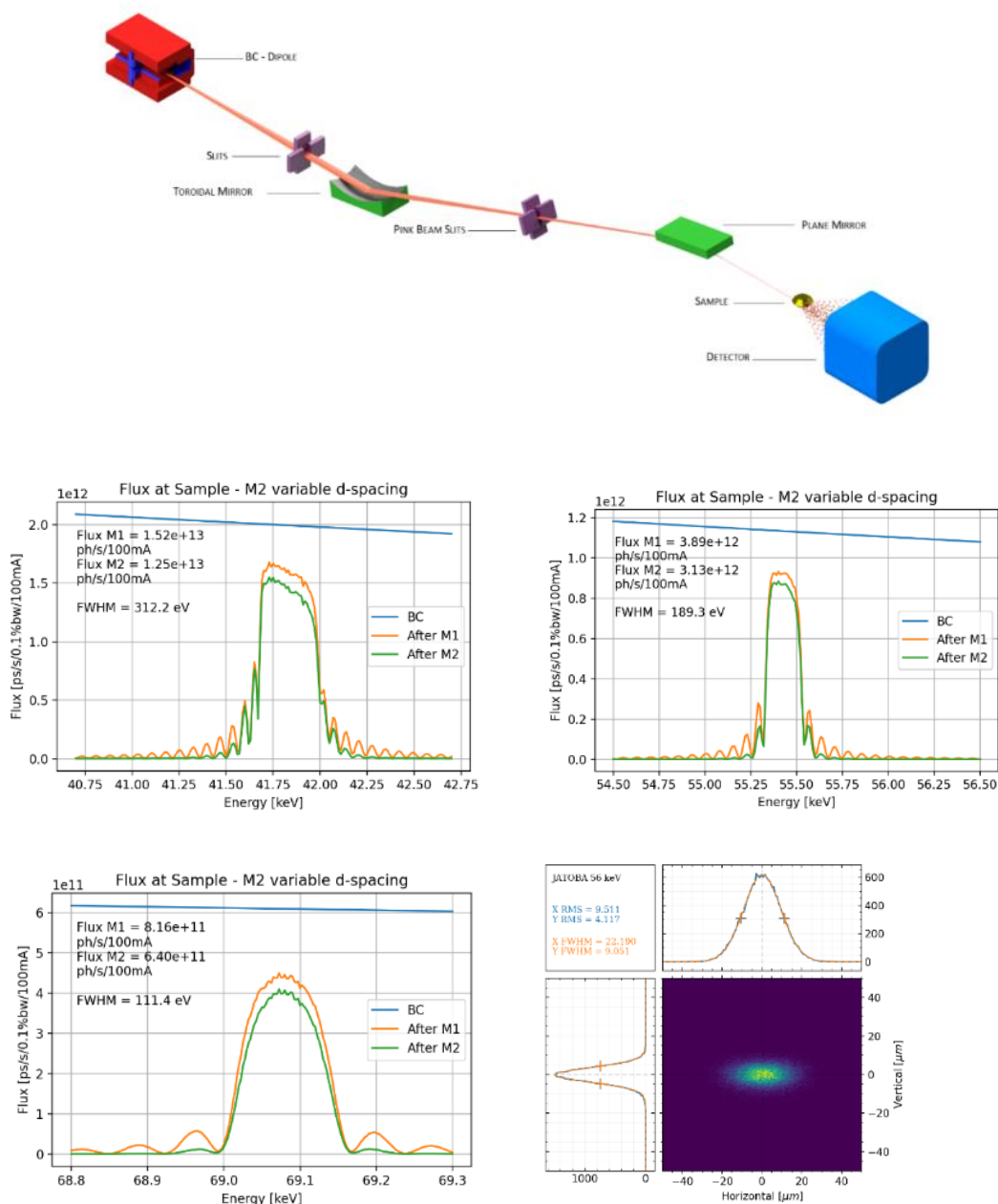


Figura 149: (Superior) Layout óptico da linha JATOBA. Fluxo na amostra para as energias - 41,7 keV (Centro-esquerda), 55,4 keV (Centro-direita) e 69,1 keV (Inferior esquerda). (Inferior direita) Tamanho simulado do feixe na amostra - $22 \times 9 \mu\text{m}^2$.

A aquisição do espelho multicamadas toroidal tem se revelado bastante arriscada porque o único fabricante habilitado no mundo neste momento (JTEC) não possui todas as capacidades de metrologia necessárias para assegurar a espessura das multicamadas e qualidade superficial do substrato na geometria toroidal requerida. As equipes internas avaliam substituir o espelho toroidal por um cilíndrico com bender a fim de tornar esse projeto realizável com menos riscos técnicos e de prazo. A Figura 150 apresenta o *status* de construção do *front-end* da linha, cuja construção prosseguirá ao longo do próximo ano.



Figura 150: (Esqueda) Projeto integrado do front-end da linha JATOBÁ com espelho toroidal M1. (Direita) Situação da execução do front-end em junho de 2022.

A estação final ainda não foi projetada, mas mantém semelhanças com o desenho da PAINEIRA em termos de ambiente de amostra e instalações para o uso de difração em pó em ambientes *in situ* e operando. A peça principal de instrumentação é o detector. Estamos considerando duas opções para o momento: (1) um detector de grande área PIMEGA produzido em colaboração com uma empresa local, a PiTec, com base no chip MediPix associado ao sensor CdTe; (2) um Varex imaging XRD 3025 detectores, que tem parâmetros de desempenho limitados, mas poderia ser rapidamente disponível a um custo razoável. A linha pode começar a operar com a opção 2 e considerar um upgrade para a opção 1.

No momento o projeto JATOBÁ teve a menor prioridade entre as 14 linhas da primeira fase. Se as condições orçamentárias se tornarem favoráveis durante o próximo ano, quatro ações devem ser priorizadas:

1. Encontrar um cientista de linha com experiência suficiente para gerenciar o projeto.
2. Chegar às especificações finais do espelho focalizador (M1) e colocar o pedido.
3. Decidir sobre o detector mais adequado, considerando as condições orçamentárias.
4. Seguir com o projeto básico integrado de infraestrutura da linha e contratar projeto/fabricação da cabana de proteção radiológica.

Comissionamento de novas Linhas de Luz da fase 1

Neste ano prosseguimos também com o fim da montagem e comissionamento de 10 linhas de luz da fase 1 do Sirius: MANACÁ, CATERETÊ, CARNAÚBA, EMA, IMBUIA, IPÊ, PAINEIRA, MOGNO, CEDRO e SABIÁ. A linha SABIÁ teve o seu primeiro feixe iluminando um dispositivo de visualização de feixe no fim de dezembro dando início aos trabalhos de comissionamento técnico. O estado atual de comissionamento das demais 9 linhas será descrito a seguir, começando pelas linhas em estágio menos avançado de desenvolvimento do comissionamento até as linhas que já estão em operação mais regular para usuários. As propostas de usuários foram selecionadas com base na sua viabilidade de acordo com o estágio atual de comissionamento de cada linha. A partir do próximo ano retomaremos o sistema de avaliação de propostas por comitês para as linhas em estágio mais avançado de comissionamento, conforme descrito no tópico de Instalações Abertas.

MOGNO: MICRO E NANOTOMOGRAFIA DE RAIOS_X

O MOGNO (*Micro and Nanotomography beamline*) é uma linha de luz de alta energia dedicada a experimentos *in situ* e *operando* em amostras heterogêneas e hierárquicas. A linha de luz operará em energias de 22, 39 e 67 keV, usando um dipolo permanente de 3,2T como fonte primária, com energia crítica de 19,15 keV. O feixe é demagnificado através do uso de três espelhos elípticos, criando um nanofoco de $\sim 120 \times 120 \text{ nm}^2$ e, também, um feixe divergente. Portanto, a MOGNO opera com feixe cônico, com campo de visão variável (entre 150 μm a 85 mm) e resolução espacial variável ($\sim 120 \text{ nm}$ a 55 μm). Essas condições são atingidas por duas estações experimentais, a dedicada a nanotomografia e a de microtomografia. Um detector de contagem de fótons com sensor de CdTe, e uma área de detecção de $\approx 85 \times 85 \text{ mm}^2$, servirá tanto para a nano quanto para a micro-estação. Ainda assim, a linha de luz também contará com um sistema de detecção indireta baseado em uma câmera sCMOS e um microscópio.

Microestação

Um projeto de infraestrutura (nº 2021/00006-5) associado a um projeto de P&D (#2021/00018-3), foi aprovado para financiar toda a microestação e desenvolver temas relacionados às especialidades das linhas de raios, como tomografia interior e medidas rápidas, além de desenvolver métodos de reconstrução e segmentação de imagem. O projeto de P&D gira em torno da criação da possibilidade de analisar uma grande quantidade de amostra de rocha seca, sob resolução de imagem diferente, mas a MOGNO também se beneficiará desses avanços, pois todos os desenvolvimentos serão disponibilizados para os usuários. O financiamento é da Petrobras/ANP, sob a obrigação de investir parte da receita bruta em programas e projetos nacionais de pesquisa e desenvolvimento. O projeto tem duração de dois anos e tem início em novembro/2021.

O conceito de microestação já foi revisado por consultores externos, resultando em algumas adaptações de design para garantir que o desempenho do sistema será compatível com futuras configurações de amostras, previstas para experimentos *in situ* e *in operando*, com rotação rápida e cargas pesadas ($\sim 30\text{kg}$). O projeto foi dividido em três partes: carro principal, pórtico e trilho. Estamos atualmente no detalhamento do design 3D do carro principal, e as ferramentas e estratégias de montagem são a próxima fase a ser abordada. A montagem e comissionamento da microestação é a principal entrega para o projeto de infraestrutura aprovado e a instalação está prevista para começar no início de 2023.

O sistema de base inercial (trilho de 30 metros) foi inteiramente projetado e as compras já foram colocadas, porém há dificuldades para o design do pórtico de amostras, pois os modos de vibração estão muito baixos, o que certamente irão interferir na medida. Novos designs e materiais estão sendo testados para melhorar a performance desse sistema.

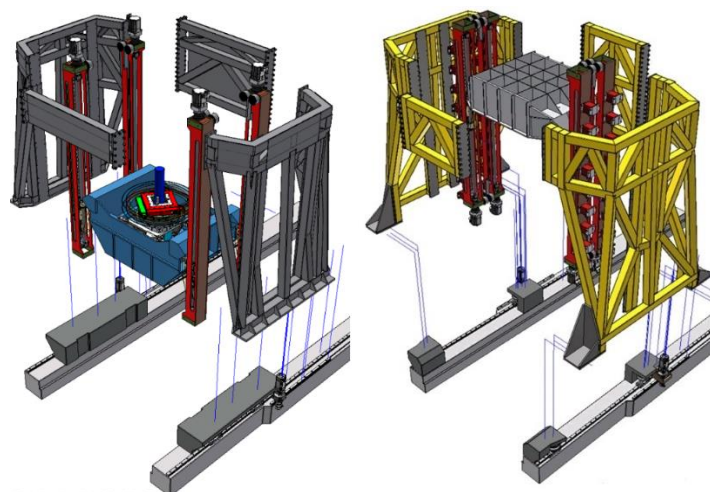


Figura 151: Detalhamento da estratégia de montagem do portico principal ao trilho da microestação da linha MOGNO

Contudo, já foram feitas medidas de microtomografia de amostras relacionadas a todos os casos científicos (

Figura 152). Isso está permitindo que testes e validações de algoritmos aconteçam ao mesmo tempo que o comissionando a linha e finalização do projeto, o que é fundamental para o momento de abertura para usuários.

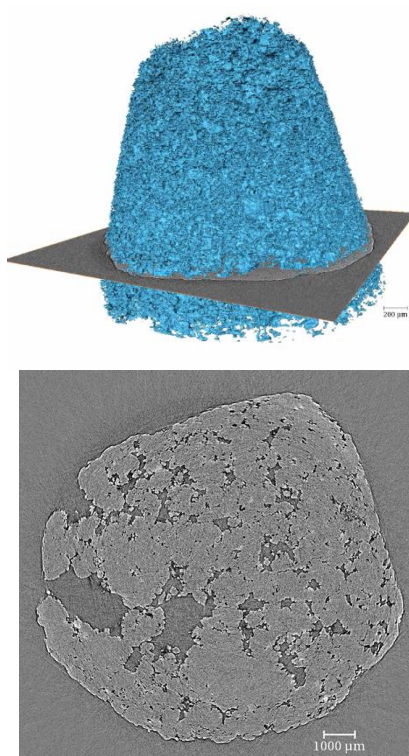


Figura 152: Microtomografia de uma rocha reservatório de petróleo do pré sal brasileiro. Em azul, destacam-se os poros dessa rocha, onde o petróleo é armazenado.

Detector de CdTe

O processo de compra do detector principal do MOGNO teve início no final de março/2022. Após um processo de avaliação entre todas as possibilidades comerciais, foi tomada a decisão de comprar um PIMEGA 135D com um sensor CdTe. O prazo de entrega é de dez meses após a ordem de compra ser emitida, por isso receberemos o detector no início de 2023.

Desenvolvimento de ambiente de amostras

Está sendo desenvolvido um ambiente de amostra que mimetiza um experimento tradicional para avaliar a retenção de água do solo (Figura 153a). A grande vantagem deste experimento *in situ* é que teremos acesso visual à drenagem do solo, que serão drenados de acordo com a pressão de sucção que será aplicada, e esse tipo de experimento permitirá estudar assuntos relacionados à solos com baixa retenção de água e entender como a estrutura física do solo afeta essa capacidade. Um exemplo é o caráter coeso dos solos identificados em algumas regiões no Brasil. Esses solos em situações de ausência de água são extremamente duros, o que dificulta muito seu uso agrícola. O ambiente de amostra já foi validado e está pronto para ser usado na linha MOGNO.

O segundo ambiente de amostra está relacionado à compreensão de processos biológicos envolvendo a regeneração do tecido ósseo, que se mostra ainda um desafio nessa área, principalmente quando estão na presença de materiais bioativos. Uma célula de microfluídica permite a manipulação e o controle de líquidos, recriando ambientes fisiológicos que são de interesse no campo de regeneração óssea. Utilizando esta configuração (Figura 153b), podemos explorar o comportamento do biomaterial em diferentes condições, na presença de células, por exemplo, e até mesmo imitando processos inflamatórios com alto controle. O sistema está em construção e em breve entrará em comissionamento.

A configuração *in vivo* está sendo desenvolvida agora pelo grupo Ciência Aplicada (ACA) da divisão de Engenharia e Tecnologia (ENT), associada às demandas geradas pela construção de um laboratório de biossegurança NB4. A equipe do MOGNO aproveitará todo o conhecimento adquirido durante esse desenvolvimento, e adaptará a configuração à microestação, provavelmente dentro de ~2 anos a partir de agora.

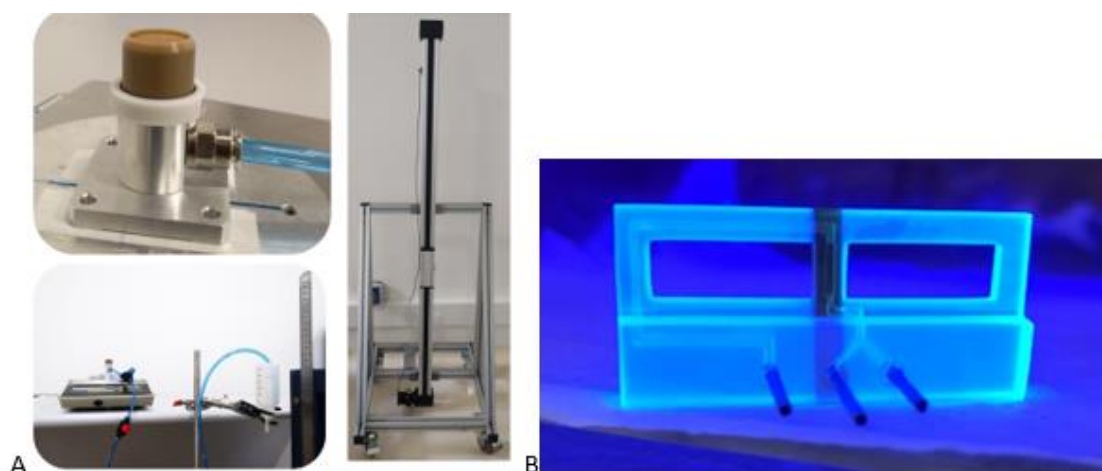


Figura 153: (A) Configuração de retenção de água do solo e (B) Configuração fisiológica baseada em um dispositivo microfluído

Comissionamento

O espelho M1 foi instalado em novembro/2021, na cabana ótica da linha de feixe MOGNO (Figura 154-A), com o sistema de diagnóstico interno (Figura 154-B) da fonte secundária. No dia 8 de dezembro, o espelho M1 viu feixe de luz. No mesmo dia, o feixe ganhou a cabana experimental (Figura 154-C).

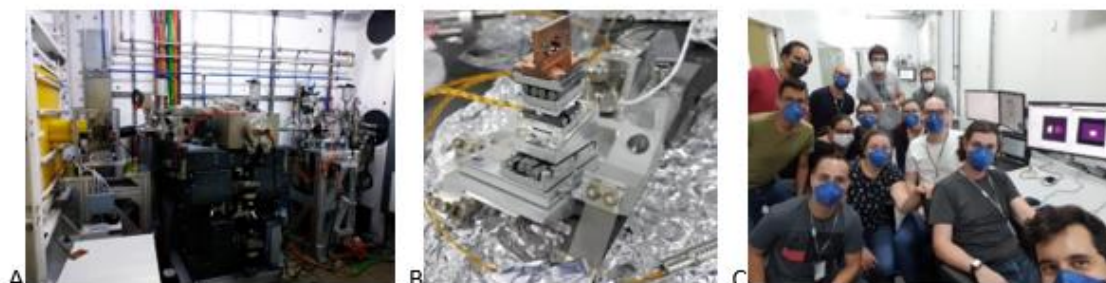


Figura 154 (A) M1 montado na cabana ótica do MOGNO, (B) Sistema de diagnóstico interno de M1 e (C) Primeira vez que M1 recebeu o feixe, e o feixe ganhou a cabana experimental.

O espelho M1 produz uma fonte secundária nanométrica ($\sim 0,3 \times 800,0 \mu\text{m}^2$), e para imagem da região focal, desenvolvemos um sistema de diagnóstico que captura o sinal de fluorescência de uma fina linha de Au depositada em um substrato de Si enquanto escaneia a região focal. Essa estratégia nos permite adquirir a caustica do feixe em torno da região focal, que, por sua vez, possibilita identificar a presença do efeito de coma, em caso de desalinhamento do M1 e avaliar o tamanho do foco através da análise da norma do gradiente da caustica.

Apresentando os resultados experimentais, R_y variou de 63,2 a 73,3 mrad (Figura 155), e o efeito coma é claramente visto em algumas das imagens. Qualitativamente, podemos verificar que o melhor alinhamento está entre $R_y = 68,8$ e 70,5 mrad (devido à ausência do efeito coma em torno desses ângulos), que está dentro do erro permitido de ± 2 mrad, para este elemento óptico. Quantitativamente, porém, observamos que algumas instabilidades relacionadas ao

sistema de controle dos estágios, que move o sistema de diagnóstico, estão interferindo nos valores do tamanho do foco medido. Em torno dos valores R_y de 68,8 e 70,5 mrad, onde se espera encontrar os menores valores para FWHM, podemos ver um vale (com algumas flutuações), mas um *outlier* em $R_y = 63.2$ mrad também é visto. A causa da instabilidade ainda não foi encontrada, mas acreditamos que está relacionada ao sinal movimentado vindo do controlador SDC2, que após alguns testes se mostrou instável ao considerar que o sistema foi parado mesmo em situações onde o estágio estava se movendo. O trabalho para resolver esses problemas e melhorar a medição da fonte secundária está em andamento.

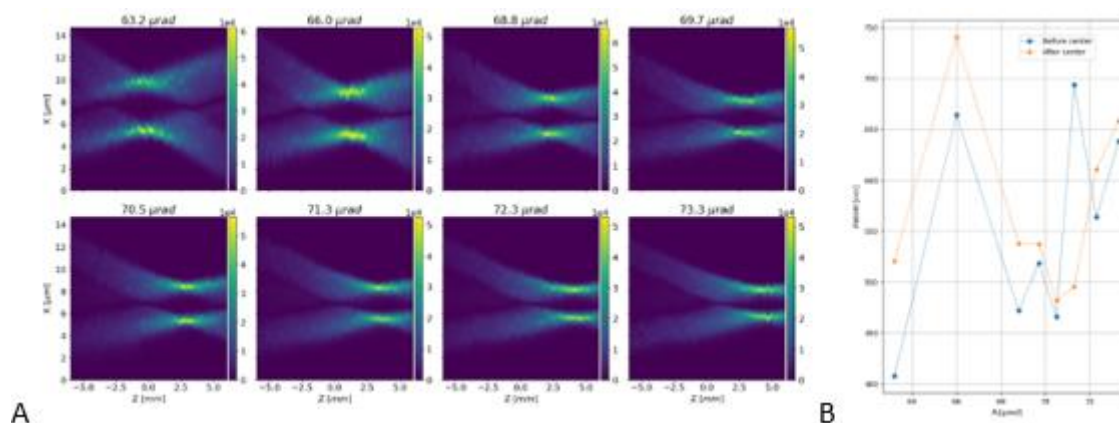
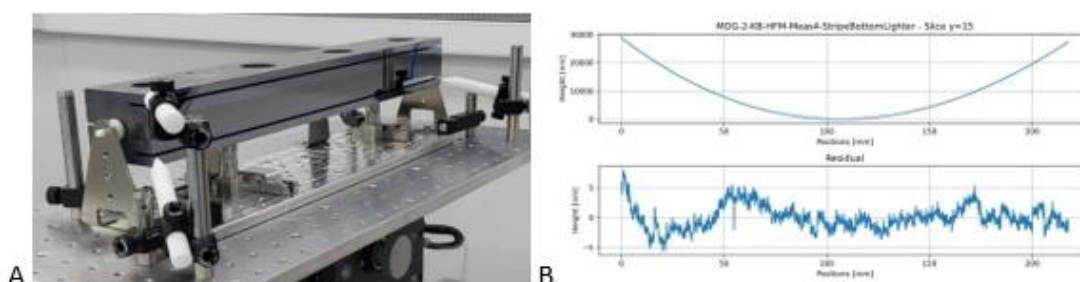


Figura 155 : (A) Resultados experimentais da medição cáustica do feixe, com R_y variando de 63,2 a 73,3 μ rad. (B) Valores de FWHM extraídos da norma do gradiente da imagem cáustica (não mostrado aqui), que está diretamente relacionado com o tamanho da fonte secundária

Óptica – Montagem KB

O KB foi recebido e aceito pelo grupo óptico LNLS após validação de figura no Interferômetro de Fizeau (FZI) (Figura 156). Os mecanismos dos espelhos possuem as mesmas restrições de montagem que outros sistemas de espelho do SIRIUS⁴⁶ ⁴⁷, com graus de liberdade extras para permitir a seleção de energia da linha MOGNO. (Figura 157).



⁴⁶ Gerald, R.R. et al., "the Design of Exactly-Constrained X-Ray Mirror Systems for SIRIUS", MEDSI Conference Proceedings, pp. 173-178, 2018, doi: 10.18429/JACoW-MEDSI2018-WEOAMA04.

⁴⁷ Moreno, G.B.Z.L., et al., "Espelhos KB exatamente restritos para as linhas de raios SIRIUS/LNLS: Design e Comissionamento da Estação TARUMÃ Nanofocando Óptica na Linha de Feixe CARNAÚBA", Proc. MEDSI 2020, 2021.

Figura 156(A) HFM suportado pelos pontos Bessel no laboratório de Metrologia LMLS e (B) seu perfil meridional obtido com o algoritmo de costura FZI.

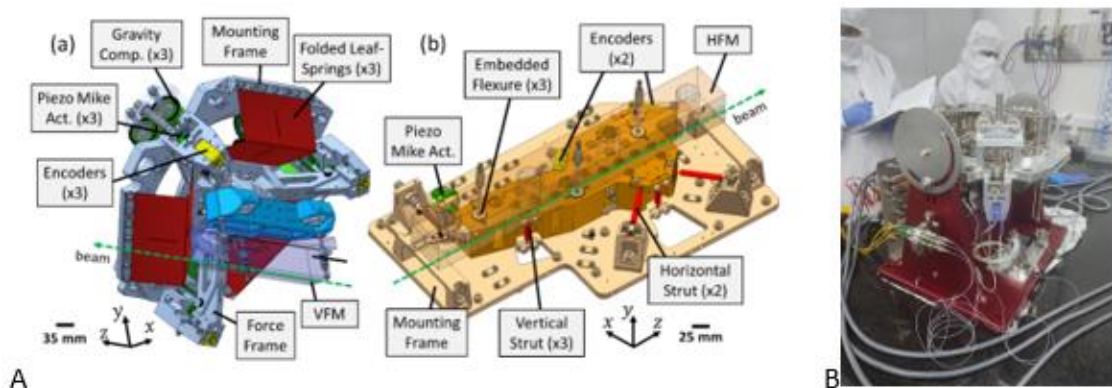


Figura 157 (A) Mecanismos de vácuo VFM e HFM com principais características de design destacadas, e (B) mecanismo VFM sendo testado na sala limpa do edifício de metrologia.

A conclusão da fase de teste foi brevemente adiada devido aos componentes do sistema de compensação de gravidade que chegaram fora das especificações do catálogo, exigindo correções de montagem e novos testes para confirmar o desempenho. Além disso, a rigidez das guias flexíveis do mecanismo está em processo de validação de montagem. A cinemática de movimento e a arquitetura de controle também estão em fase de testes e validação e, assim que essas fases acabarem, os mecanismos serão montados e alinhados dentro da câmara de vácuo para que a instalação e o *baking* possam começar dentro da cabana experimental.

O mecanismo HFM já estava colado em seu *frame* (Figura 158), onde deformações mínimas de fixação foram observadas na superfície óptica do espelho. O mecanismo de espelho já foi instalado na câmara de vácuo e integrado.

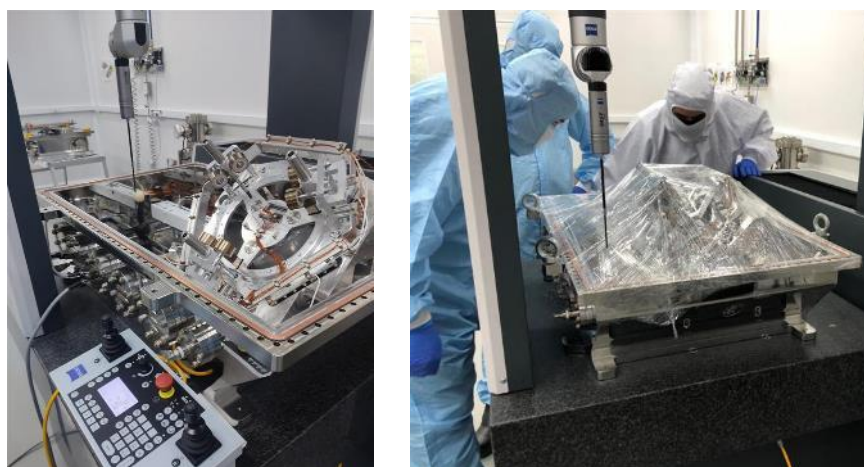


Figura 158 Mecanismo de vácuo HFM e VFM instalados dentro da câmara de vácuo KB.

A instalação foi realizada, seguida de alinhamento, *baking*, controle e validação de movimento, e o início do comissionamento da nanoestação. O alinhamento do KB está ainda em processo, mas um importante marco que foi alcançado é o feixe com menos de 500nm de dimensão, ou seja, há um nanofoco na Mogno, mas ainda não nas dimensões nominais do projeto (cerca de 100 nm).

Nanoestação

Todo o processo de projetar, comprar e receber peças e equipamentos para a nanoestação está concluído e agora estamos passando pelo processo de montagem desta estação. Iniciamos a instalação a partir do trilho e da base principal do KB. A conclusão desta instalação e alinhamento, incluindo a base de amostra (em rosa) e a base do detector (em azul) foi concluída em maio/2022.

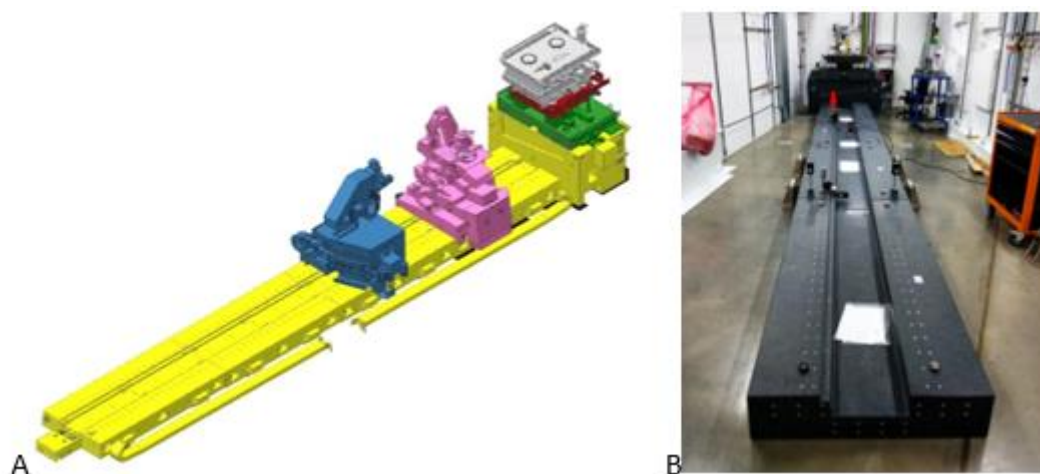


Figura 159 (A) Uma visão 3D da nanoestação do MOGNO e (B) uma imagem da instalação dentro da cabana experimental.

A Figura 160 apresenta duas imagens do interior da cabana experimental da linha MOGNO. A imagem (A) é uma foto da instalação completa da nanoestação, que está passando pelo comissionamento técnico nesse momento. Esse comissionamento deve durar até o final de 2022 e a previsão de início de comissionamento científico da nanoestação é o início de 2023. Na imagem (B), temos o detector PiMega, com sensores de Si, que está instalada no fundo da cabana experimental. Esse detector ainda não é o definitivo da linha de luz, pois os sensores utilizados possuem baixa eficiência nas energias de trabalho da MOGNO. Um detector com sensores adequado foi comprado no primeiro trimestre de 2022, e será entregue no início do ano de 2023 e será o substituto desse detector que está nessa imagem. A instalação segue agora pelo sistema de *high throughput* da nanoestação. O braço robótico já está instalado na linha, assim como o carrossel de amostra e está sendo realizada a programação do robô para a troca de amostras 100% remota e o sistema de cadastro e banco de dados de amostra

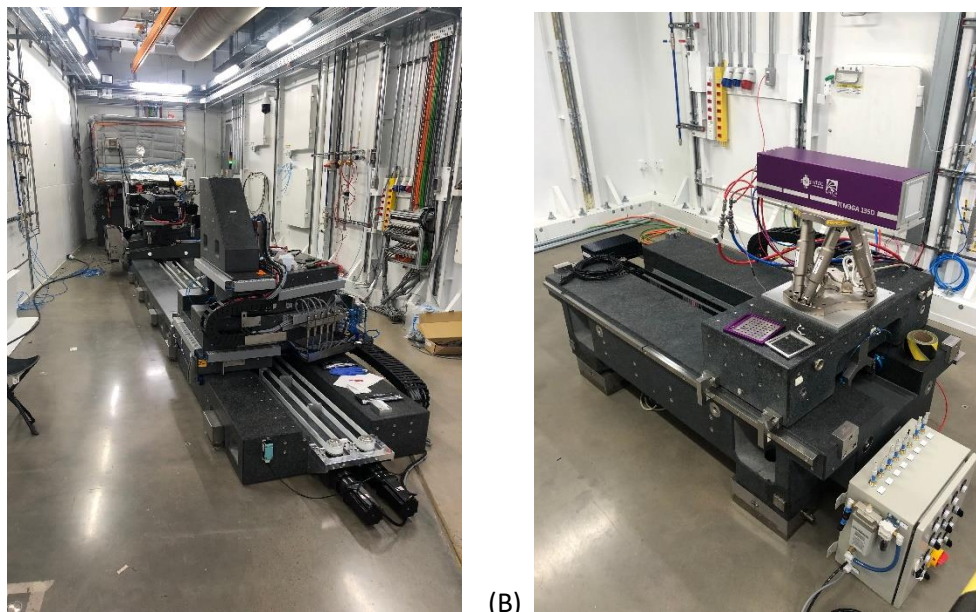


Figura 160: Instalação completa da nanoestação da linha MOGNO (A) e do detector PIMEGA com sensores de Si (B)

IPE: RIXS e XPS

A linha de luz IPÊ (do inglês *Inelastic scattering and PhotoElectron spectroscopy*) é dedicada ao espalhamento inelástico ressonante de raios-X de alta resolução (RIXS), espectroscopia de absorção de raios-X (XAS) e espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios-X (XPS) na faixa de raios-X moles (100 – 2000 eV). A combinação destas técnicas espectroscópicas é aplicada para obter detalhes da estrutura eletrônica que contribuem na compreensão dos fenômenos quânticos em matéria condensada, ciência dos materiais e sistemas moleculares. A linha de luz e a estação XPS foram quase totalmente montadas ao longo de 2021, sendo que os trabalhos no primeiro semestre de 2022 concentraram-se no comissionamento e melhorias na óptica, montagem e alinhamento da estação RIXS, e finalmente os primeiros experimentos com usuários na estação XPS. No segundo semestre, os trabalhos foram ao redor de avanços no comissionamento e melhoria na ótica e na câmara de XPS.

Após o alinhamento preliminar dos elementos ópticos realizado em 2021, iniciamos o alinhamento fino, começando com a iluminação completa dos espelhos, seguida pela determinação do centro de emissão do ondulator. Depois disso, realinhamos o espelho M1, os colimadores de proteção radiológica e os espelhos M4, M5 que haviam sido reposicionados para corrigir limitações mecânicas. Corrigimos também um desalinhamento do espelho M2 (*roll*) que causava um deslocamento lateral do feixe para diferentes energias. Um grande avanço foi o desenvolvimento e implementação de novos hardware e software de controle para o monocromador PGM que permitiu varreduras em energia com passos precisos (100 meV), redução do tempo morto em mais de 10x e calibração da energia com precisão melhor que 10 meV.

A melhoria no controle permitiu a calibração em energia do monocromador, medida de curvas de fluxo em função da energia e de tabelas de fase que determinam a sintonia entre monocromador e ondulator. Outro ponto importante foi especificar e realizar a montagem de

um sistema de limpeza in situ de espelhos com oxigênio para remover uma contaminação de carbono nos espelhos M1 e M2 que identificamos este ano. Esta contaminação compromete o fluxo e frente de onda do feixe. Infelizmente a abordagem não surtiu efeitos significativos, sem mudanças significativas da absorção na região da borda K do carbono. Porém concluiu-se que a contaminação não tem impacto para a maioria dos experimentos, limitando apenas medidas de XAS e RIXS na ressonância do carbono. Discussões estão sendo feitas com o grupo de óptica para outras estratégias de limpeza.

Outro avanço importante foi a solução dos problemas de controle de movimentação dos atuadores piezoelétricos do mecanismo interno das câmaras de espelhos que limitavam o alinhamento fino da óptica. Ainda nas questões de ótica, uma intervenção na cabana óptica para minimizar as vibrações no monocromador e primeiro espelho induzidas pelo sistema de refrigeração está em abordagem. As vibrações verticais do feixe na fenda de saída parecem ser um dos fatores limitantes para a resolução em energia no RIXS neste momento, com uma contribuição estimada em 130 meV.

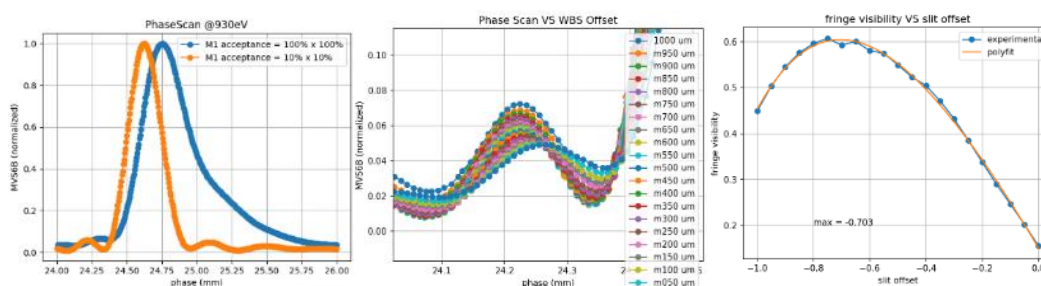


Figura 161 : (esquerdo) emissão de undulator com fenda estreita e larga a 930 eV. (meio) Máxima secundária de emissão de undulator para fenda estreita com deslocamentos variáveis. (direita) Visibilidade quantitativa da franja versus deslocamento de fenda.

Estação XPS

Com o novo controle do PGM, validamos o procedimento para experimentos de XAS no modo TEY (do inglês *total electron yield*) usando medidas em amostras padrão de óxidos de metais de transição e terras raras. Outro avanço importante foi conseguir escrever e ler variáveis do sistema de controle do Sirius (EPICS) de dentro do *software* comercial que controla o analisador da estação XPS (Prodigy). Isto permitiu o primeiro passo para automatizar medidas de múltiplas amostras, que seria controlar o manipulador de amostras pelo Prodigy. Vale ressaltar também, que concluímos a montagem da sala de preparação de amostras da IPE, para que os usuários de XPS tenham todo o espaço e equipamento para preparar e manipular suas amostras na própria linha de luz. Com estes avanços iniciamos o comissionamento científico, recebendo usuários para realizar os primeiros experimentos. Realizamos 3 propostas científicas. A Figura 162 mostra espectros de XAS e XPS medidos em eletrocatalisadores para produção de hidrogênio por quebra da água, obtidos pelo grupo do Prof. Dr. Juliano Bonacin do IQ/UNICAMP em

colaboração com os pesquisadores do grupo IPÊ. Estes resultados foram submetidos para publicação no jornal *ACS Applied Energy Materials*.

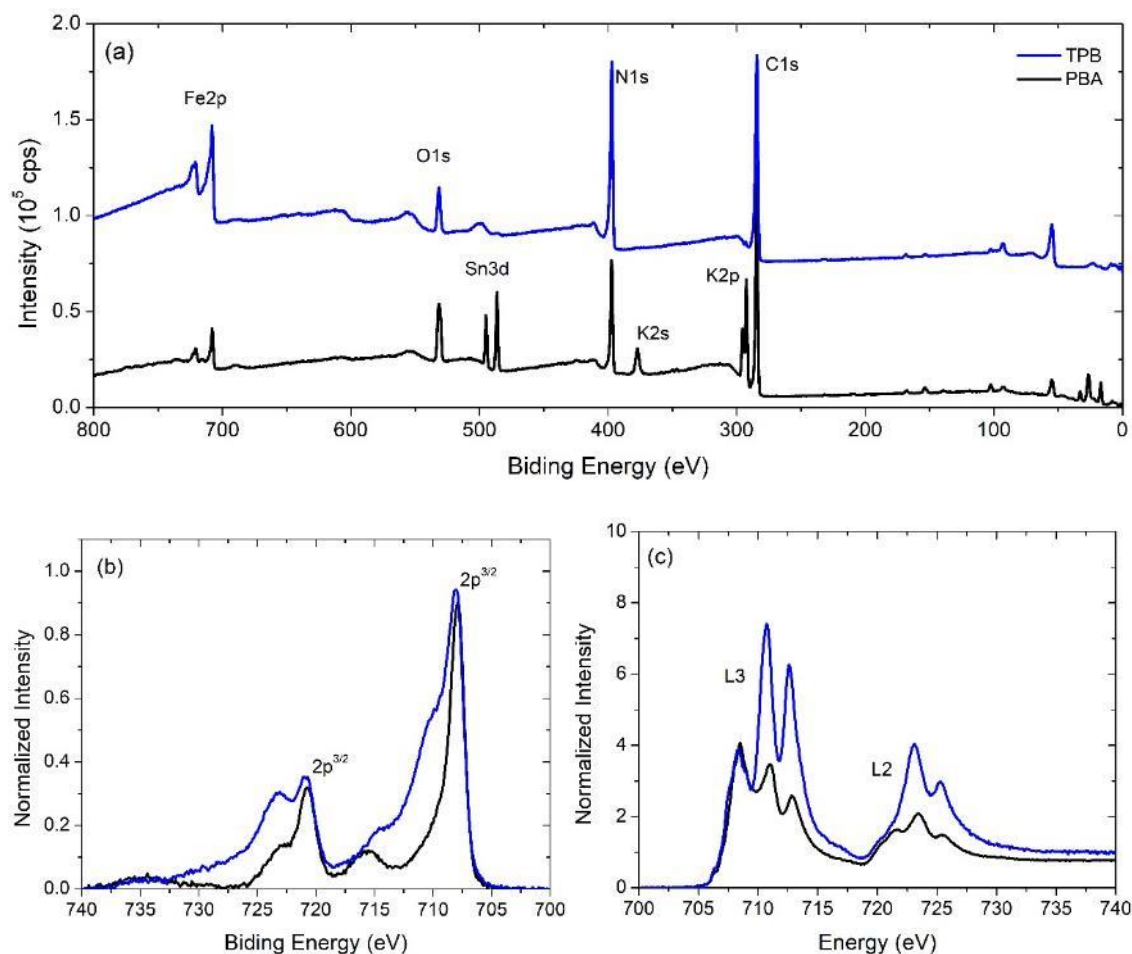


Figura 162- Composição química da superfície e especiação de ferro em eletrocatalisador azul da prússia tradicional (azul) e ativado (preto) usados para produção de hidrogênio. (a) espectro longo de XPS com atribuição dos principais elementos identificados. (b) espectro XPS de alta resolução do Fe 2p. (c) Espectro XAS da borda L2,3 do Ferro. As mudanças na forma de linha indicam vacâncias de Fe³⁺ na amostra ativada e mudanças no campo cristalino do Fe²⁺ por substituição de CN por OH formando o sítio ativo.

Em novembro foi iniciado o projeto conceitual da infraestrutura de gases da estação XPS para realização de tratamentos de amostra *in situ* na estação. O detalhamento será realizado entre janeiro e fevereiro de 2023. Também foi instalado um detector fotodiodo na estação XPS e comissionado para medidas de XAS sensíveis ao bulk no modo de TFY (do inglês *Total Fluorescence Yield*) usando a detecção pelo fotodiodo. Além da integração do controle do monocromador e ondulator com o software comercial SPECSLAB Prodigy que controla o analisador de elétrons da estação XPS. Por fim, a estação recebeu um forno na *loadlock* que permite tratamentos térmicos em vácuo com transferência *in situ* para a câmara principal até 700C.

Estação RIXS

O espectrômetro RIXS da IPE é baseado em uma grade de difração cilíndrica que coleta e dispersa a radiação espalhada por amostra em um detector de área com alta resolução espacial.

A montagem da opto-mecânica foi finalizada e com todas as partes do espectrômetro instaladas e condicionadas para vácuo. Validamos a movimentação de todos os graus de liberdade do espectrômetro e do manipulador da câmara de amostras e alinhamento preliminar com equipamentos de *laser tracker*. Um evento importante foi a realização dos testes de aceite (SAT) do detector EMCCD de alta performance da empresa XCAM, que havia sido cancelado em 2020 devido a pandemia. Os técnicos da XCAM vieram ao LNLS para montar o detector dentro de uma sala limpa, demonstrar a performance (Figura 164) e treinar a equipe da linha na utilização. Para progredir com o alinhamento do espectrômetro em paralelo aos testes de aceite, montamos um detector CCD provisório. Avançamos com a primeira etapa do alinhamento do espectrômetro que era observar a luz visível emitida por uma amostra fluorescente (YAG) irradiada com o feixe de raios-X da linha, mantendo a grade em condição especular. Esta etapa tomou várias semanas pois tivemos problemas com movimentação da grade, validação das posições de referência do detector, e operação do detector. Contudo, um problema com o sistema de bombeamento no detector CCD da estação RIXS, que limitava a etapa final de calibração pelo fornecedor XCAM, foi resolvido. Esta calibração que será agendada para 2023, permitirá aumentar a resolução espacial do detector em cerca 3x, com o mesmo impacto na resolução combinada do RIXS.

Continuando com o comissionamento técnico da estação RIXS, foi instalado o detector CCD de alta performance substituindo o detector provisório de testes. E foi possível medir o primeiro espectro RIXS com uma amostra de filme fino de $\text{YB}_2\text{aCu}_3\text{O}_7$ produzida no laboratório LCIS atingindo resolução de 700 meV. Já em novembro, a focalização vertical do feixe na posição da amostra na estação experimental RIXS foi comissionada em 7 um na vertical, chegando próximo ao valor teórico de 5 um para a fenda de saída em 100um. O alinhamento fino da linha de luz e espectrômetro RIXS otimizou o sinal, chegando em uma resolução combinada de 200 meV em 930 eV. (Figura 163). Esse marco possibilita o início da fase de comissionamento científico da estação RIXS com medidas em amostras reais. Não menos importante, foram comissionados experimentos de XAS sensíveis a superfície no modo AEY (do inglês *Auger Yield*) usando a detecção pelo analisador de elétrons.

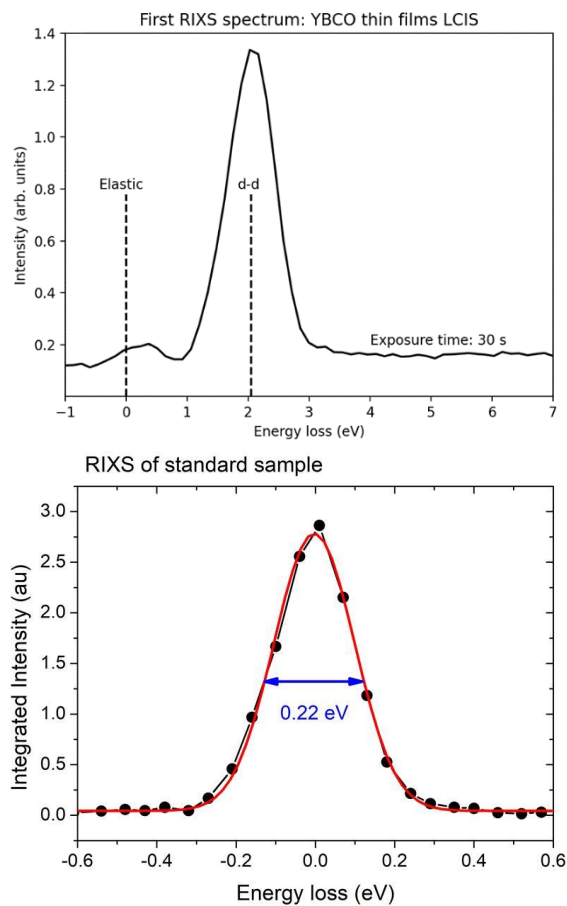


Figura 163: primeiro espectro RIXS com uma amostra de filme fino de $YB_2aCu_3O_7$ com resolução de 700 meV (esquerda). espectro RIXS com resolução combinada de 200 meV em 930 eV após O alinhamento fino da linha de luz e espectrômetro RIXS (direita)

A respeito do projeto, no segundo semestre foi realizado o projeto conceitual do sistema de transferência de amostras em ultra alto vácuo da estação RIXS, chegando na versão final em dezembro. Em 2023 será feita a especificação dos fornecedores, montagem e comissionamento.

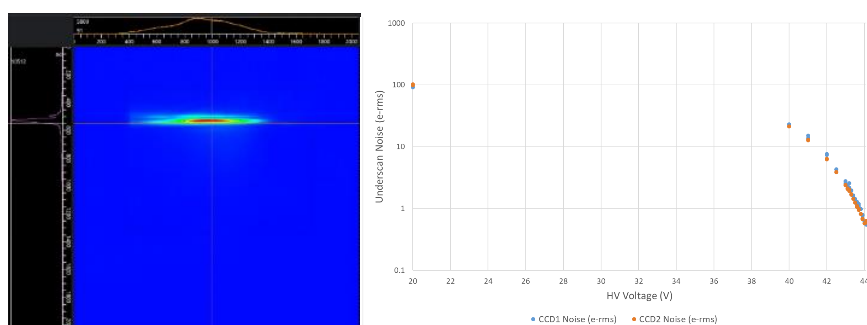


Figura 164: (topo) espectrômetro RIXS acoplado a câmara experimental e linha de luz. (esquerda) alinhamento do RIXS com luz visível emitida por amostra fluorescente com grade em ordem zero e detector provisório. (direita) Demonstração do ruído menor que 1 elétron-rms com multiplicação de elétrons no detector EMCCD XCAM durante SAT.

IMBUIA: MICRO E NANO FTIR

A linha IMBUIA teve a conclusão de sua fase de instalação no início deste semestre com a instalação do espelho primário (M1) de extração de IR do acelerador, em janeiro. Após a instalação, a câmara do M1 foi condicionada para vácuo por 20 dias, e então foi capaz de ser conectada ao vácuo do anel de armazenamento. No final de fevereiro o espelho M1 foi iluminado com radiação síncrotron pela primeira vez, o que foi um grande avanço para a instalação. Até meados de março, a equipe estava envolvida no refino do alinhamento do M1 dentro do túnel do acelerador para entregar o feixe à janela W2 na estação IMBUIA-nano. O feixe IR foi observado na estação pela primeira vez em sua forma completa em março deste ano, um marco significativo para a linha de luz (Figura 165). A forma (~25 mm de diâmetro) e a potência (~0,5 mW) são consistentes com as simulações feitas para esta fonte em 100 mA.

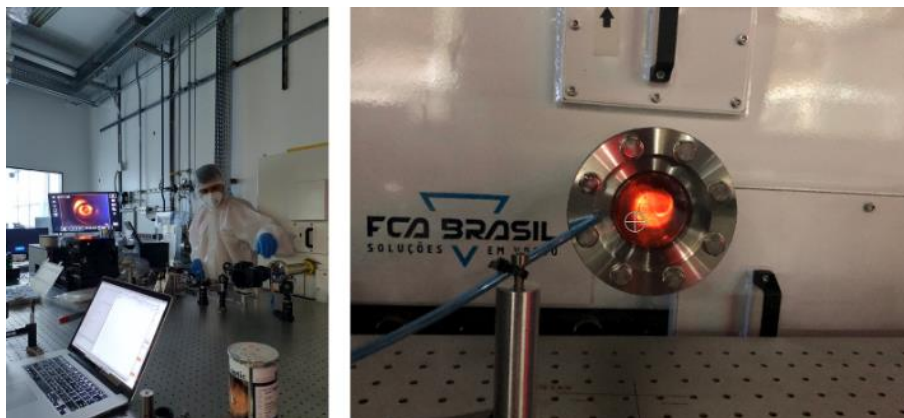


Figura 165 - Alinhamento do feixe de IR na estação IMBUIA-nano (esquerda). Primeira observação do feixe complete, registrada em 16 de março de 2022 (à direita).

A observação do feixe IR na estação experimental da IMBUIA dentro das especificações foi uma confirmação positiva do projeto pioneiro de extração de IR de aceleradores síncrotron de 4ª geração. Até o momento, o Sirius é a única máquina de 4ª geração a hospedar uma estação experimental de IR. O conceito empregado poderá trazer oportunidades para a construção deste tipo de estação em outros aceleradores no mundo.

Após o condicionamento do M1, em meados de fevereiro, tentou-se observar o feixe na estação experimental e notou-se um desalinhamento importante no eixo óptico do feixe (Figura 166), possivelmente relacionado a um desvio na posição do M1, dado que este deve ser posicionado/alinhado por construção (limitados graus de liberdade para alinhamento). Esta é uma dificuldade intrínseca deste tipo de extração nesta classe de aceleradores, dada a densa rede magnética sem espaço para grandes mecanismos de movimentação. Apesar da dificuldade, a equipe de engenharia do LNLS foi capaz de solucionar o problema por meio de uma remontagem do êmbolo do espelho M1 baseada em novo cálculo de orientação do eixo óptico, cujo desvio deve ter sido introduzido na fase de fiducialização do componente.

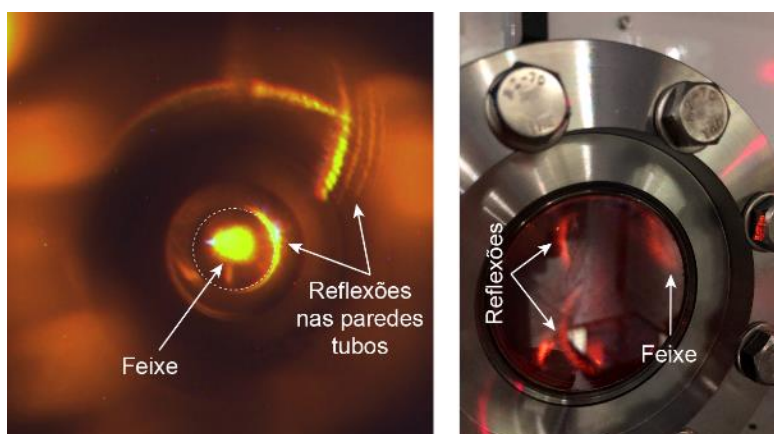


Figura 166: Vista do feixe na visada do eixo de extração (esquerda) e no flange de saída da estação IMBUIA-nano.

Já em março, detectou-se um problema grave no nanoscópio da estação IMBUIA-nano o qual impossibilita a realização de experimentos de microscopia óptica de campo próximo. Sendo este um instrumento baseado em microscopia de força atômica (AFM), foi detectado uma

falha irreversível no estágio de varredura da amostra assim como nos estágios de posicionamento da ponta de AFM, estágios vitais para este instrumento. foi realizado o reparo do nanoscópio s-SNOM com a vista do especialista da empresa alemã attocube-Neaspec. O defeito manteve este equipamento inativo de abril a setembro e o reparo sanou todos os problemas no instrumento (Figura 168a).

Outra dificuldade importante constatada foi uma falha nos estágios de movimentação Newport dos espelhos M2, M3 e M4 da IMBUA, os quais permitem o alinhamento e entrega do feixe para as estações IMBUA-nano e IMBUA-micro. Uma intervenção está sendo planejada e instalará sensores de fim de curso nesses estágios, os quais voltarão a operação após destravamento mecânico.

Ainda com essas dificuldades, foi possível medir ainda em agosto o primeiro espectro de IR em campo distante no Sirius (Figura 167). Ao longo dos meses seguintes foi solucionado um problema na qualidade óptica do infravermelho sincrotron associado à janela de KRS5. A troca por uma janela por janela de CaF₂ proporcional foi possível produzir uma fonte secundária esperada (FWHM ~ 20 μm no visível) (Figura 168b). Com a óptica do feixe corrigida, foi possível produzir foco com a radiação IR-visível na ponta de força atômica do s-SNOM com dimensões da ordem do comprimento de onda, como esperado (Figura 168c). Resolvendo a questão da óptica do feixe com a troca da janela, conseguimos o primeiro espectro de banda larga de campo próximo na estação IMBUA-nano (Figura 168d).

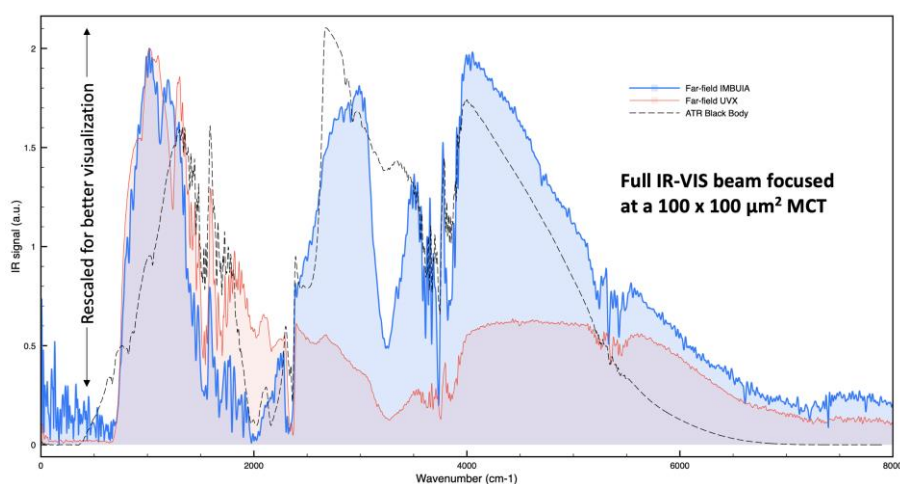


Figura 167 - Primeiro espectro de IR de campo distante medido no Sirius (perfil azul).

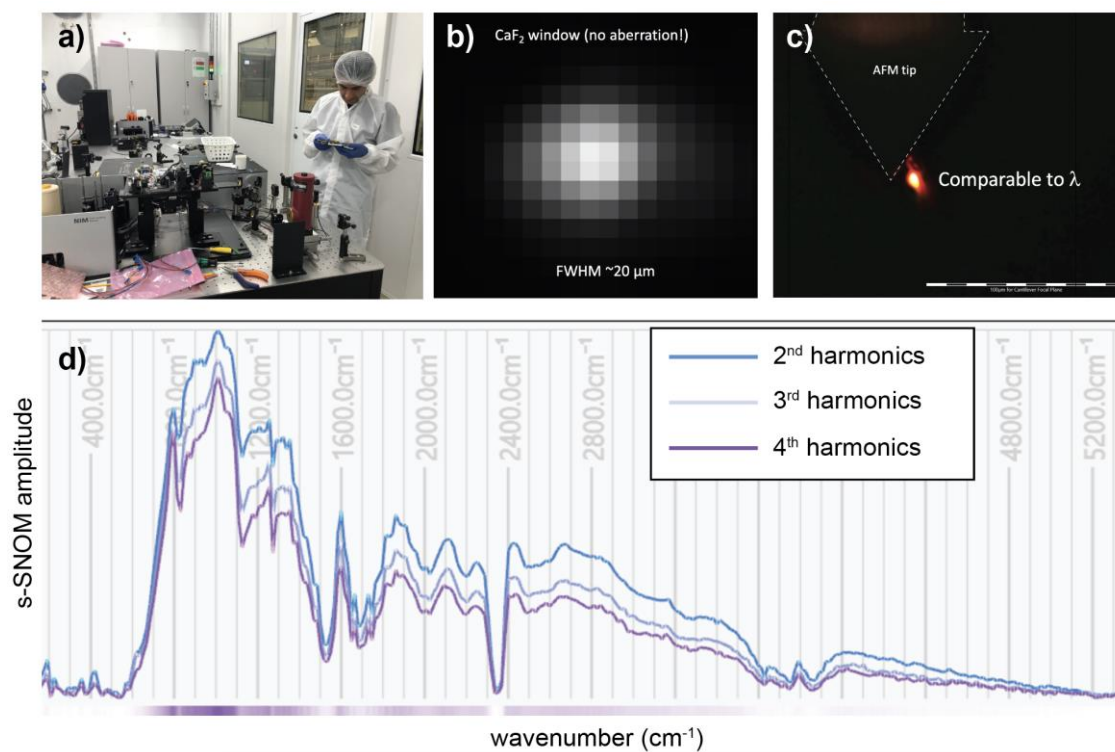


Figura 168 – Destaque de avanços no período de Julho a Dezembro/2022.

Desenvolvimentos

No escopo de desenvolvimentos para o programa de usuários, o grupo IMBUIA iniciou uma interação com o grupo de pesquisa do professor Pablo Fernandez do Instituto de Química da Unicamp na construção de uma célula eletroquímica especialmente projetada para o experimento de micro-FTIR (Figura 169). Esta célula eletroquímica permitirá o uso da sonda de IR no monitoramento de várias etapas da reação eletroquímica, com foco na adsorção de CO na superfície do eletrodo. As imagens hiper espectrais na IMBUIA-micro permitirão correlacionar espacialmente a química superficial do eletrodo com propriedades de espalhamento e absorção de raios X na linha CARNAÚBA, dado que o eletrodo pode ser intercambiado entre diferentes porta amostras.

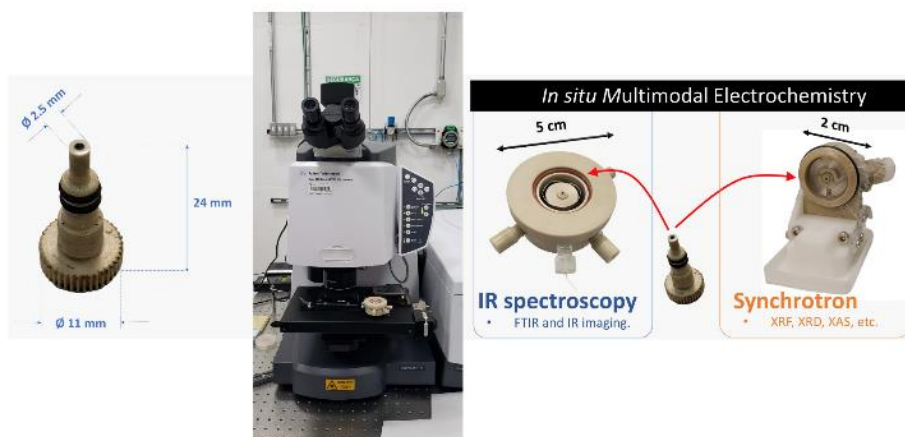


Figura 169 - Projeto de célula eletroquímica para análises de IR e raios X. Da esquerda para a direita: alojamento do eletrodo, microscópio de IR, célula para micro-FTIR e célula para técnicas de raios X.

Comissionamento

Dado que o feixe IR síncrotron ainda se encontra em fase de alinhamento aos microscópios da IMBUIA, a estação tem realizado comissionamento científico utilizando fontes de bancada. Neste primeiro semestre de 2022, a estação realizou importantes experimentos visando definir as melhores condições de preparação de amostras, campos de visão otimizados para casos científicos específicos, definição de estatística de acumulação para amostras orgânicas/biológicas e avanços nos procedimentos de tratamento de dados para os usuários. Como destaque, a estação atendeu a proposta 20220883 a qual via a diferenciação de componentes bio/orgânicos e inorgânicos em microagregados de solo via micro-FTIR.

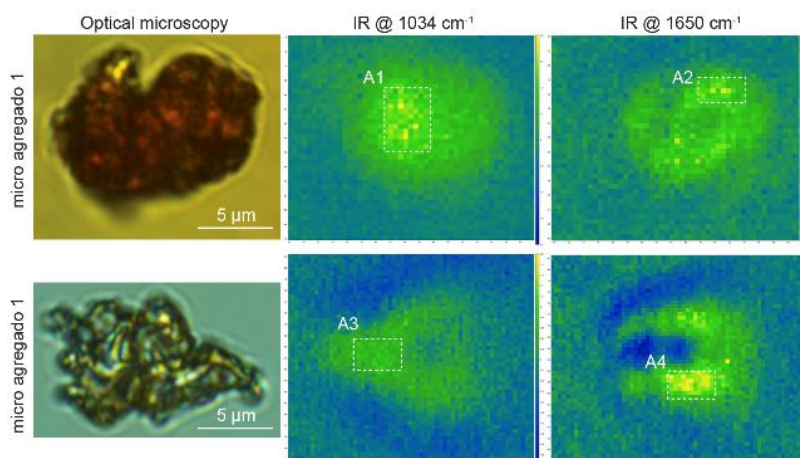


Figura 170 - Análise hiperespectral de micro-FTIR de microagregados de solo.

Em especial a proposta investiga o papel de mecanismos de difusão de fosfato em matriz porosa do solo na fixação de fosfato em solos tropicais. Assim, a micro-FTIR tem sido utilizada no imageamento espectral da matriz inorgânica (Figura 170, imagens na banda em 1034 cm^{-1} associada a silicato) assim como da resposta orgânica (Figura 170, imagens na banda em 1650

cm^{-1} associada a proteínas). Com as imagens espectrais, é possível selecionar áreas específicas (Figura 170, áreas A1 a A4) e assim obter espectros completos, como apresentado na Figura 171. Apesar da fase preliminar, a análise já indica distribuições espaciais distintas para a resposta orgânica e inorgânica destes agregados.

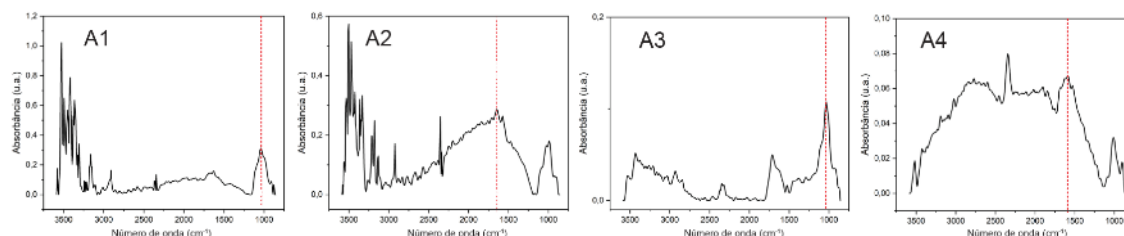


Figura 171 - Espectros de IR integrados nas áreas A1 a A4 indicadas nas imagens espectrais da figura anterior.

Uma outra pesquisa importante em andamento é o estudo de interação de fungos com diferentes compostos voláteis (VOCs), os quais são promissores no combate de alguns fitopatógenos em alternativa a agrotóxicos. Este estudo tem como principal objetivo a investigação do impacto destes VOCs na integridade do DNA de fungos. Nesta etapa, uma variedade de VOCs foram testados em hifas cultivadas em substratos de Au (Figura 172, esquerda), um arranjo otimizado para micro-FTIR em modo reflectância. O espectro de IR integrado na janela (Figura 172, direita) apresenta as assinaturas vibracionais de proteínas (amida I e II) e DNA. O estudo encontra-se em fase de processamento dos dados.

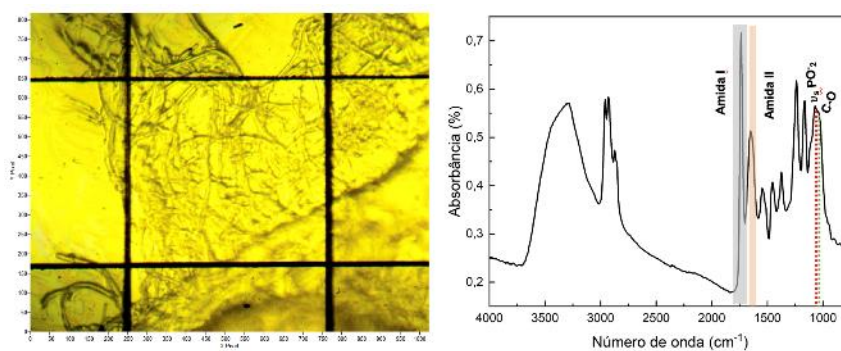


Figura 172 – (esquerda) Imagem óptica de hifas em substrato de Au. (direita) Espectro de IR integrado na indicada na imagem óptica.

No tema de estudo de materiais nanofotônicos, cristais bidimensionais (2Ds) de MoO_3 têm viabilizado diversos avanços no estudo de confinamento extremo de luz. Em particular, este material possui anisotropia óptica no plano a qual tem sido explorada na canalização de radiação na faixa de infravermelho médio e longo, uma característica tecnológica para a realização de elementos nano-ópticos de alta eficiência de transporte de luz. Neste estudo, cristais 2Ds de MoO_3/Au foram investigados por Microscopia de Varredura Óptica de Campo próximo do tipo espalhamento (s-SNOM) na estação IMBUIA-nano em frequências de excitação próximas da condição de “Epsilon Near Zero” (ENZ), quando o material não permite a permeação de campo elétrico em sua matriz. A s-SNOM combina AFM e microscopia de IR sendo a resolução espacial

~25 nm tanto para a análise morfológica quanto para a análise de resposta óptica local. A Figura 173 apresenta a morfologia de um microcristal 2D de MoO_3 de ~200 nm de altura sobre um substrato de Au. Um laser de cascata quântica (QCL) foi utilizado como fonte de mid-IR e selecionou-se as frequências 980 cm^{-1} e 1005 cm^{-1} , sendo esta última exatamente na condição ENZ para o MoO_3 . É evidente a observação de ondas sobre o substrato de Au que se estendem vários microns fora do cristal na condição ENZ, um fenômeno ainda inédito e em fase de interpretação na pesquisa.

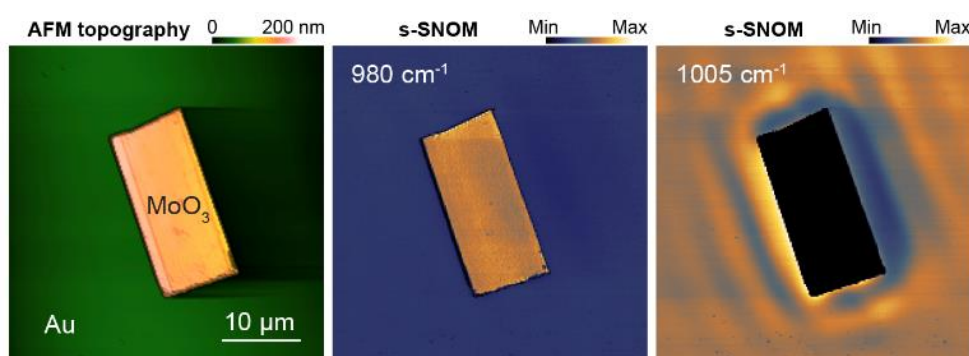


Figura 173 – Análise s-SNOM de cristais 2Ds de MoO_3 em frequências próximas do ENZ.

EMA: CONDIÇÕES EXTREMAS

A linha de luz EMA (do inglês *Extreme Methods of Analysis*) foi projetada para permitir explorar várias áreas da ciência, como magnetismo, supercondutividade, spintrônica, materiais baseados em carbono e geociências, explorando a capacidade de combinar várias técnicas de raio-X, como absorção de raio X e difração de raio X, com condições extremas de pressão (até 1 TPa), temperatura (tão baixas quanto 300 mK ou tão altas quanto 8000 K) e campo magnético (até 11 T). Embora ainda existam pendências nas montagens definitivas dos *setups* experimentais da cabana de microfoco, desde janeiro de 2022 a linha se encontra em processo de comissionamento científico executando experimentos com amostras reais em colaboração com a comunidade de usuários a fim de testar e aperfeiçoar as capacidades da linha de luz.

Comissionamento

Com a conclusão da montagem da cabana ótica da linha EMA no início de 2022 nós iniciamos o processo de validação da ótica da linha de luz a partir da medida do fluxo de fótons, tamanho do feixe e taxa de polarização circular. Os resultados estão sumarizados na Figura 174, onde podemos ver que embora o fluxo para ambos os cristais de Silício do DCM esteja de acordo com o calculado (Figura 174b), o tamanho de foco tanto na horizontal quanto na vertical esta cerca de 2 vezes maior ao esperado para a linha EMA. As causas das discrepâncias no tamanho do feixe estão no momento sendo investigadas. Por fim, a taxa de polarização circular gerada pela lâmina $\frac{1}{4}$ de onda foi determinada para a região ao redor de 7 keV, utilizando um diamante de 400 microm e encontramos uma polarização circular acima de 99%, como o esperado, atestando o correto funcionamento da lâmina $\frac{1}{4}$ de onda.

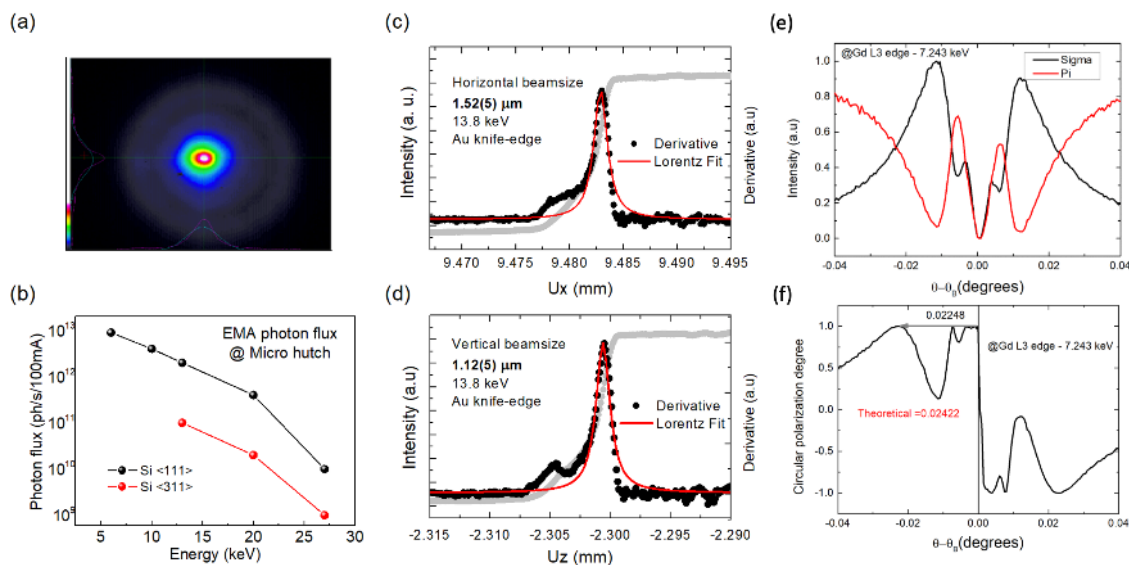


Figura 174 (a) imagem de raio-X do feixe de raios-X monocromático da EMA a 13 keV focada na configuração multiuso (b) Dependência energética do fluxo de fótons para os dois cristais Si <111> e <311> presentes no monocromador. Perfil horizontal (c) e vertical (d) do feixe de raios-X. (e) Medida das componentes de polarização com a lâmina $\frac{1}{4}$ de onda (f) Taxa de polarização circular @ 7.243 keV

Uma vez validada a infraestrutura básica para experimentos de difração de pó sob altas pressões, avançamos para explorar condições mais extremas de pressão e incluímos um segundo parâmetro termodinâmico, altas temperaturas. A combinação de altas pressões com altas temperaturas disponíveis na linha EMA pode levar a formação de novos materiais com propriedades mais exóticas dos que os materiais sintetizados em condições ambientais de temperatura e pressão. Após o comissionamento do novo *setup* de aquecimento a laser em conjunto com células de diamante para atingir altas pressões, fizemos uma tentativa de síntese de um super-hidreto de Cério supercondutor, onde uma mistura de NH_3BH_3 com Cério foi colocado em uma célula de pressão a 100 GPa e foi localmente aquecida até 2100 K. Esta foi a primeira vez que chegamos a pressões acima de 80 GPa no LNLS.

Para atingir pressões tão altas utilizamos um diamante de coleta de 100 micrón o que nos forneceu um espaço de amostra de cerca de 30 micrón de diâmetro. O carregamento da célula foi feito utilizando a infraestrutura do Laboratório de Condições Termodinâmicas Extremas (LCTE). Uma vez feita a síntese, fizemos um mapa (região de 20x20 micrón com passos de 3 micrón entre os pontos) com medidas de XRD em toda a região de amostra. Ao fazermos este mapa podemos avaliar as inhomogeneidade de pressão e temperatura inerentes deste processo de síntese e verificar as reais condições para o surgimento da fase desejada.

Após a primeira medida não identificamos a formação da fase desejada do super-hidreto, CeH_9 , então a pressão foi aumentada para 127 GPa, e um novo mapeamento foi realizado, também sem sucesso na obtenção da fase de CeH_9 . Na sequência, a amostra foi mantida em 127 GPa e novamente aquecida localmente por laser a 2100 K. Ao repetir os mapas de difração conseguimos identificar claramente o surgimento da fase de CeH_9 , que é a fase supercondutora dos hidretos de Cério, como pode ser visto na Figura 175.

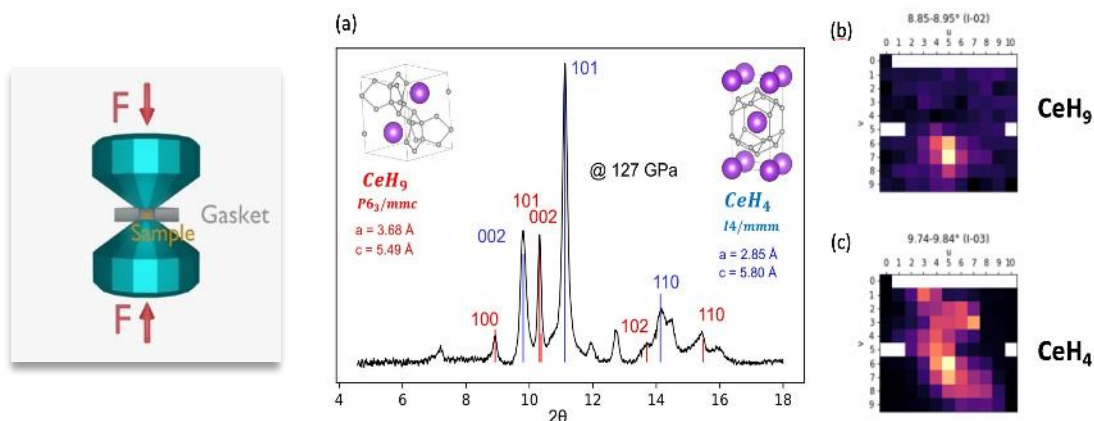


Figura 175 : a) Difratoograma de raios-X de uma mistura de Cério metálico e NH_3BH_3 submetida a 127 GPa e aquecida até 2100K. b) e c) mostram mapas de cores da região da amostra indicando onde temos a fase CeH_9 e CeH_4

Além da infraestrutura para experimentos sob altas pressões, a linha também possui um *setup* com um difratômetro de 6 círculos para experimentos que requerem grande range angular para movimentação de amostras e detectores. Para validação deste *setup* experimental fizemos um experimento utilizando a técnica de “Crystal Truncation Rod (CTR)”, técnica esta que exige que os círculos do difratômetro estejam bem alinhados e demanda um alto fluxo de fótons. A Figura 176 mostra um exemplo medido para um cristal natural de Talco, onde foi estudado a qualidade da superfície de cristal a partir da técnica de CTR.

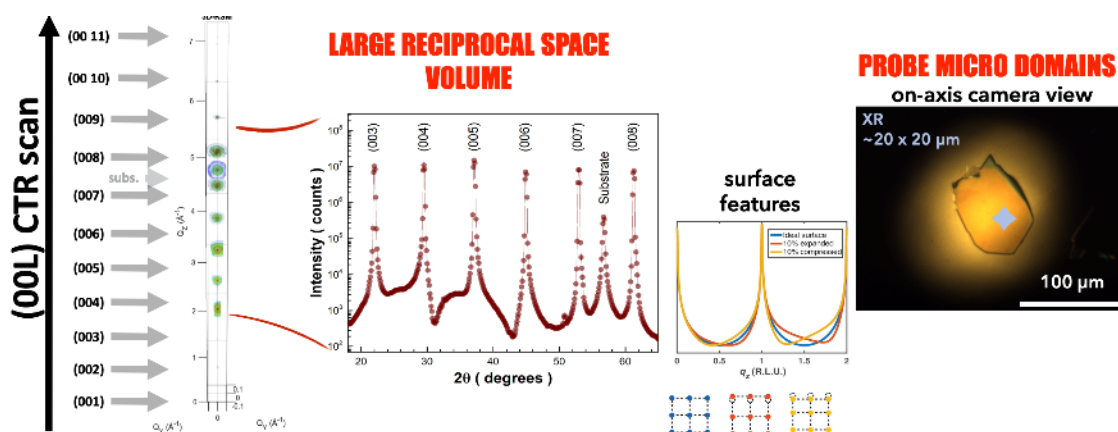


Figura 176 : Exemplo de medida de Crystal Truncation Rod realizados em um cristal natural de Talco.

Um importante passo no comissionamento da linha EMA foi a sincronização entre os movimentos do ondulator com o monocromador permitindo assim os primeiros experimentos de espectroscopia de absorção de raio X. Em particular, pudemos explorar as capacidades do monocromador de duplo cristal de alta dinâmica desenvolvido no LNLS para medidas rápidas de XANES e EXAFS. A Figura 177 mostra um exemplo de espectro de EXAFS medido com uma taxa de variação de energia de 200eV/s, onde podemos ver a excelente relação sinal ruído da medida

de EXAFS em uma medida feita em 8.2s, a qual utilizando um monocromador tradicional levaria em torno de 500s. Esta redução drástica no tempo de medida irá abrir uma série de oportunidades de novos experimentos para a comunidade de usuários.

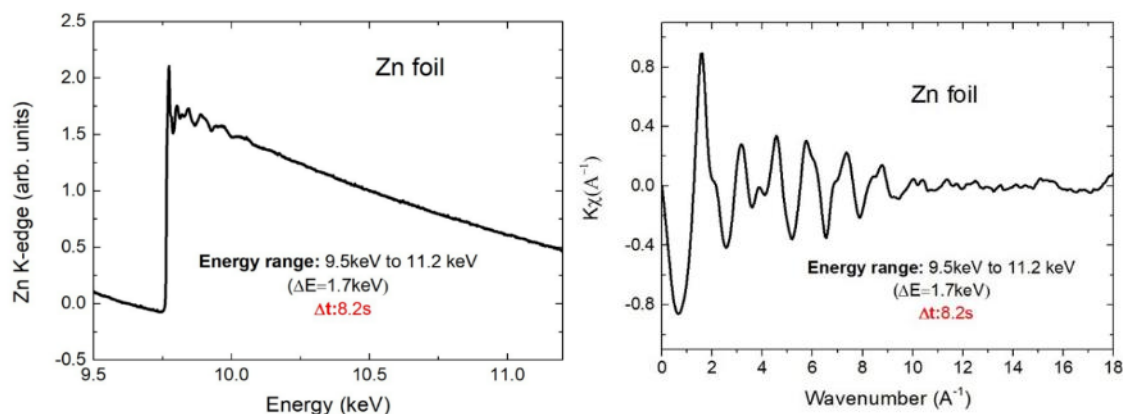


Figura 177 : (Esquerda) Espectro de XAS da borda K- do Zinco medido em modo varredura. (Direita) Oscilações de EXAFS para uma folha de Zinco.

Uma vez que o arranjo da lâmina $\frac{1}{4}$ de onda foi comissionado, realizamos as primeiras medidas de dicroísmo circular magnético da linha EMA, mostradas na Figura 178. Embora o comissionamento desta técnica ainda esteja em estágio inicial o sinal medido na linha EMA já é ao menos 3 vezes menos ruidoso dos que eram medidos na linha XDS do UVX.

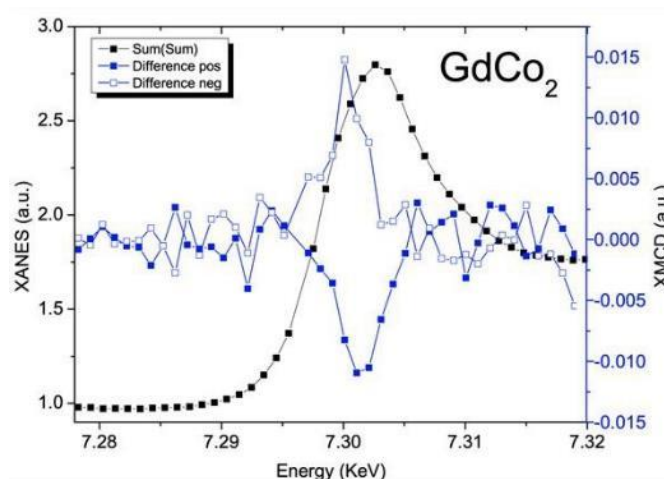


Figura 178 : Em preto o espectro de XANES da borda L_3 do Gadolínio. Em azul os espectros de XMCD para campo positivo e negativo

Ao longo do segundo semestre, ainda em julho foi instalado na linha EMA o sistema de Trigger (TATU) que permitiu que nos experimentos que envolvem varreduras de energia, os movimentos de ondulator e monocromador e as leituras dos fotodiodos (Câmaras de ionização) pudessem ser sincronizados. Outro avanço se deu na montagem das mesas óticas do setup

multipropósito que permitiram que as amostras estudadas neste setup recebessem colinearmente o feixe de raio X e feixes de laser de diferentes comprimentos de onda (405nm, 532nm e 1064nm). Em outubro de 2022 se concluiu a primeira parte da montagem do sistema de aquecimento a laser da linha EMA. No primeiro experimento de teste, em uma amostra de Platina submetida a 10 GPa, se atingiu a temperatura de 6500 K.

Os avanços nos experimentos também marcaram o período, com a realização das primeiras medidas de difração utilizando o detector Pimega 540D, onde já se pode verificar o ganho significativo (cerca de 60 vezes) na relação sinal/ruídos dos dados. Também foram realizadas as primeiras medidas de XAS reproduzíveis em modo flyscan, onde em amostras padrão de Zn, foi possível medir espectros de XAS a uma velocidade 1keV/s em 10 keV.

Dois experimentos de difração também foram comissionados: os primeiros experimentos de difração de raio X sob altas pressões em combinação com medidas de fotoluminescência usando o laser de 405nm e em combinação com medidas de espectroscopia Raman usando o laser de 532nm.

Por fim, a maior marca da instrumentação da linha foi atingida, em colaboração com o LCTE, utilizando um par de diamantes toroidais foram realizados experimentos de Raman e difração de raio X e se atingiu uma pressão de 300 GPa. Esta pressão, pelo nosso conhecimento, é a maior pressão já atingida no hemisfério sul e é apenas cerca de 50GPa menor que a pressão do centro da Terra.

As ações em curso seguem ao redor da montagem e instalação do *setup 2* (ímã supercondutor da linha EMA). Com a chegada do ímã supercondutor de 11T agendada para janeiro de 2023 espera-se concluir a montagem do *setup 2*. As peças da base deste ímã já estão no CNPEM e serão montadas na linha na primeira semana de janeiro. Também há ações em curso na montagem da ótica visível do *setup* multipropósito para experimentos de raio X em baixa temperatura, para que possam ser combinados com medidas de Raman, fotoluminescência e aquecimento a laser, e na instalação definitiva do sistema de visualização de amostra nos setups 3 e 4 (Huber). A instalação permanente de um *setup* ótico, colinear ao feixe de raio X, permitirá a visualização de amostra com resolução de 3 micrometros.

CATERETÊ: CDI e XPCS

A linha de luz CATERETÊ foi projetada para fornecer capacidades únicas em imagens biológicas e materiais, dinâmicas e experimentos resolvidos pelo tempo, com foco na aplicação de técnicas coerentes de dispersão de raios-X e difração. A combinação de poderosas fontes de raios-X coerentes e métodos imageamento por difração coerente (CDI), juntamente com a mais recente tecnologia, detectores de raios-X e algoritmos computacionais, abrem novas fronteiras de pesquisa em ciências biológicas e materiais de maneira a obter resoluções em escalas de poucas dezenas de nanômetros, em 3D.

A espectroscopia de correlação de fótons de raios X (XPCS) é uma técnica beneficiada pelo alto fluxo de raio-X coerente produzido pelos onduladores e que combinada com sistemas de

detecção rápidos permitirá sondar dinâmicas e processos de relaxação rápidos, sendo possível acompanhar as modificações em sistemas catalíticos bem como sistemas proteicos.

Os principais destaques para o primeiro semestre de 2022 foram:

CDI em configuração de pticografia (2D)

Para os experimentos de pticografia, uma das possíveis configurações de CDI, a iluminação direta da primeira fonte, o ondulator (energia máxima $\sim 3,78$ keV, largura de banda $\Delta\lambda/\lambda = 2,06\%$) foi usada para fazer imagens uma amostra padrão, a estrela Siemens. Figura 179 exibe a reconstrução pticográfica da imagem de fase da amostra padrão com um pixel de reconstruído de 27 nm. Uma abertura de 5 μm foi inserida anteriormente a amostra padrão permitindo iluminação estável e bem definida de raios-X. A amostra foi escaneada com passos de 1,25 μm e exposições de 150 ms. A distância da amostra- detector foi fixada em 14 metros.

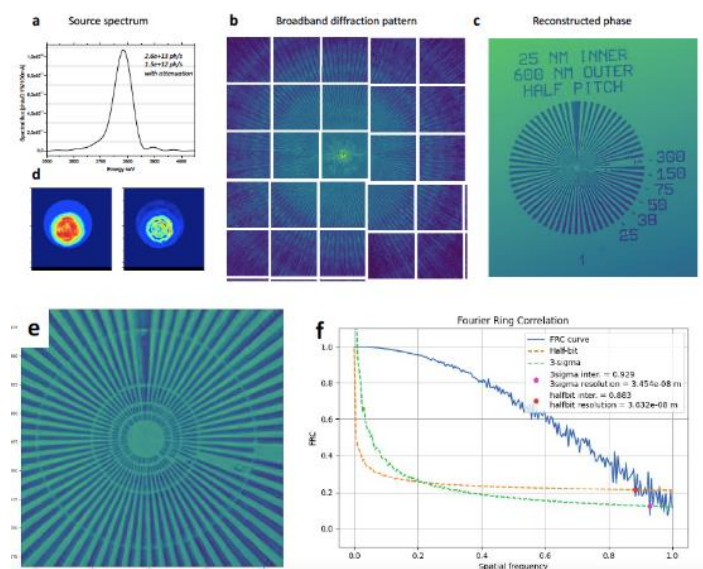


Figura 179 . Resultados obtidos a partir de pticografia 2D. (a) O espectro de banda larga de raios-X, centrado em 3,8 keV com largura de banda de $\Delta\lambda/\lambda = 2\%$ para o ondulator APU instalado na linha de feixe CATERETÊ. (b) A porção central de um padrão de difração foi registrada com o detector de área PIMEGA540D após processos de restauração e binning. Os pixels inválidos e de alta intensidade restantes após este processo são rejeitados através de uma máscara. (c) Reconstrução da fase pticográfica da estrela Siemens. O ruído aparente nas fronteiras deve-se a regiões de baixa sobreposição entre as posições da sonda. (d) Sonda reconstruída propagada na posição da abertura de 5 μm . A máscara azul escuro corresponde à região de suporte da sonda usada para reconstrução. (e) Zoom na porção central de (c), onde se pode distinguir as características centrais de 25 nm. (f) A análise de correlação do anel de Fourier (FRC) para a reconstrução da pticografia mostra uma resolução de 35 nm.

CDI em configuração de pticografia-tomografia (3D)

A segmentação 3D e a renderização de uma amostra comercial de polietosterfona (PES) são apresentadas na Figura 180. Essas estruturas poliméricas hierárquicas são os blocos utilizados

em aplicações de separação que variam de purificação de biomoléculas a recuperação de catalisadores na indústria química. As mesmas condições experimentais foram utilizadas como descrito acima, enquanto as projeções foram coletadas entre -75° e 75° . Foram utilizadas 200 projeções para as reconstruções 3D, levando a um tempo total de aquisição de cerca de 5 horas. As membranas foram preparadas por microdissecção a laser em cubos de cerca de $20 \times 20 \times 20 \mu\text{m}^3$ e depositadas em membranas finas de nitreto de silício.

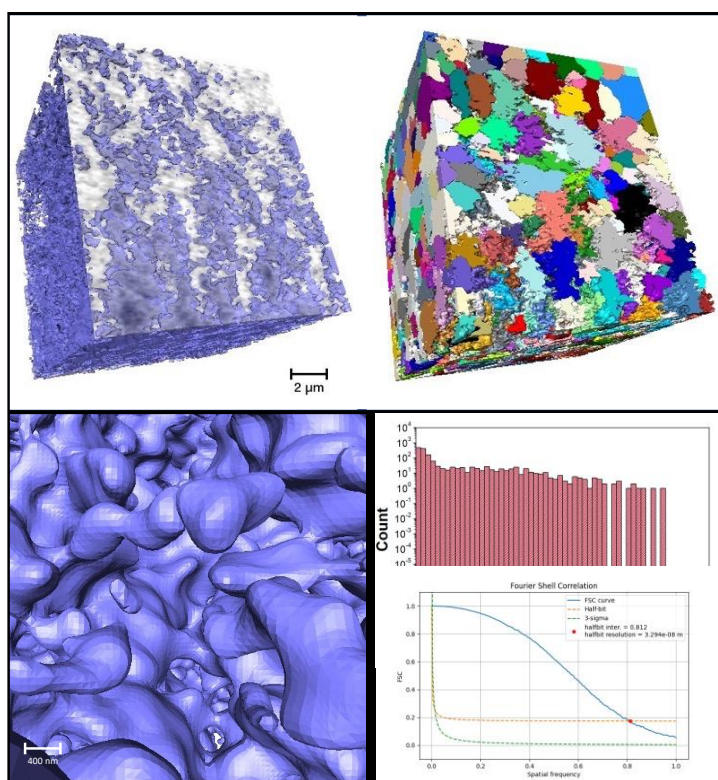


Figura 180. Renderização 3D da amostra de PES reconstruída por pticografia 3D: mostrando em azul a matriz polimérica e em branco, os poros (superior, a esquerda); representação de diferentes redes porosas (superior, a direita). Zoom na matriz polimérica (inferior, a esquerda) e FSC e análise quantitativa da espessura dos poros (inferior a direita).

Espectroscopia de correlação de fótons de raios-X

Usando o alto fluxo coerente e altas taxas de quadros do detector PIMEGA, os experimentos XPCS foram realizados a 1kHz usando partículas de ouro coloidal diluídas (raio $\sim 200 \text{ nm}$) dispersas em uma mistura de glicerol/água. As propriedades dinâmicas foram investigadas usando a função de autocorrelação entre padrões de manchas separados por uma vez : $g_2(\mathbf{q}, \tau) t$

$$g_2(\mathbf{q}, \tau) = \frac{\langle I(\mathbf{q}, t)I(\mathbf{q}, t + \tau) \rangle_t}{\langle I(\mathbf{q}, t) \rangle_t^2}$$

$I(q,t)$ é a intensidade dispersa medida no vetor q e tempo t , que $\langle \rangle$ denota a média de tempo. Os detalhes e resultados deste experimento são mostrados na Figura 181.

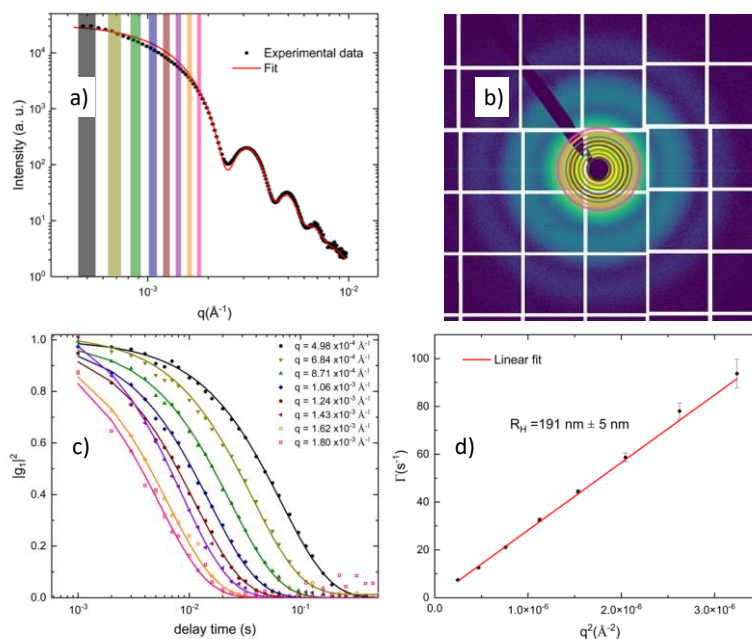


Figura 181. Resultados de experimento de XPCS de partículas de ouro coloidal. (a) Mostra os dados médios de dispersão de raios-X de baixo ângulo de partículas de ouro coloidal diluídas dispersas em uma mistura de glicerol e água. Regiões sombreadas por cor indicam as q -bins para as quais foram calculadas funções de correção automática. (b) Mostra a intensidade média de dispersão para cada pixel de PIMEGA540D, colocado a 28 metros da amostra. Os experimentos foram realizados a 10 keV (1% de largura de banda). (c) Exibe as funções de autocorrelação de nanopartículas de ouro de 200 nm dispersas na mistura glicerol/água. (d) Mostra a dependência da taxa de decomposição, ilustrando o comportamento difuso da dispersão coloidal.

Adicionalmente aos avanços anteriores, obtidos até no primeiro semestre, também foram alcançados novos marcos no segundo. Foram realizadas as primeiras medidas de nanotomografia *in situ*. O desenvolvimento da célula para medidas *in situ* já teve sua primeira versão para as medidas iniciais e segue em fase de aprimoramento para agregar capacidades de aquecimento da amostra. Em uma próxima etapa, a micro-cromatografia gasosa também será agregada a célula para imageamento em condições *in operando*.

Também foram realizadas as primeiras medidas e reconstruções 2D de pwCDI com uma amostra padrão (logotipo Cateretê) de 25 μm de largura, a maior amostra já medida e reconstruída utilizando esta configuração da técnica de CXDI (Figura 182). Este é um desenvolvimento em andamento, uma vez que as fontes de instabilidades e espalhamento parasita do feixe de raio-X precisam ser investigados. Com a operação de pwCDI em 2D de maneira robusta, será dada sequência na implementação da modalidade 3D (nano-tomografia).

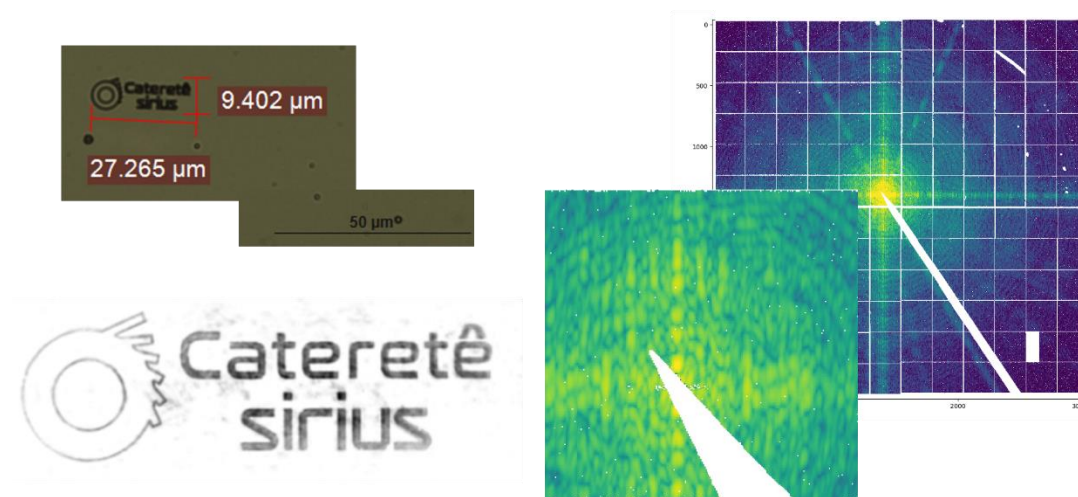


Figura 182: Logotipo da linha cateretê obtido a partir da técnica de pwCDI que permite imagens rápidas com resolução nanométrica. Esq.: Imagem ótica junto com a reconstrução do logo por pwCDI. Dir.: padrão de difração medido, com alta definição em torno do beamstop triangular (inset)

Além disso, foi realizado o primeiro experimento de imageamento com opticografia 3D de uma célula de mamífero, proveniente de cultura de células, medida em condições criogênicas. A amostra passou por um processo prévio de fixação química, mas ainda assim fluxo de nitrogênio gasoso durante a coleta de dados foi fundamental para mitigar o dano pela radiação, dada a longa exposição. Na próxima etapa, serão feitas preparações de amostras em condições criogênicas de maneira a eliminar os artefatos introduzidos pela preparação química. Para tanto, utilizaremos o sistema de congelamento rápido (*plunge-freezer*) e sua transferência para o ambiente criogênico de maneira a obter informações sobre amostras biológicas no seu estado o mais natural possível.

Como avanço em projeto, foi iniciado um projeto para o desenvolvimento de uma célula de aquecimento para realização de estudos *in situ* de líquidos e géis por XPCS e USAXS. A atividade está na etapa de projeto e permitirá a realização de experimentos em uma ampla faixa de temperatura com controle preciso.

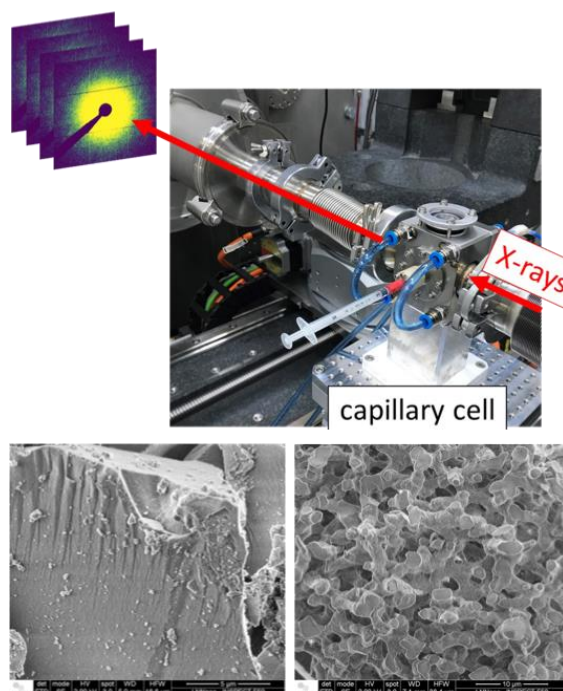


Figura 183: Acima: Célula capilar com temperatura controlada *in situ* para realizar estudos SAXS/XPCS resolvidos no tempo *in situ*. Abaixo: imagens SEM de géis de sílica níquel produzidos pelo método sol-gel sem e com adição de polímero.

CARNAÚBA: ESPECTRO-NANOSCOPIA DE RAIOS X

A linha de nanosonda de raios X coerente (CARNAÚBA) proporciona técnicas simultâneas de imagem de raios X multi-analíticas e coerentes, com capacidades espectroscópicas na faixa de energia de 2,05 a 15 keV. Durante o período de comissionamento, esta faixa está limitada a 6,4 – 13,7 keV. Dentre as técnicas oferecidas, estão difração de raios X (XRD), espectroscopia de absorção de raios X (XAS), fluorescência de raios X (XRF), luminescência óptica excitada por raios X (XEOL) e técnicas de imagem por difração coerente (pticografia e Bragg-CDI). A amostra é escaneada através da nanosonda para fornecer mapas bidimensionais, que combina com uma rotação para tomografia computadorizada. Possui duas estações experimentais em desenvolvimento: uma nanosonda totalmente em vácuo e criogênica (SAPOTI, em fase de projeto) e uma nanosonda multi-ambiental em ar (TARUMÃ, em fase de comissionamento científico). A TARUMÃ possui uma distância de trabalho considerável para acomodar ambientes de amostras mais flexíveis e facilitar o alinhamento e instalação de instrumentos auxiliares. Como nanosonda ambiental, utiliza soluções inovadoras de instrumentação para ambientes *in situ*, *operando*, criogênicos e *in vivo* para cobrir muitas áreas científicas, desde pesquisas agroambientais, geofísicas e biológicas até energia e matéria condensada.

A infraestrutura da linha conta também com uma sala de preparação de amostras para usuários dedicada à montagem das amostras nos suportes especiais da linha de luz. É dividida em duas áreas (úmida e seca) para manipulação de poucas amostras, tanto em temperatura criogênica quanto em temperatura ambiente, antes de carregá-las nas estações finais da linha de luz. Foi equipado com ultrapurificador de água, linhas de gases (ar comprimido e N₂), balança, microscópio óptico, estufa de secagem (até 250°C), micromanipulador e infraestrutura

para poucas manipulações químicas e criogênicas. Está localizado ao lado da linha de luz CARNAÚBA em uma área de aproximadamente 24 m².

No primeiro semestre, a equipe de linha de luz se concentrou na implantação da técnica de fluorescência e a varredura de energia para especiação espectroscópica para entregar os primeiros resultados de comissionamento. Muitos resultados científicos derivaram da colaboração com grupos externos, dentro do comissionamento científico.

Vibração e estabilidade térmica estão sob controle e não introduzem instabilidades na nanosonda. Os principais destaques do semestre foram:

- Instalação e operação bem-sucedidas dos sistemas espelho criogenicamente resfriados e diagnóstico de raios-X para o ondulador.
- Comissionamento de uma fonte secundária inovadora (SSA), trabalhando sob o feixe *pink* focalizado. A SSA é usada como abertura secundária, como monitor de posição de raio-X e dá o feedback ao primeiro espelho para corrigir o feixe na horizontal.
- Instalação e operação bem-sucedida do monocromador de cristal de deflexão horizontal de quatro saltos (4CM).
- A configuração dos espelhos KB para a estação TARUMÃ atingiu resolução espacial submicrométrico e estabilizou dentro de 5 nm e 10 nrad.
- Instalação e comissionamento da estação TARUMÃ para multianálise e capacidades multiambientais.
- O comissionamento científico teve início e os primeiros usuários começaram a realizar experimentos usando a estação.

No segundo semestre de 2022 foram executados experimentos de comissionamento científico usando os arranjos experimentais de ambientes de amostras *in situ* na estação Tarumã.

- Em julho 2022 foram feitos os primeiros testes de comissionamento técnico do espectrômetro XRF com o cristal analisador na estação Tarumã. Espectros de XRF de alta resolução para materiais puros foram medidos.
- Em agosto 2022 foram realizados experimentos de comissionamento científico do cristal analisador.
- Em agosto e outubro de 2022 o arranjo da “rhizomicrocosmo” para estudos *in vivo* em interface raiz-solo foi utilizado em experimentos de comissionamento na estação Tarumã.
- Intervenção no monocromador 4CM para atingir mais baixas energias.
- Iniciou-se a fabricação e montagem do arranjo experimental para medidas *in situ* com aquecimento da amostra até 200 °C, iluminação com LEDs e diversos tipos de atmosferas presentes (N₂, Ar sintético e misturas com diferentes condições de umidade - Figura 186 e Figura 187)

- Determinação dos limites de detecção para elementos terras raras usando o cristal analisador.
- Ajustes dos parâmetros dos detectores de fluorescência de raios-X da estação Tarumã.

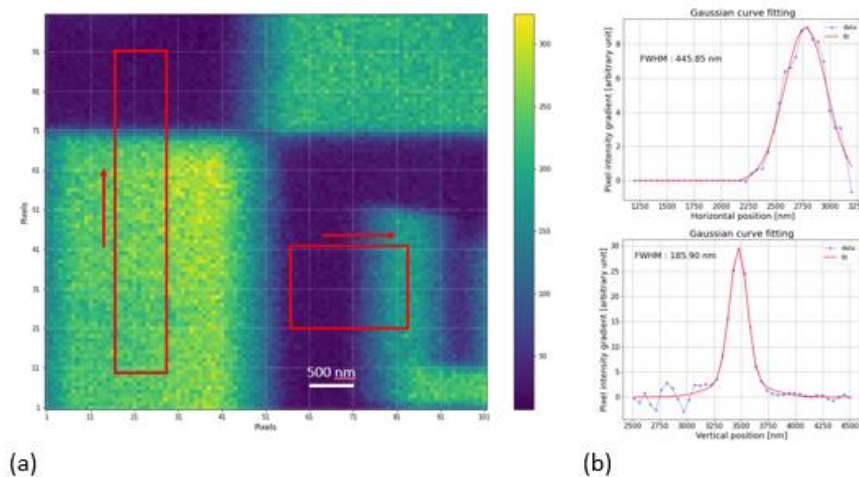


Figura 184 (a) Fly-scan de um padrão padrão em uma região de interesse de $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$ com um passo de 50 nm, medida pela fluorescência do Au. Tal varredura composta por 10.100 pontos leva cerca de 3 min. (b) análise de knife edge dá um tamanho de foco de 450 nm no plano horizontal e 190 nm no plano vertical.

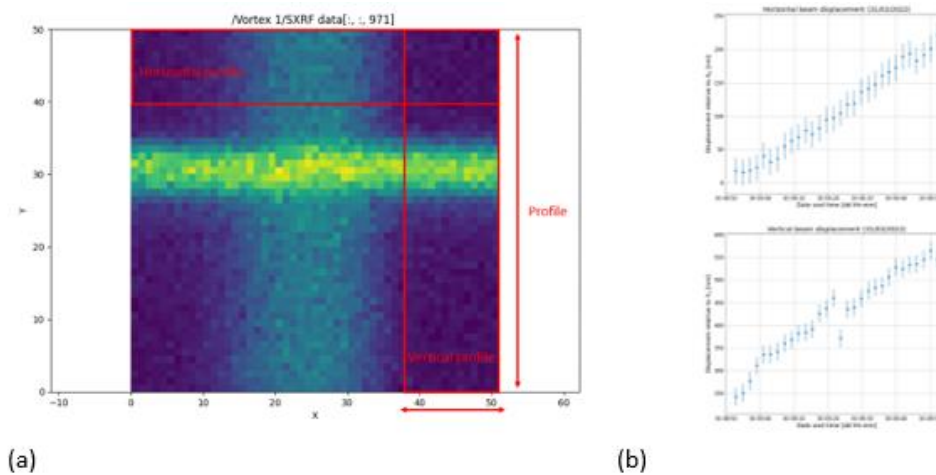


Figura 185 (a) Fly-scan de um padrão em uma região de interesse de $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$ com um passo de 40 nm, medida pela fluorescência do Au. Tal varredura composta por 2.550 pontos leva cerca de 2 min. (b) a análise do centróide mostra estabilidade no plano horizontal e vertical por uma hora, cerca de 200 nm/hora.

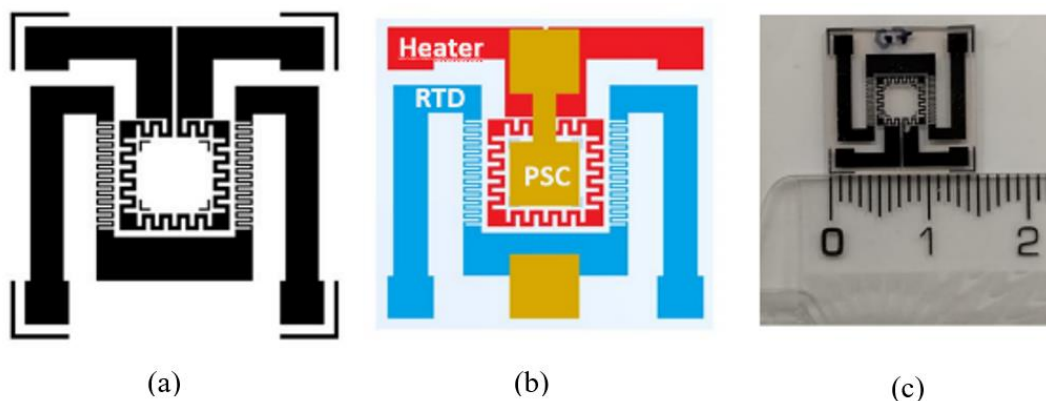


Figura 186: (a) Projeto do chip de aquecimento com RTD. (b) Representação esquemática do chip de aquecimento com eletrodos de ouro de células solares de perovskita. (c) Fotografia de um chip de aquecimento.

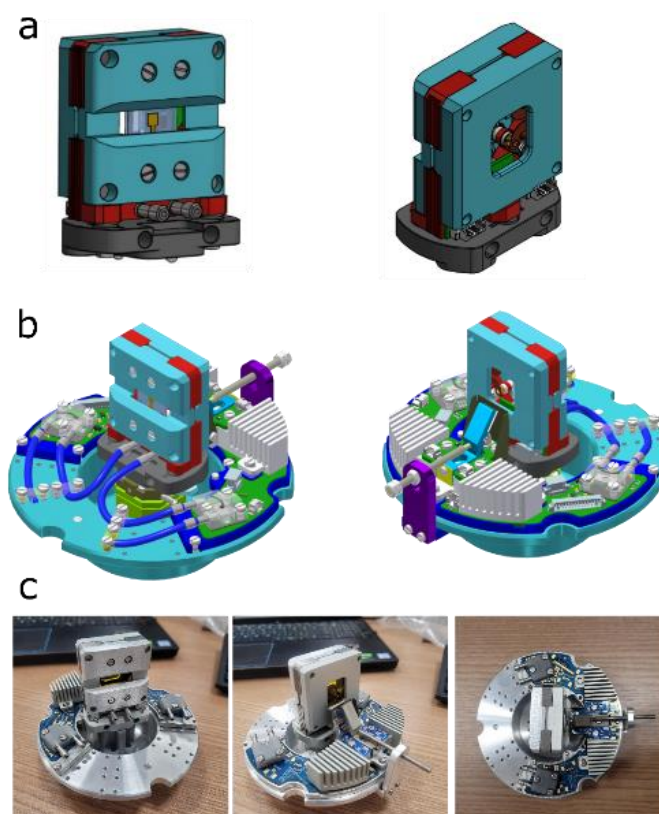


Figura 187. Linha Desenho do suporte para chip de aquecimento para a configuração operando. (a) Vista do porta-amostras e (b) vista do setup completo com conexões elétricas, LED e instalação de gás. (c) Fotografia das peças de montagem prontas.

MANACÁ: CRISTALOGRAFIA MACROMOLECULAR

A MANACÁ é uma linha de luz de cristalografia de macromoléculas otimizada para alto fluxo com feixe micrométrico e de baixa divergência de feixe (0,36 mrad). O foco atual é otimizado para $\sim 20 \times 20 \text{ um}^2$ (HxV) na posição da amostra, mas o tamanho do feixe pode ser ajustado de $100 \times 80 \text{ um}^2$ a $15 \times 20 \text{ um}^2$, permitindo ajustar o feixe ao tamanho do cristal. O fluxo

de fótons na amostra é $\sim 5 \times 10^{11}$ ph/s/100mA a 12,7 keV (projetado para 3×10^{12} ph/s/100mA a 12,7 keV) e faixa de energia de 5 a 20 keV. Temos uma cabeça de goniômetro mini-kappa que permite o alinhamento ideal de cristais com eixos de células longas ou pequenas moléculas, e também porta-amostras para coleta de dados em temperatura ambiente. Atualmente a linha de luz possui um detector Pilatus 2M (Dectris) e rotinas automáticas troca de amostra e processamento de dados. A estação experimental pode ser utilizada tanto presencialmente quanto remotamente. Os usuários da MANACÁ contam com suporte na coleta de dados e em todas as etapas do experimento de difração, desde a preparação da amostra (montagem em *loop* e congelamento) até o processamento dos dados.

A linha é baseada em um ondulator de Fase Ajustável de 22 mm, um Monocromador de Cristal Duplo e um sistema de foco de dois espelhos: um espelho de foco vertical 2:1 (M1) e um espelho de foco horizontal 16:1 (Figura 188). A estratégia de operação inclui (a) a produção e o teste de um conjunto de dispositivos baseados em microfluídica, (b) pipelines de processamento de dados com um ambiente amigável e eficiente, e (c) desenvolvimento adicional de protocolos e ferramentas para tornar as rotinas da linha MANACÁ amigáveis aos usuários.

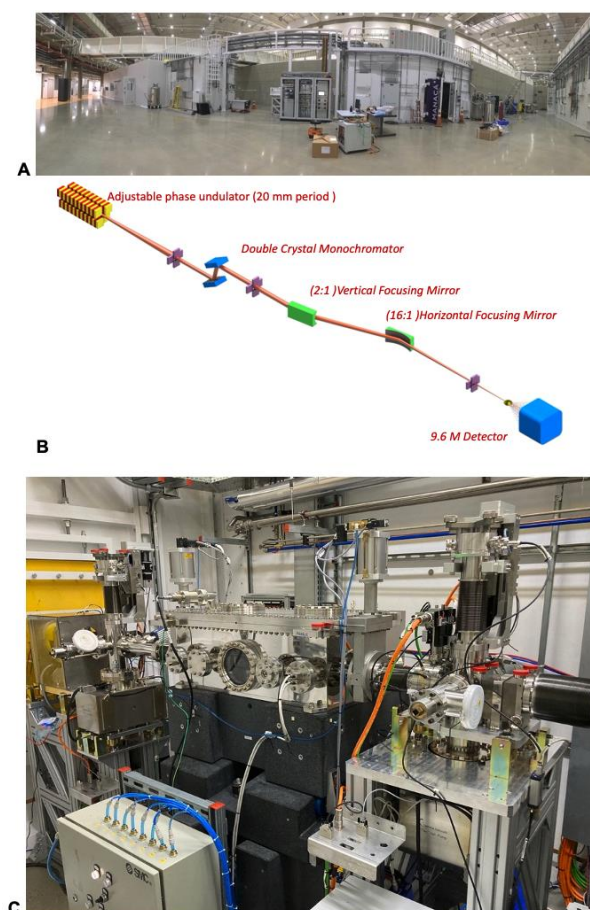


Figura 188. Linha de luz MANACÁ do SIRIUS. (A) Localização da estação MANACÁ no SIRIUS. (B) Esquema da óptica da linha MANACÁ. (C) Visualização do espelho M2 e interface de bombeamento.

Após as modificações conduzidas pela equipe, o braço robótico agora transfere a amostra para o goniômetro fixo da amostra, e o fluxo de nitrogênio reinicia para coleta de dados (Figura 189). O robô também pode entregar suportes de amostra de alvo fixo. O usuário pode acessar uma visão ao vivo de uma câmera focada na amostra e nas imagens do microscópio de amostra através da interface disponível aos usuários.



Figura 189. Braço robótico com garra na posição de secagem.

A equipe da linha vem desenvolvendo e testando sistemas fixos de entrega de amostras de cristais de proteínas e mistura com ligantes. As amostras variam de cristais de proteína micro-para-nano, em condições criogênicas e de temperatura ambiente. Sistemas de entrega de amostras em fluxo, já estão em testes na linha. Esta abordagem favorece abordagens em larga escala de ligantes e a análise da plasticidade indutora de ligantes em estudos estruturais (triagem de proteínas-ligantes), mapeamento de intermediários enzimáticos e mudanças estruturais induzidas por fatores químicos (ou seja, ligantes, cofatores etc.) e fatores físicos (ou seja, luz, pressão etc.) em condições criogênicas e de temperatura ambiente.

Um sistema de humidificação para o preparo de amostras *in situ*, para cristalografia serial e em temperatura ambiente, está em fase final de montagem, e estará à disposição aos usuários no segundo semestre (Figura 190 – painéis a-d). Uma estufa para secagem de *pucks* também está em fase de comissionamento, conforme sugestão dos usuários da linha MANACÁ. Os primeiros experimentos com coleta de dados à temperatura ambiente, utilizando múltiplos cristais foram realizados com sucesso (Figura 190 - painéis e-g).

Ao longo do segundo semestre, a linha recebeu uma atualização no controle do trocador de amostra: alguns erros na montagem da amostra agora são resolvidos de forma automática sem necessidade de intervenção do usuário ou equipe da linha.

Algumas melhorias em sistemas de dados foram implementadas. Em outubro uma versão básica do *grid-scan* foi implementada na interface de controle do usuário MXCuBE houve a inclusão do banco de dados do AlphaFold na interface de substituição molecular, aumentando o potencial de resolver estruturas com essa técnica. Essas melhorias permitiram que no último semestre 13 novas estruturas foram liberadas no Protein Data Bank e 2 artigos publicados. Totalizando 28 estruturas no Protein Data Bank e 5 artigos publicados.

Sobre a montagem e instalação, os principais marcos foram os seguintes:

- O projeto e prototipagem de um *cryo-shutter* foi desenvolvido ao longo de 2022 e será instalado e testado em breve. O *cryo-shutter* permitirá os usuários realizarem o *anealing* dos cristais a partir da interface de controle.
- A cabeça goniométrica *mini-kappa* está em manutenção, após a intervenção, a instalação e comissionamento serão feitos no próximo semestre.

A respeito do comissionamento, os avanços foram os seguintes:

- Caracterização de instabilidades observadas no goniômetro da MANACÁ. Algumas instabilidades estão sendo analisadas e corrigidas ao longo do semestre. Esse diagnóstico permitirá a correção e/ou possíveis trocas dos estágios do goniômetro.
- Ações de melhorias do *sample changer* estão em andamento, visando principalmente o aumento da velocidade e redução de falhas de montagem. Esperamos reduzir o tempo de montagem da amostra em pelo menos 10 s no próximo semestre.
- Um procedimento de centralização automática está em fase inicial de desenvolvimento e deverá ser testado no próximo semestre.

De forma geral não houve grandes dificuldades técnicas neste último semestre. O estágio de rotação da amostra (um dos eixos do goniômetro) que foi enviado à Alemanha no início de 2022 para limpeza voltou a funcionar normalmente e não apresentou problemas. O goniômetro tem apresentado desalinhamentos constantes que afetam a operação do usuário, sendo necessária a intervenção da equipe da linha para a continuação do experimento. Além disso, esses desalinhamentos e instabilidades dificultam/impedem a análise de cristais pequenos (menores que 30 μm), o que acaba limitando muitos experimentos. Outra queixa constante dos usuários tem sido o detector, a MANACÁ precisa de um detector mais rápido e com um grande range dinâmico para ser compatível com o feixe de alta intensidade do Sirius. A troca/atualização desses dois componentes, goniômetro e detector, trariam grandes benefícios a comunidade de cristalografia de proteínas e tornariam a MANACÁ mais competitiva no cenário internacional.

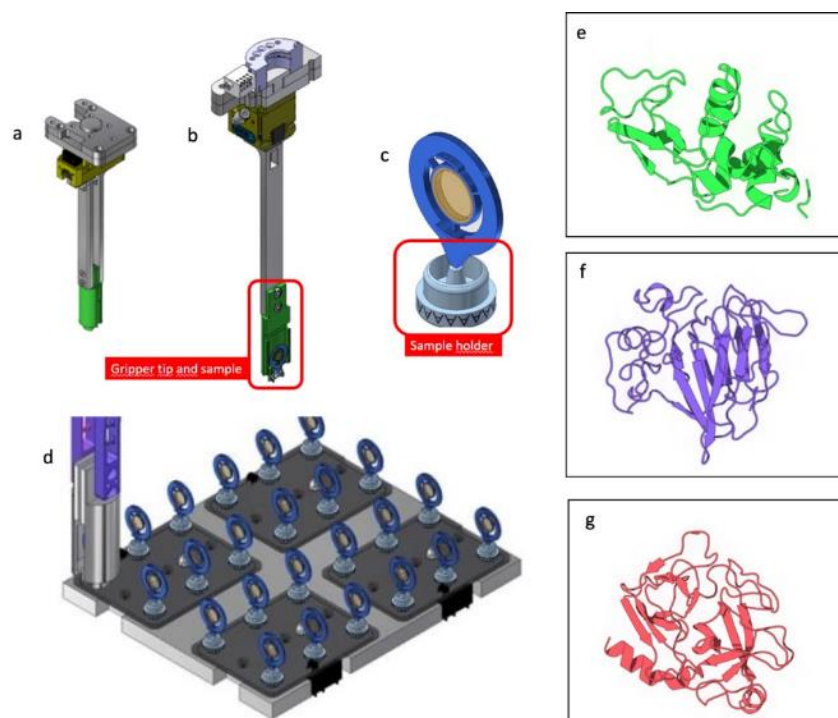


Figura 190. Recursos para cristalografia serial em temperatura ambiente e primeiros resultados experimentais. Para os experimentos de alvo fixo, além do porta amostras, estamos projetando uma nova garra para que o braço robótico possa atuar com estes modelos. (a) e (b) projeto de garra para o braço robótico; (c) porta amostras para experimentos em temperatura ambiente; (d) modo de atuação da garra e disposição dos porta amostras e estruturas de proteínas (e) lisozima, (f) taumatina e (g) tripsina determinadas em temperatura ambiente a partir de múltiplos cristais.

Laboratórios De Apoio

LCRIO: LABORATÓRIO DE PREPARAÇÕES CRIOGÊNICAS

O laboratório de preparações criogênicas (LCRIO) tem como objetivo o suporte ao preparo de amostras de materiais moles, principalmente, a baixas temperaturas, de maneira a preservar sua estrutura e composição nativa durante os experimentos de usuários internos e externos, nas linhas de luz do Sirius. O dano por radiação é um fenômeno intrínseco decorrente da interação entre matéria mole e os raios-X, sendo a preservação da amostra em baixas temperaturas (abaixo de -40°C) obrigatória para coletar dados confiáveis e de alta resolução. Além disso, o LCRIO dispõe de ferramentas para preparar amostras em escalas micrométricas, para experimentos de nano-tomografia e nano-espectroscopia, as quais não estão disponíveis em laboratórios convencionais de biologia e química. O LCRIO está localizado ao lado da linha de luz Cateretê por ser fundamental para os experimentos de imagens por difração de raio X coerente (CDI). No entanto, os equipamentos disponíveis neste laboratório também beneficiam outras comunidades experimentais, como usuários da Carnaúba, Mogno e Sapucaia, linhas de luz com aplicações em ciências da vida e da matéria mole.

O LCRIO foi aberto para usuários em abril/2022 quando a infraestrutura e mobiliário do laboratório foram entregues pelos grupos de engenharia e infraestrutura do LNLS após comissionamento. A infraestrutura e mobiliário entregues estão mostrados nas

Figura 191. Infraestrutura do laboratório de preparações criogênicas (LCRIO) entregue em abril/2022



Figura 191. Infraestrutura do laboratório de preparações criogênicas (LCRIO) entregue em abril/2022

Esta infraestrutura está equipada com equipamentos que conferem aos usuários a capacidade de seccionar, extrair e vitrificar amostras em escala micrométrica tanto em temperatura ambiente quanto a temperaturas abaixo de zero e à temperatura do nitrogênio líquido. Os equipamentos disponíveis no LCRIO são apresentados na Tabela 5.

Tabela 5. Lista de equipamentos disponíveis e já comissionados no LCRIO

Equipamento	Características
Criostato	<ul style="list-style-type: none"> • Operação a baixas temperaturas (-30°C) • Seccionamento submicrométrico
Micrótomo	<ul style="list-style-type: none"> • Operação a temperatura ambiente • Seccionamento submicrométrico
Microscópio de microdissecção a laser	<ul style="list-style-type: none"> • Operação a temperatura ambiente • Cortes submicrométrico, imageamento óptico de luz transmitida e fluorescência
Congelamento rápido com etano líquido	<ul style="list-style-type: none"> • Operação em temperatura criogênica (-196°C) • Vitrificação e preservação de estruturas nativas de amostras

Na entrega do LCRIO, em abril, a infraestrutura do sistema de exaustão de ar ainda não estava finalizada e ficou em pendência, até julho. Durante estes 3 meses iniciais, o laboratório operou com capacidades limitadas devido ao bloqueio da capela e sistema de exaustão nos armários de reagentes e, conseqüentemente, sem o manuseio de reagentes químicos. Isso impossibilitou algumas preparações.

Em julho, o sistema de exaustão foi entregue e os reagentes químicos serão realocados para este local. Desta maneira o laboratório poderá operar em sua plenitude e de acordo com as normas de segurança química e biológica. O laboratório segue o segundo semestre operando com usuários.

Desenvolvimentos

O LCRIO consegue atender a preparos de diferentes amostras e para diferentes finalidades de experimentos. Portanto os protocolos de preparo são específicos e variam de acordo com forma, tamanho, natureza e temperatura da amostra. Portanto, os equipamentos do LCRIO que fazem parte do fluxo de trabalho garantem uma versatilidade de preparações.

Além da elaboração dos fluxos de preparo, o LCRIO tem como objetivo o desenvolvimento interno e montagem de equipamento de “micro-torno” para preparo de amostras cilíndricas de tamanho micrométrico à temperatura ambiente e criogênica, capaz de gerar amostras de ≥ 20 μm de diâmetro a partir de blocos de amostra milimétricos que são destinados a experimentos de nano-imagem e nano-espectroscopia. Portanto é um sistema versátil em termos de condições e técnicas experimentais em que pode ser aplicada. O projeto, ainda em fase de design é mostrado na Figura 192 é o próximo desenvolvimento técnico e envolve o grupo de apoio de engenharia do LNLS.

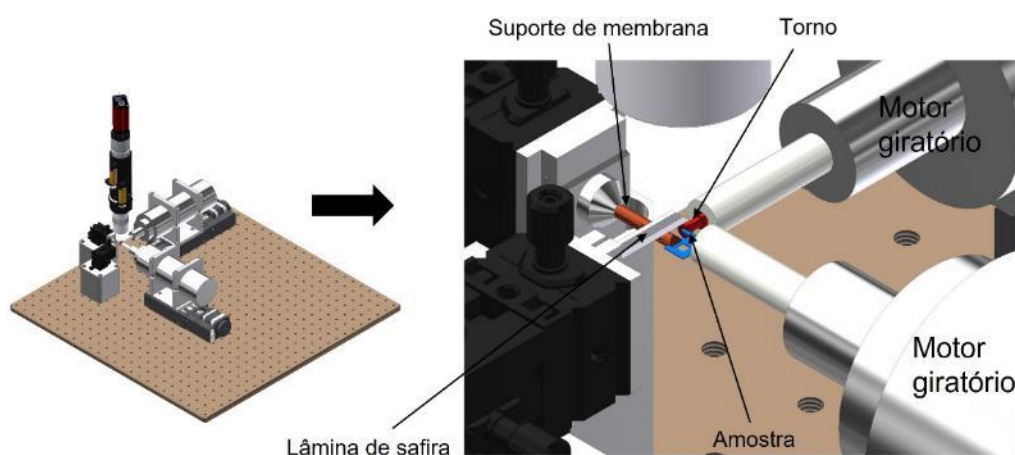


Figura 192. Sistema de micro-torno para preparo de cilindros de amostra. Design inicial a ser desenvolvido e montado internamente no LNLS.

Comissionamento

Abaixo, Figura 193, é exemplificado um fluxo de preparo de tecido biológico que segue em desenvolvimento. As fatias finas podem ser geradas primeiro usando o criostato com solução crioprotetora (preparação de baixa temperatura) ou o micrótomo (para amostras embebidas em resina ou parafina). Pequenos fragmentos (dezenas de micrometros) podem ser extraídos de fatias de grande área usando um microscópio de microdissecção a laser. As amostras são transferidas para membranas de nitreto de silício e levadas ao freezer de imersão, no caso de medições criogênicas.

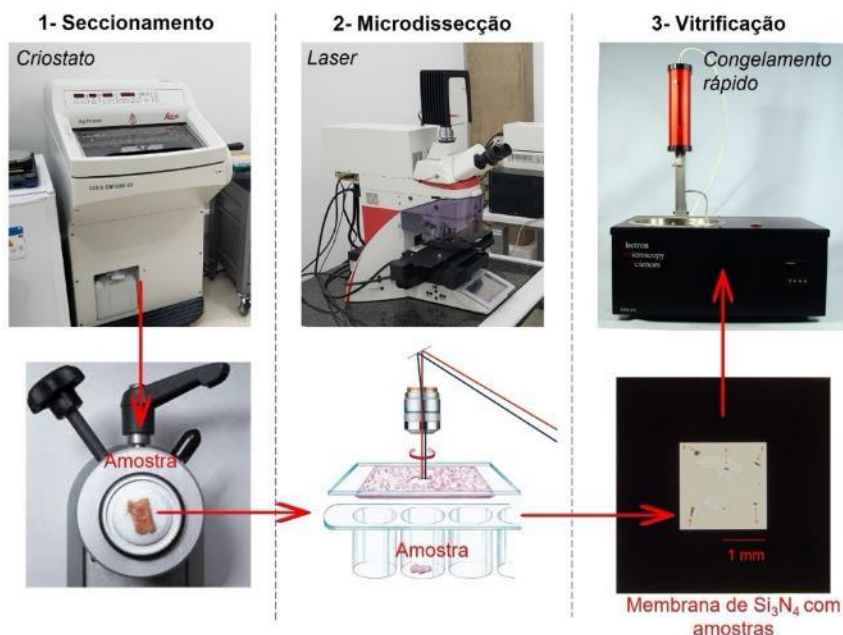


Figura 193: Equipamentos e exemplo fluxo de preparo de amostra de tecido biológico.

LCTE: LABORATÓRIO DE CONDIÇÕES TERMODINÂMICAS EXTREMAS

O Laboratório de Condições Termodinâmicas Extremas (LCTE) é um laboratório de apoio do SIRIUS dedicado ao desenvolvimento de instrumentação científica para experimentos em condições extremas, principalmente aqueles experimentos que envolvem pressão, campo magnético e temperatura. Junto com esses desenvolvimentos, o LCTE fornece suporte aos usuários para a preparação das amostras que serão analisadas em condições extremas nas linhas de luz. As técnicas de aplicação de pressão disponíveis no LCTE são a pressão hidrostática e a pressão uniaxial. Para a aplicação de pressão hidrostática contamos com bigornas de diamante que permitem aplicar pressões na escala de giga Pascal, hoje podendo ir até 300 GPa, essa pressão hidrostática pode ser combinada com variação de campo magnético ou de temperatura (desde criogênicas até alguns milhares de kelvin). No caso da pressão uniaxial, essa pode ser aplicada em temperatura ambiente ou temperaturas criogênicas e o deslocamento total da amostra pode ser variado em até +/- 19 μm . Em relação à condição de temperatura, no LCTE dispomos de criostatos de condução e de vaporização que fazem a refrigeração das amostras para experimentos desde a temperatura ambiente 300 K até 2 K. O uso de uma ou mais dessas condições de ambiente de amostra irá depender da disponibilidade e/ou compatibilidade delas na linha de luz em que será realizado o experimento científico.

Comissionamento de diamantes toroidais

A modificação da ponta dos diamantes padrão para um formato toroidal permite realizar experimentos de pressão hidrostática de até 600 GPa, acima daquele obtido com diamantes padrão, 250 GPa. Ainda no primeiro semestre de 2022 fabricamos diamantes toroidais com pontas de 25 μm (Figura 194 (b) e (c)) a partir de diamantes padrão com pontas de 35 μm (Figura 194(a)), no entanto o primeiro teste com pressão aplicada com esses diamantes foi realizado somente em outubro.

Em julho de 2022 produzimos *gaskets* de Re (*Figura 194* (d)) que funcionam como câmaras para as amostras, e então montamos uma célula de pressão com os novos diamantes toroidais, *gasket* e amostra para o experimento teste. Para isso foi preciso adaptar nossos métodos e instrumentos de preparação para sermos capazes de trabalhar com dimensões tão pequenas.

Em outubro de 2022 a linha de luz EMA passou por uma série de adaptações e melhorias no seu setup experimental e então realizamos o comissionamento do primeiro par de bigornas de diamantes toroidais do LCTE. Para esse experimento nossa meta era de atingir 400 GPa, mas o diamante quebrou em 300 GPa (*Figura 194* (e)). Apesar de não ser o valor que tínhamos como meta, consideramos que o experimento foi um sucesso. Esse é o maior valor de pressão hidrostática atingido no LNLS e é uma nova condição de amostra que possibilitará novos experimentos de usuários em condições extremas.

Além de adaptações no *setup* experimental da linha de luz EMA, o atraso nos testes com pressão usando as bigornas de diamantes toroidais também se deu pela dinâmica do uso do FIB, pois as máquinas do LNNano possuem uma grande demanda de usuários externos. Uma vez que o FIB do LNLS esteja disponível (com insumo de Xe para os cortes), esperamos que a preparação para experimentos em pressões extremas seja facilitada.

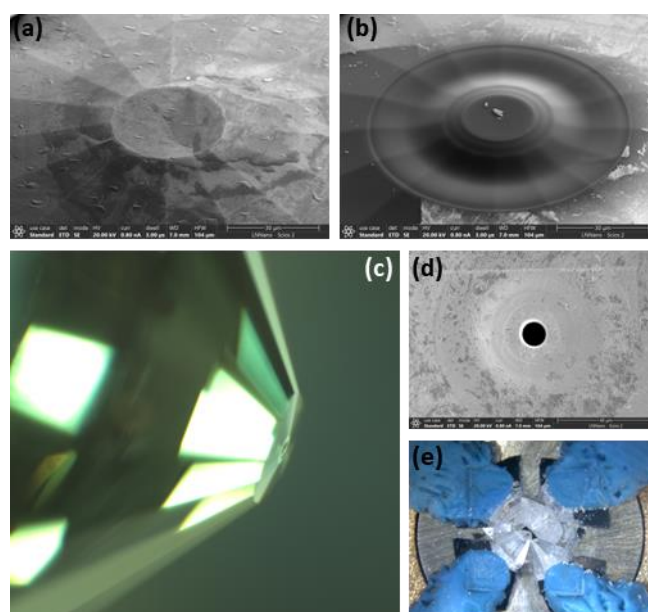


Figura 194: Diamantes toroidais. (a) Diamante padrão com ponta de 35 μm . (b) Diamante toroidal com ponta de 25 μm microfabricado com FIB. (c) Foto do diamante toroidal. (d) Região central do *gasket* com furo de 10 μm perfurado com FIB. O carregamento da amostra dentro desse furo foi realizado usando um micromanipulador com pontas de 1 μm . (e) Foto do diamante toroidal após o experimento.

Projeto e montagem de um novo cell holder

O uso de meio de pressão gasoso permite que o experimento seja hidrostático em pressões elevadas, e, portanto, aumenta a precisão na leitura da pressão. Para o carregamento de gás a DAC é inserida em um *cell holder*, que por sua vez é colocado no sistema. No primeiro semestre de 2022 projetamos dois novos *cell holders* (Figura 195 (a), (b) e (c)), mais versáteis que o atual e que facilitam e agilizam o carregamento de gás nas DACs. Nesse novo modelo de *cell holder* a DAC pode ser carregada tanto com o cilindro quanto com o pistão voltados para o topo do *cell holder*.

Em setembro de 2022 recebemos a primeira entrega das peças e na ocasião verificamos que algumas não estavam de acordo o pedido. Reenviamos para fabricação e recebemos as novas peças ainda em setembro de 2022.

Em outubro de 2022 os *cell holders* foram montados (Figura 195 (d) e (e)). Antes de validarmos e colocarmos esses novos *cell holders* em uso no dia a dia no laboratório estamos aguardando a fabricação de tampões e espaçadores que ficaram pendentes de usinagem e cuja entrega está programada para dezembro de 2022.

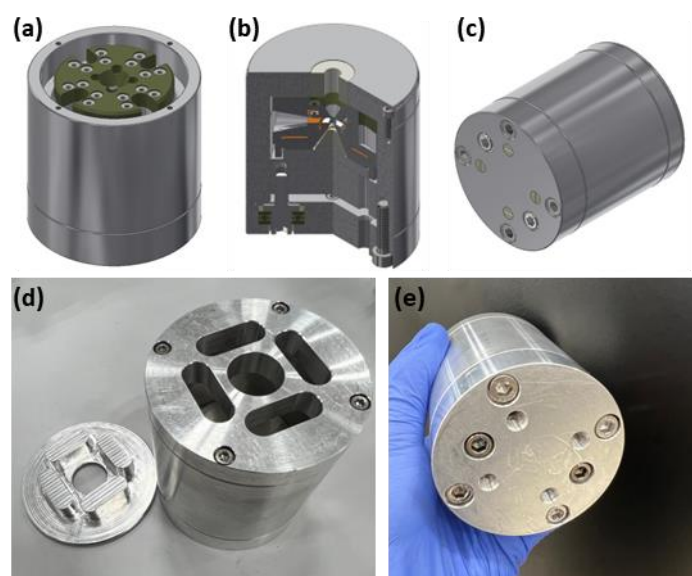


Figura 195: *Cell Holder*. (a) DAC posicionada dentro do *cell holder*. (b) Corte mostrando a estrutura interna do *cell Holder* e encaixe da DAC. (c) Base do *cell holder* com acesso aos parafusos da DAC. Visão (d) do topo e (e) da base das peças do novo *cell holder* montado.

Montagem e início do comissionamento do criostato Crio-EMA

O resfriamento de amostras para experimentos em temperaturas criogênicas é feito através de criostatos. Estamos desenvolvendo um criostato (Crio-EMA) para operar na linha de luz EMA, para ser usado em experimentos de DRX e XAS, sendo também, compatível com as condições de pressão e campo magnético (Figura 196 (a) e (b)). Junto com isso, está previsto acoplar um sistema de interferometria e piezos para corrigir a posição da amostra em frente ao feixe submicrométrico. Ao longo de 2021 e 2022 muitas das peças usinadas precisaram ser reajustadas a fim de se adequar ao projeto proposto.

Em agosto de 2022 finalizamos a montagem do criostato (*Figura 196 (c)*). Então realizamos testes de vazamento. Durante os testes as janelas de diamante estouraram. Por não haver janelas de diamante reserva, para seguirmos em frente com os demais testes de vácuo e resfriamento optamos num primeiro momento usar janelas de kapton. Em setembro de 2022 realizamos novos testes de vazamento e o criostato foi aprovado. Então realizamos testes de vácuo e a pressão medida na camisa externa foi de 10^{-5} mbar (alcançou o valor de fundo de escala do nosso medidor) e de 10^{-4} mbar na região da amostra. Em outubro de 2022 realizamos o primeiro teste de resfriamento. Usando nitrogênio líquido e bombeando a saída do criostato foi possível atingir a temperatura de 68 K na base do dedo frio, no modo de resfriamento de amostra por condução. Em novembro de 2022 realizamos um teste com hélio líquido e a menor temperatura atingida no foi de 35 K, acima da meta que é 5 K. A principal causa é que, por falta de espaço no *insert* projetado, para o modo de resfriamento por condução não existe um *shield* frio barrando radiação. No momento estamos aguardando a chegada de válvulas de alívio para realizar testes no Crio-EMA no modo de resfriamento de amostra por vaporização.

As dificuldades foram várias a respeito desse projeto. As peças fabricadas que não estavam de acordo com a especificação já foram ajustadas. Para os primeiros testes as janelas de diamante que quebram foram substituídas por kapton e agora serão substituídas por mica para viabilizar experimentos com laser. Foi preciso comprar 2 janelas de quartzo maiores para se adequar as mudanças em flanges que não existiam no projeto original. Os testes no modo de vaporização estão pendentes por falta de válvulas de alívio que foram entregues erradas pelo fornecedor. Nesse momento estamos acertando a compra dessas válvulas com outra empresa. Por fim, uma grande dificuldade são os testes criogênicos. No Sirius existem poucos os *dewars* de nitrogênio líquido compatíveis com linhas de transferência para criostatos e todos estão em uso. Os testes com hélio líquido dependem da liberação de orçamento. Sendo assim, os testes em baixas temperaturas no LCTE têm sido feitos com hélio que sobra de experimento de usuários.

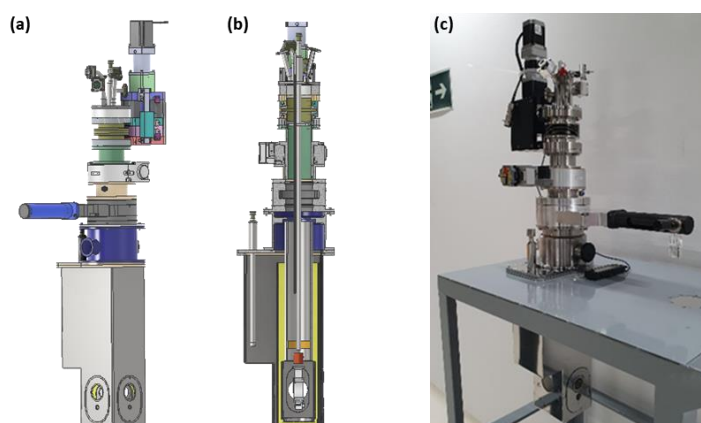


Figura 196: Criostato Crio-EMA. (a) Projeto final do criostato Crio-EMA. (b) Corte mostrando o *insert* e demais partes internas do criostato. (c) Foto do criostato montado no carrinho de testes, com os sistemas de movimentação vertical e de rotação acoplados, tal qual o projeto.

Projeto de novas células de pressão miniaturizadas

Com os criostatos e células de pressão padrão disponíveis atualmente no LCTE, a menor temperatura alcançada em uma amostra que será investigada ao mesmo tempo com temperatura e pressão é de 20 K. Para atingir temperaturas menores, estamos projetando novas DACs de tamanho reduzido (mini-DACs).

Em agosto de 2022 elaboramos o projeto conceitual de duas mini-DACs, uma que chamamos de “mini-DAC padrão” (Figura 197 (a) e (b)) com aplicação de pressão manual e menor abertura angular mas que permite experimentos em 3 K e outra “mini-DAC panorâmica” (Figura 197 (c) e (d)) que pode ou não ser variada a pressão remotamente, com maior abertura angular para experimentos de DRX, mas que devido a esse acoplamento à membrana e o seu uso em um criostato de condução irá operar em temperaturas um pouco maiores.

Em novembro de 2022 finalizamos o projeto da mini-DAC panorâmica e agora em dezembro estamos finalizando o projeto da mini-DAC padrão. No início de 2023 iniciaremos o processo de pedido de fabricação das peças dessas DACs com uma empresa que vem nos ajudando na usinagem de peças para células de pressão e esperamos até o final do primeiro semestre recebê-las para iniciarmos as montagens e comissionamentos.

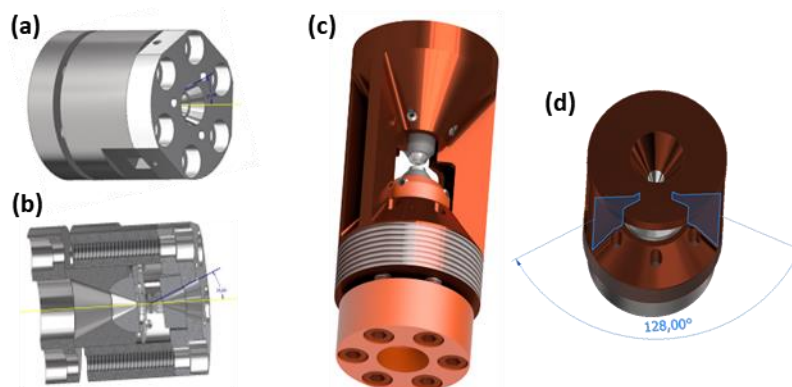


Figura 197: Mini-DACs. (a) Projeto preliminar da mini-DAC padrão, com dimensões de 22,5 mm de diâmetro x 22,5 mm de comprimento. (b) Corte mostrando os componentes internos da mini-DAC padrão, inicialmente projetada com um rocker para o alinhamento angular do diamante. (c) Projeto final da mini-DAC panorâmica, com massa total de 135 g, feita de CuBe C17200, e dimensões 25 mm de diâmetro x 57,5 mm de comprimento, respeitando a dupla abertura lateral de 128 graus, mostrada em (d).

Projeto de um sistema para experimentos em alta pressão e alta temperatura

Experimentos combinando alta pressão e temperatura podem ser feitos de diferentes formas, dependendo da temperatura desejada. Na linha de luz EMA, temperaturas acima de 1000 K em amostras sob pressão são produzidas por um sistema de laser e temperaturas abaixo de 300 K são alcançadas por meio dos criostatos. Para preencher essa lacuna no range de temperaturas em experimentos com pressão, estamos desenvolvendo um sistema de aquecimento resistivo. No primeiro semestre de 2022 iniciamos o projeto conceitual do sistema de aquecimento resistivo. O projeto foi finalizado em setembro de 2022 (Figura 198 (a) e (b)).

Em outubro de 2022 geramos em uma impressora 3D um protótipo do sistema de aquecimento resistivo (*Figura 198 (c)*) e montamos o protótipo no setup-1 da linha EMA para validar as dimensões e posições de conectores e demais periféricos do sistema. As compras das peças para o sistema foram lançadas, algumas chegaram, outras estão em fase de aprovação. Esperamos receber todos os itens relacionados ao sistema de aquecimento resistivo até o final do primeiro trimestre de 2023 para iniciar a montagem e comissionamento. A finalização do projeto do sistema de aquecimento resistivo para experimentos com alta pressão e alta temperatura demorou mais tempo que o previsto, pois foi bastante difícil conciliar os requisitos de operação com o espaço disponível e demais condições no setup-1 da linha EMA onde o sistema irá operar. Com isso, a fabricação das peças da câmara e a compra de demais componentes com maior custo foram afetadas pelo orçamento atual.

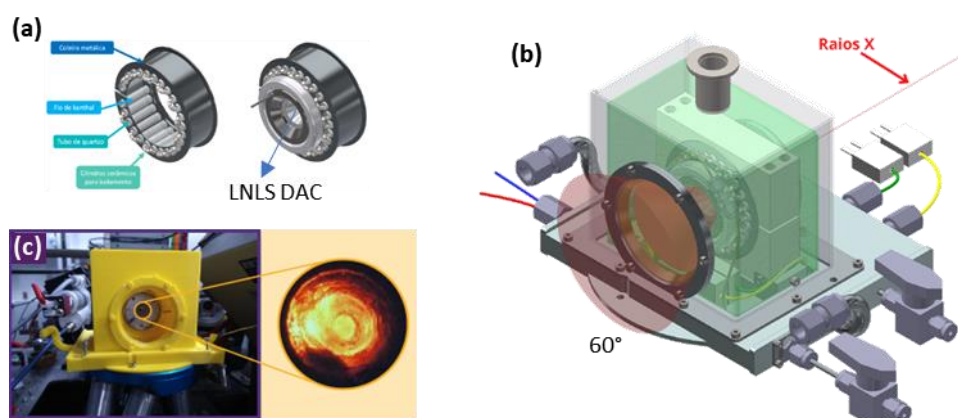


Figura 198: Sistema de aquecimento resistivo. (a) Elemento aquecedor formado por uma coleira metálica contendo a resistência que irá irradiar o calor para a DAC em seu interior. (b) Câmara de vácuo contendo o elemento aquecedor e demais conexões (elétricas, hidráulicas, de gases). (c) Protótipo impresso e posicionando no setup-1 da linha EMA. Imagem de uma amostra contida na DAC colocada no protótipo.

Novas instalações

No segundo semestre de 2021 o LCTE foi inaugurado e disponibilizado para os usuários externos. Na ocasião, o laboratório contava com apenas uma sala em operação e todos os equipamentos contidos na mesma. Nesse primeiro semestre de 2022 nos foi entregue uma segunda sala, com área química e capela de exaustão (*Figura 199 (b)*). Os equipamentos foram distribuídos de forma que na sala 1, *Figura 199 (a)*, estejam contidos os microscópios e demais equipamentos de micro preparação e na sala 2, *Figura 199 (c)*, os equipamentos maiores e os desenvolvimentos de instrumentações. A liberação do uso da capela de exaustão foi realizada recentemente e é um marco importante para o grupo, uma vez que irá permitir novas preparações de experimentos para nossos usuários, como é o caso de experimentos com Be, mencionado na seção anterior.

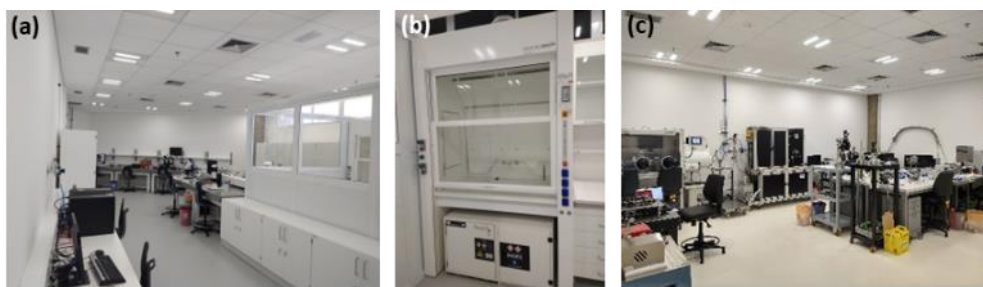


Figura 199 : Status dos laboratórios do LCTE em junho/2022. (a) Sala 1: inaugurada em março de 2022, (b) Capela de exaustão na sala 1 e (c) Sala 2: inaugurada em 2021.

Equipamentos

Além do aparato experimental, para realizar experimentos em condições extremas é necessário ter equipamentos específicos para fazer as preparações das amostras e dos seus experimentos. Nesse sentido, o LCTE conta com equipamentos comerciais e com instrumentos que foram desenvolvidos internamente (pelo grupo LCTE e em colaboração com outros grupos do LNLS). A Tabela 6 contém uma lista dos equipamentos disponíveis no LCTE.

Tabela 6 : Equipamentos disponíveis no LCTE para preparações de amostras para experimentos em condições extremas.

Equipamento	Função	Parâmetros	Fonte
Estereomicroscópio	Preparação de amostras e DACs	Resolução 0,6 μm e 0,9 μm	Comercial
Micromanipulador	Manipulação de amostras	Resolução 1 μm	Comercial
WireBonder	Fixação de contatos elétricos em amostra filme	Fio de Al 25 μm	Comercial
Solda ponto	Fixação de contatos elétricos em amostra volumétrica	0 – 25 V	Desenvolvimento interno
Sistema de Rubi (multipropósito)	Medida de pressão	Laser 80 mW	Desenvolvimento interno
Sistema de Rubi (itinerante)	Medida de pressão	Laser 80 mW	Desenvolvimento interno
Caixa de luvas	Manipulação de amostras	Ar	Comercial
Gasloading	Carregamento de meio de pressão gasoso em DACs	Ne, He	Comercial

Perfuração a laser	Corte de amostra e perfuração de gaskets	5 μm – 150 μm	Desenvolvimento interno
Perfuração eletroerosão	por Perfuração de gaskets	35 μm – 1 mm	Comercial
Endentador	Endentação de gaskets	600 μm cullet	Desenvolvimento interno
Prensa	Pressão em DACs e outros	11 ton	Comercial
Serra de disco	Corte de amostra	Discos de 100 μm – 400 μm	Desenvolvimento interno

Os principais destaques do período primeiro semestre foram:

- Novas células de pressão compatíveis com experimentos nas condições de baixas temperaturas e altos campos magnéticos, célula motorizada e célula compatível com experimentos usando H_2 .
- Diamantes toroidais para pressões extremas (centenas de giga Pascal).
- Novas instalações e capela de exaustão.
- Sistemas especiais para perfuração de Be.
- Propostas recebidas de usuários internos e externos.

Os maiores desafios deste mesmo período foram:

- A implementação do sistema de carregamento de H_2 em DACs está dependendo da construção de uma área externa ao Sirius.
- Acesso limitado (até então) à sistemas FIB para os preparativos de pressão extrema, como os diamantes toroidais e seus respectivos gaskets.
- Poucos microscópios para fazer as preparações de amostras.
- Atrasos no desenvolvimento de um criostato (para o Setup multipropósito da linha EMA) por problemas nos processos de fabricação ou erros de especificação do projeto.

LCIS: LABORATÓRIO DE CRESCIMENTO IN SITU

O LCIS é um laboratório de suporte aberto aos usuários em 2021. Este laboratório oferece ferramentas de última geração para o crescimento/deposição de filmes finos e heteroestruturas para estudos posteriores com as técnicas de radiação síncrotron. As técnicas de crescimento disponíveis são baseadas na deposição de vapor físico em dois modos: Deposição a laser pulsada (PLD) e Epitaxia de Feixe Molecular (MBE). Filmes finos de diferentes materiais podem ser produzidos a partir de metais de transição, seus óxidos e pequenas moléculas orgânicas. As câmaras de crescimento são acopladas através de um túnel de vácuo ultra-alto (UHV) e permitem que as amostras sejam transferidas entre as câmaras sem exposição ao ar. Em breve teremos a possibilidade de transportar as amostras em condições de vácuo ultra-altas do LCIS para algumas linhas de luz SIRIUS, a fim de estudar a superfície de filmes finos sem exposição ao ar.

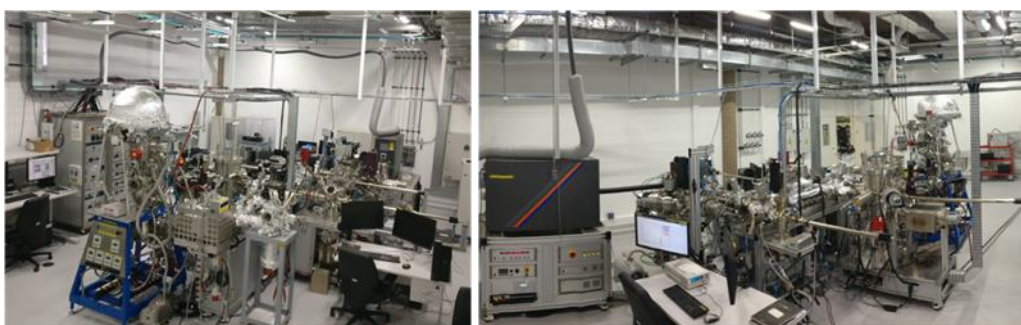


Figura 200 : Fotos do LCIS tiradas de dois ângulos diferentes

Durante parte de 2020 e 2021, os equipamentos foram transferidos da antiga UVX (da linha PGM) para as novas instalações da SIRIUS. Além da instalação do equipamento, foram realizados comissionamento e calibração dos diferentes equipamentos para abrir seu uso aos usuários externos. Desde agosto de 2021 o laboratório se encontra em processo de comissionamento científico buscando testar e aperfeiçoar as capacidades. Os principais destaques do semestre foram:

- Montagem de tubulação de água de processo no túnel de transferência de amostras;
- Montagem da tubulação da linha de bombeamento para vácuo primário, que permitirá eliminar as bombas de dentro da sala;
- Acoplamento da câmara experimental da linha SAPE no tunel SPECS para comissionamento de experimento ARPES (transferência entre ARPES e túnel em pressões de $3e-10$ mbar).
- Estudo do crescimento de filmes de $YBaCuO_7$ com diferentes níveis de dopagem de oxigênio para estudo nas linhas de luz

Os principais desafios encontrados neste período foram:

- Foi percebido durante os estudos de crescimento de filmes por ablação a laser que o View Port de entrada do laser excimer fica sujo, causando assim uma perda de intensidade;
- Estamos buscando criar um bechmark com a balança de quartzo para determinar qual será a frequência de limpeza do view port. Estamos com dificuldade de medir com a balança e agora precisamos entender de onde vem uma deriva temporal das medidas com a balança de quartzo.
- O sistema de bombeamento foi realizado aproveitando tubos de vácuo do antigo anel UVX, com isso, acrescentou um tempo de retrabalho de algumas peças que precisaram ser soldadas e/ou furadas.
- Parte do desenvolvimento científico em deposição por laser pulsado era realizado por uma estudante que não está mais no grupo. Para continuidade, o especialista do grupo está se dedicando a estes experimentos.

Comissionamentos

“Baking” da maleta de vácuo e espectrômetro de massas: Durante o primeiro semestre de 2022 iniciou a montagem da maleta de vácuo para transferência das amostras as linhas de luz. A Figura 201 apresenta duas fotos da montagem da maleta de vácuo em bancada de comissionamento.

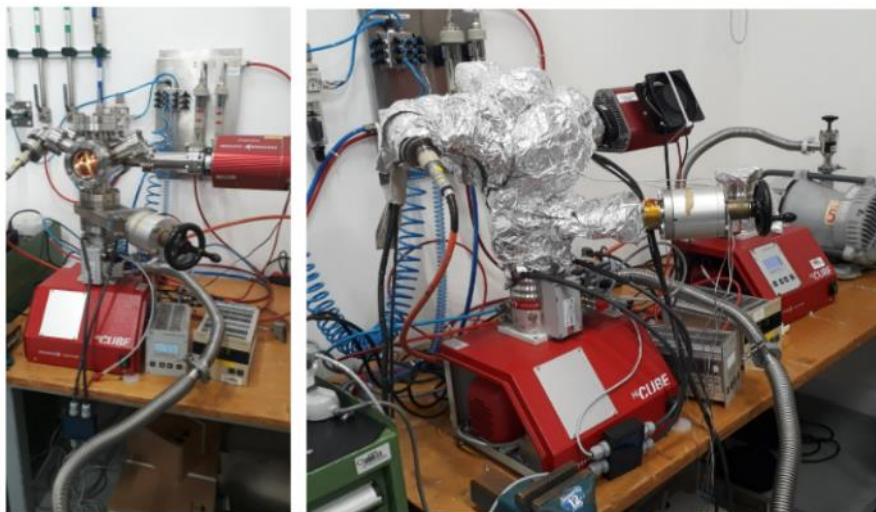


Figura 201 : Fotos da montagem da maleta em bancada para comissionamento de vácuo e estudo com espectrômetro de massas.

Foram realizados estudos utilizando um espectrômetro de massas e variando a temperatura de aquecimento das câmaras. Estamos tratando os dados e buscamos as condições de “baking” que permitirão controle das pressões parciais da maleta durante a transferência.

Posicionamento *sputtering* MBE: Durante o primeiro semestre foi comissionado canhão de *sputtering* e canhão de elétrons RHEED da câmara de deposição por epitaxia de feixe molecular.

Este comissionamento vai fornecer as posições das amostras durante procedimentos corriqueiros nesta câmara de deposição.

Calibração pirômetro GaAs e Si: Para deposição na câmara por ablação a laser pulsado utilizamos um pirômetro para aferir a temperatura do alvo em que estamos depositando. A leitura do pirômetro é dependente da emissão do substrato em questão. Inicialmente tínhamos a calibração para SrTiO₃ e foi realizado com um usuário a calibração de outros substratos de interesse Si e GaAs.

LAM: LABORATÓRIO DE AMOSTRAS MICROSCÓPICAS

O LAM atua como um laboratório de suporte para as linhas de luz do SIRIUS, focado na preparação de amostras avançadas usando técnicas de microscopia eletrônica e óptica, separadas em duas salas. Um moderno sistema de feixe duplo SEM/FIB (Microscópio com feixe de elétron e íons) é usado como um método padrão de preparação de amostras, alcançando alta qualidade de dimensões nanométricas até centenas de microns. É possível realizar com esse equipamento diversos processos, tais como: remoção de material de alto volume, seção transversal, caracterização rápida de detalhes de nanômetros, análise em 2D e 3D, deposição de marcas fiduciárias (para facilitar a localização de algumas regiões específicas que posteriormente serão analisadas) nas amostras para experimentos nas linhas de luz e caracterizações de materiais *in situ* usando múltiplas técnicas analíticas. Essas medidas também servirão para complementar às medidas de raio-x, aumentando a robustez dos dados experimentais. No escopo da microscopia óptica (L2D), a instalação hospeda ferramentas e aparelhos apropriados para o processo de preparação de amostras nanométricas e sua respectiva caracterização óptica. E, portanto, o L2D visa atender à necessidade dos pesquisadores que utilizarão técnicas com feixes nanométricos para preparar amostras atômica e molecularmente planas e limpas, adequadas para a técnica de nano-sondas. Assim, o LAM servirá toda a comunidade do SIRIUS para fabricar amostras de alta qualidade e/ou ultrafinas de materiais, caracterizá-las e analisá-las antes ou depois dos experimentos nas linhas de luz.

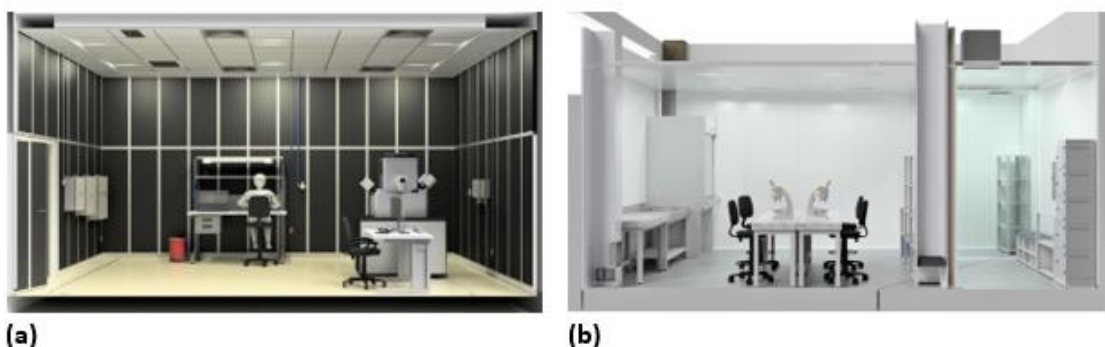


Figura 202 Layout LAM: (a) Sala de microscopia eletrônica e (b) área de microscopia óptica (L2D).

A área de microscopia óptica (L2D) do LAM foi aberta para usuários internos e externos em março de 2022. E, portanto, a equipe do LAM se concentrou no primeiro semestre de 2022 na instalação dos equipamentos, comissionamento técnico e em atender os primeiros usuários.

Os primeiros resultados obtidos (posteriormente) foram obtidos com colaboração de grupos externos e/ou pesquisa interna. Os principais destaques de 2022 foram:

- A instalação LAM foi projetada para atender a rigorosos pré-requisitos para receber os equipamentos FIB, incluindo a infraestrutura de laboratório. A infraestrutura foi instalada e atendeu aos requisitos.
- O FIB chegou ao Sirius em novembro de 2021 e sua instalação foi concluída em junho de 2022. Desde março de 2022, os testes nos componentes principais do FIB foram iniciados. Além da montagem dos principais componentes: o vácuo na coluna do microscópio e o feixe de elétrons e íons foram implementados. Além disso, o detector de elétrons secundário (SE) está operacional; permite a aquisição de imagens eletrônicas com resoluções de até 0,6 nm. O sistema de injeção de gás para deposição de materiais (Tungstênio e Carbono) e os nano manipuladores para preparar amostras ultrafinas e cortes sequenciais já estão disponíveis.
- O sistema Catodo Luminescência, e outras técnicas de caracterização complementares aos experimentos que serão realizados nas linhas de feixe também foram instalados: a análise química e cristalográfica será feita pela Espectroscopia de Raios-X de Dispersão de Energia (EDS) e Difração de Backscatter Eletrônica (EBSD), respectivamente.
- A instalação dos equipamentos do ambiente de microscopia óptica (L2D) foi concluída em novembro de 2021, e o programa de usuários iniciou em março de 2022.



Figura 203 (a) PFIB em junho de 2022 após final da instalação; (b) Imagem do estágio de amostras e (c) Imagem do estágio das amostras obtida por uma câmera IR-CCD, mostrando a posição da amostra em relação às colunas de elétrons e de íons.

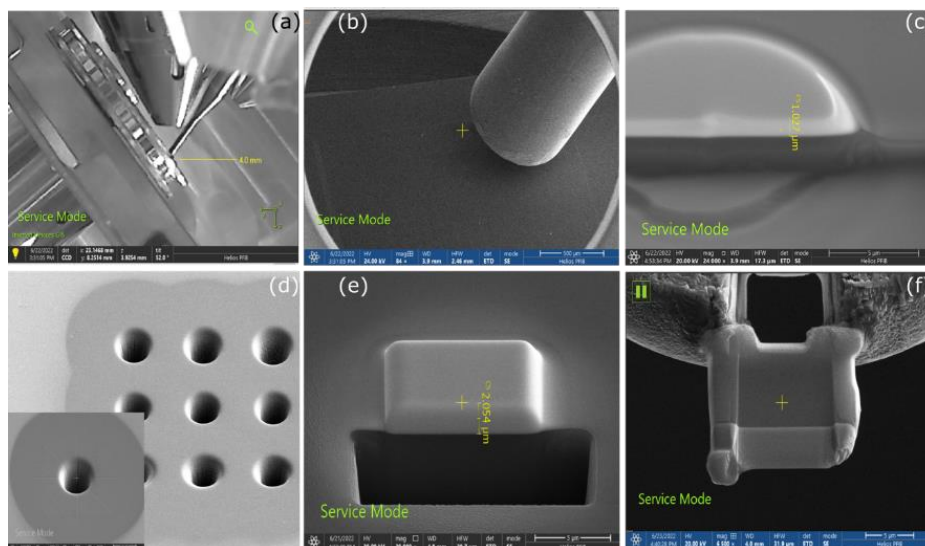


Figura 204 : (a) Imagens da câmera de IR mostrando a posição do porta amostras em relação aos feixes de íons, elétrons e o sistema de injeção de gás (GIS). (b) Imagem de microscopia eletrônica do GIS próximo a superfície do substrato. (c) Deposição de Tungstênio

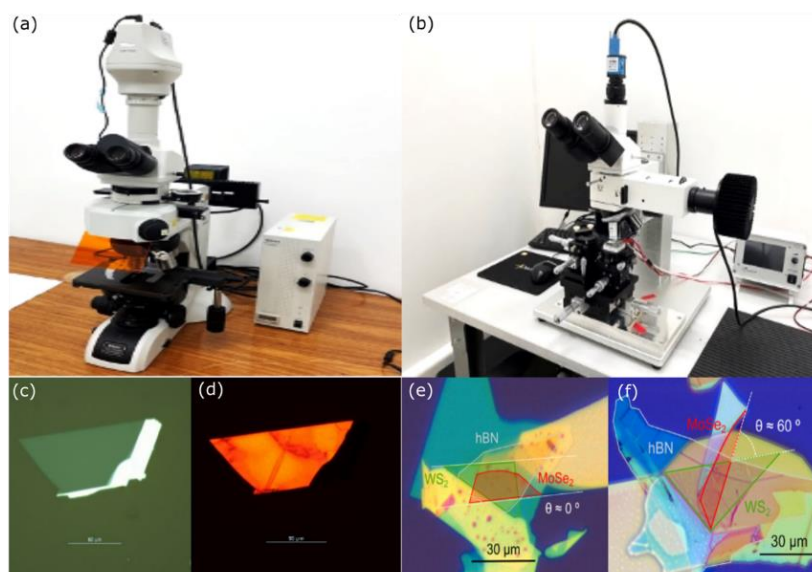


Figura 205 (a) Microscópio óptico Nikon Eclipse LV100ND e (b) Sistema de transferência de heteroestrutura 2D. Cristal bidimensional de WS₂ esfoliado em uma membrana transparente: imagem de microscopia óptica (d) de campo claro e (d) de fluorescência. Imagem de mic

No final do primeiro semestre de 2022 a instalação do PFIB foi concluída e iniciamos o comissionamento técnico do equipamento, e em seguida abrimos as instalações para usuários. As conquistas e metas alcançadas foram listadas abaixo durante esse período estão listadas abaixo. Na Figura 206 há um painel com um compilado de todos os avanços citados:

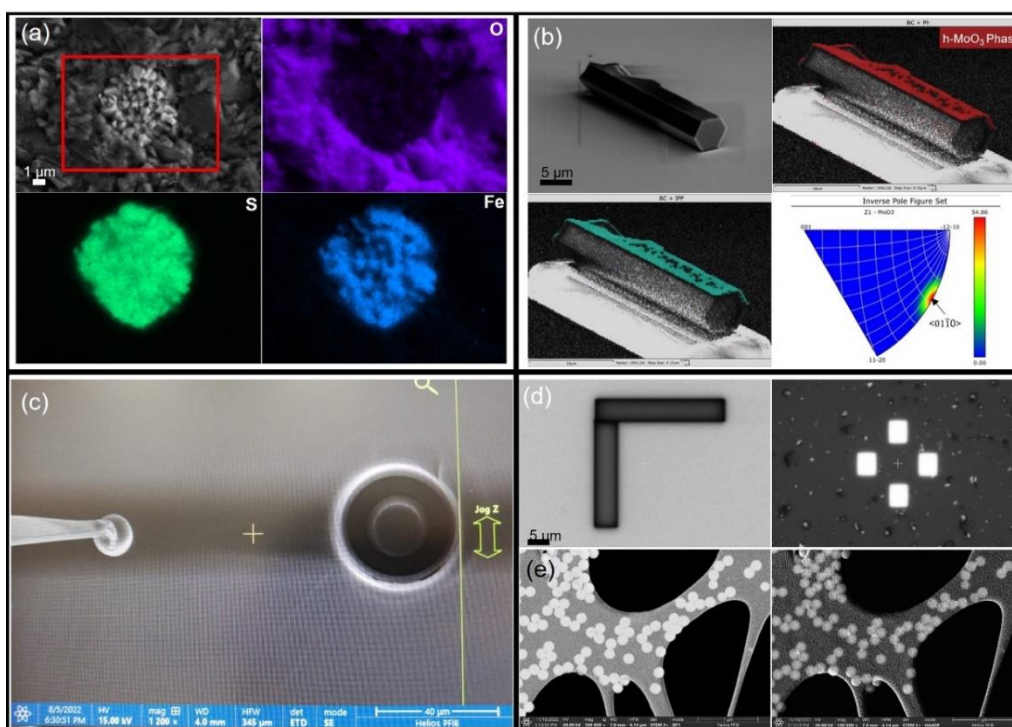


Figura 206: (a) Imagem de microscopia eletrônica de partículas nanométricas de Fe em rochas carbonáticas e seu respectivo mapeamento elementar por EDS. (b) Monocristal MoO_3 hexagonal com orientação cristalográfica de $\langle 01\bar{1}0 \rangle$. (c) Pilar no substrato de Silício obtido usando o feixe de íons. (d) Marcas utilizando a deposição de tungstênio com o feixe de elétrons. (e) Imagens de campo escuro e HAADF de nanopartículas com a técnica de STEM.

Algumas das ações foram atrasadas por imprevistos, como a entrega da sala limpa (L2D) que não permitiu a mudança da parte de microscopia óptica, e conseqüentemente, também atrasou a mudança do compressor e do chiller do PFIB para esta sala que futuramente será a casa de máquinas do FIB. A obra da sala limpa já foram iniciadas e a previsão de entrega é março de 2023. Demais ações de instalação e comissionamento sogueem com os seguintes pontos:

- No primeiro semestre de 2022 o sistema de Catodo Luminescência foi instalado, porém nem o treinamento e o comissionamento técnico foram iniciados. Estamos aguardando que o fabricante nos envie uma amostra padrão para que a certificação do equipamento seja feita.
- Devido aos problemas com o gás Xenônio, não conseguimos concluir a etapa de comissionamento técnico e tão pouco atender as propostas que dependem exclusivamente deste processo para preparação de amostras. E, portanto, é uma atividade que está ainda em progresso.
- Em dezembro de 2022 será iniciado a instalação do sistema de combate a incêndio da sala do PFIB;

LCA: LABORATÓRIO DE CIÊNCIAS AMBIENTAIS

O LCA é um laboratório químico (Figura 207) dedicado à manipulação e preparação de amostras relacionadas às Ciências Ambientais, certificadas como biossegurança NB1 de acordo com as leis brasileiras (permitindo a manipulação de microrganismos não patogênicos e não geneticamente modificados). Ele é dividido em três áreas. A Figura 207b mostra a sala de cultura de bactérias, na qual se pode cultivar microrganismos em laboratório dedicado, equipado com agitadores, incubadoras e armários de fluxo laminar. A Figura 207c mostra a sala de materiais porosos, área para manipulação de solos e rochas. Na Figura 207d, pode-se observar a área geral da LCA, na qual há duas capelas, armários de exaustão e mesas para manipular vários tipos de materiais ambientais, como plantas, solos, rochas, fósseis, etc. Esta área está sendo ocupada com equipamentos como centrífugas, câmara de crescimento vegetal, freezer, geladeira, liofilizado, fornos elétricos (até 1000°C), autoclaves e vários equipamentos e acessórios menores para apoiar os estudos relacionados às ciências ambientais.

O mobiliário e a maior parte das utilidades (gases: Ar, N₂, ar comprimido; exaustão) já estão instalados e a equipe da CARNAÚBA está trabalhando na aquisição e instalação dos equipamentos acima mencionados.

a)



b)



c)



d)



e)



Figura 207: Renderização de projeto do Laboratório de Ciências Ambientais (LCA) (a), Sala de Cultura de Bactérias (b); Sala de Materiais Porosos (c); Sala principal da LCA (d). Laboratório em sua configuração final, recebendo os primeiros equipamentos (e).

LNB: LABORATÓRIO NANOBIO

O Laboratório Nanobio (LNB) tem como objetivo fornecer infraestrutura adequada, segura e bem equipada para manipulações químicas, desenvolvimento de pesquisa interna e síntese de nano materiais e biológicos, caracterização preliminares de nanopartículas para aplicações biológicas por equipamentos laboratoriais de bancada como potencial ZETA, UV_VIS, FTIR e outros.

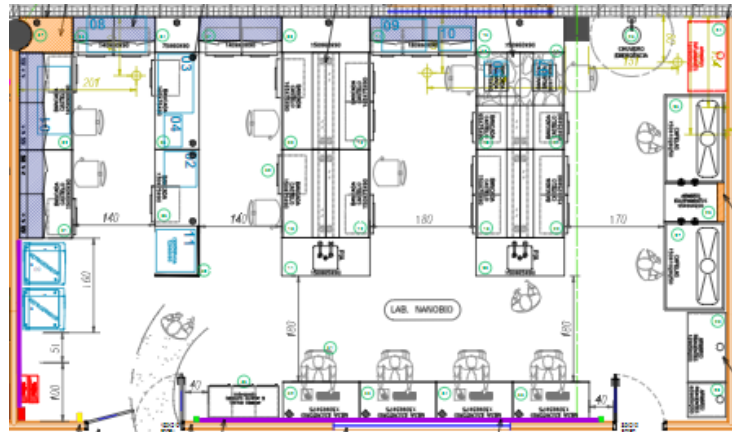


Figura 208: Projeto do Laboratório Nanobio

As adequações civis e ajuste de *layout* para os laboratórios LNB estão iniciaram em dezembro. Após isso serão iniciadas as atividades de encaminhamento de infraestrutura de tubulações e adequações elétricas. Os mobiliários estão previstos para fevereiro de 2023 e a montagem para março de 2023 caso não ocorra nenhum atraso nas atividades de infraestrutura e no processo de importação dos mobiliários.

A Figura 209 mostra as vistas do local onde o laboratório será instalado antes das intervenções de infraestrutura.



Figura 209: Imagens do ambiente onde será instalado o Laboratório Nanobio (LBN). (A) Vista externa, (B)(C)(D) vistas internas

As imagens a seguir mostram os primeiros trabalhos na adaptação do ambiente, como remoção de forros e *drywalls* (Figura 210) e ajustes de acessos (Figura 211). As adequações civis também já estão em andamento.

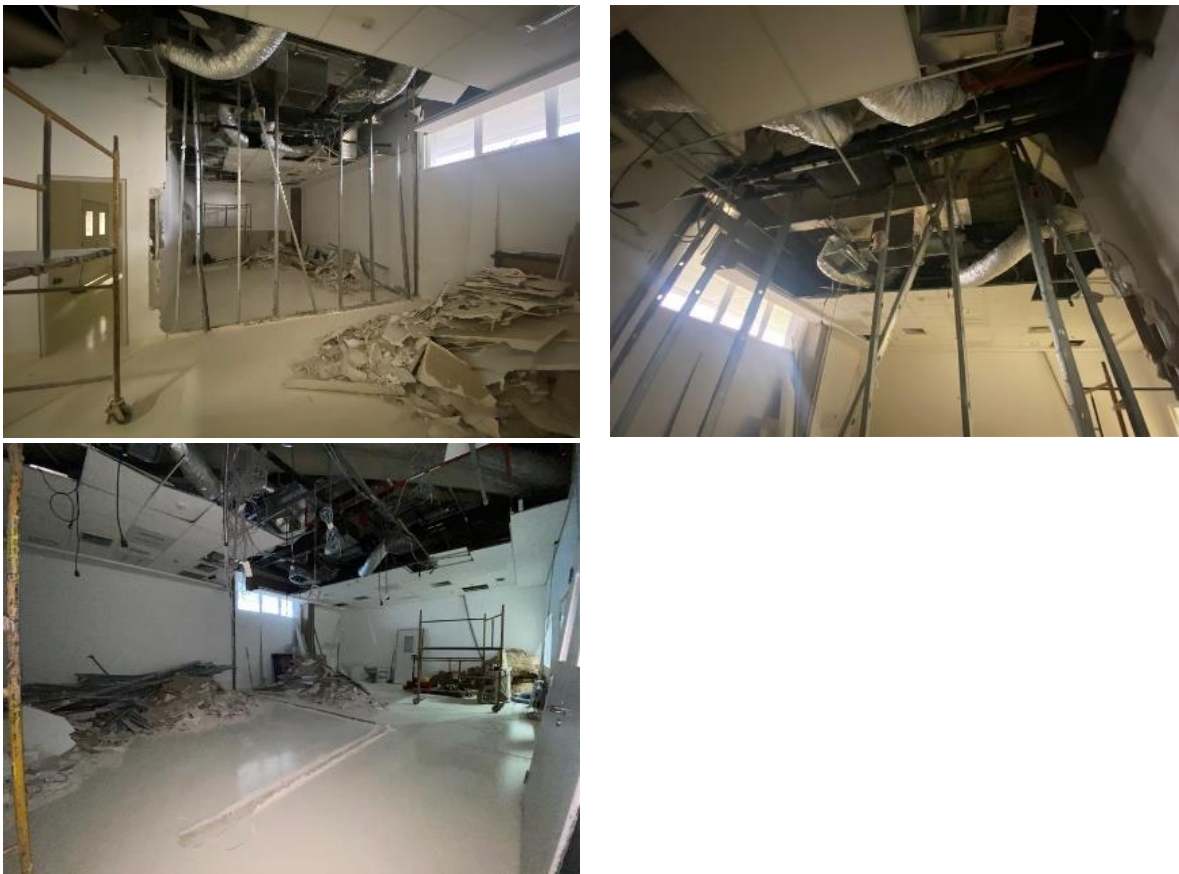


Figura 210: Remoção dos forros e remoção parcial das divisórias de drywall (LNB).

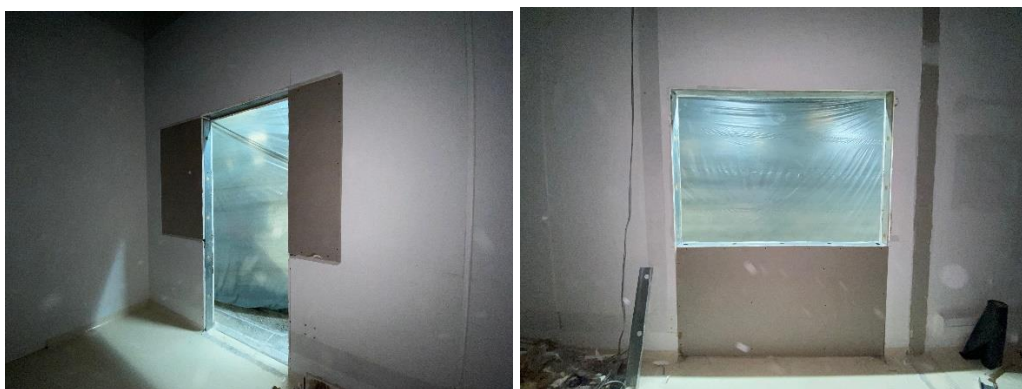


Figura 211: Reajuste da porta e adequação de visor do LNB

LQ: LABORATÓRIO QUÍMICO

O Laboratório Químico (LQ) tem como objetivo fornecer uma infraestrutura adequada, segura e bem equipada para a manipulação e preparação de amostras químicas e manipulações de reagentes químicos. Além da infraestrutura, oferecerá suporte técnico aos usuários internos e externos, treinamento de segurança química e equipamentos laboratoriais.

A instalação da infraestrutura precisava apenas de instalação da exaustão das capelas para ser dada como finalizada. Em agosto de 2022, o grupo de Infraestrutura e Manutenção (AIM) apresentou o escopo de projeto e cronograma do sistema de exaustão do prédio que contempla as capelas do LQ. As obras do sistema estão em finalização e comissionamento das capelas e ocupação do LQ primeiro trimestre de 2023. A Figura 212 e a Figura 213 mostram partes do processo.

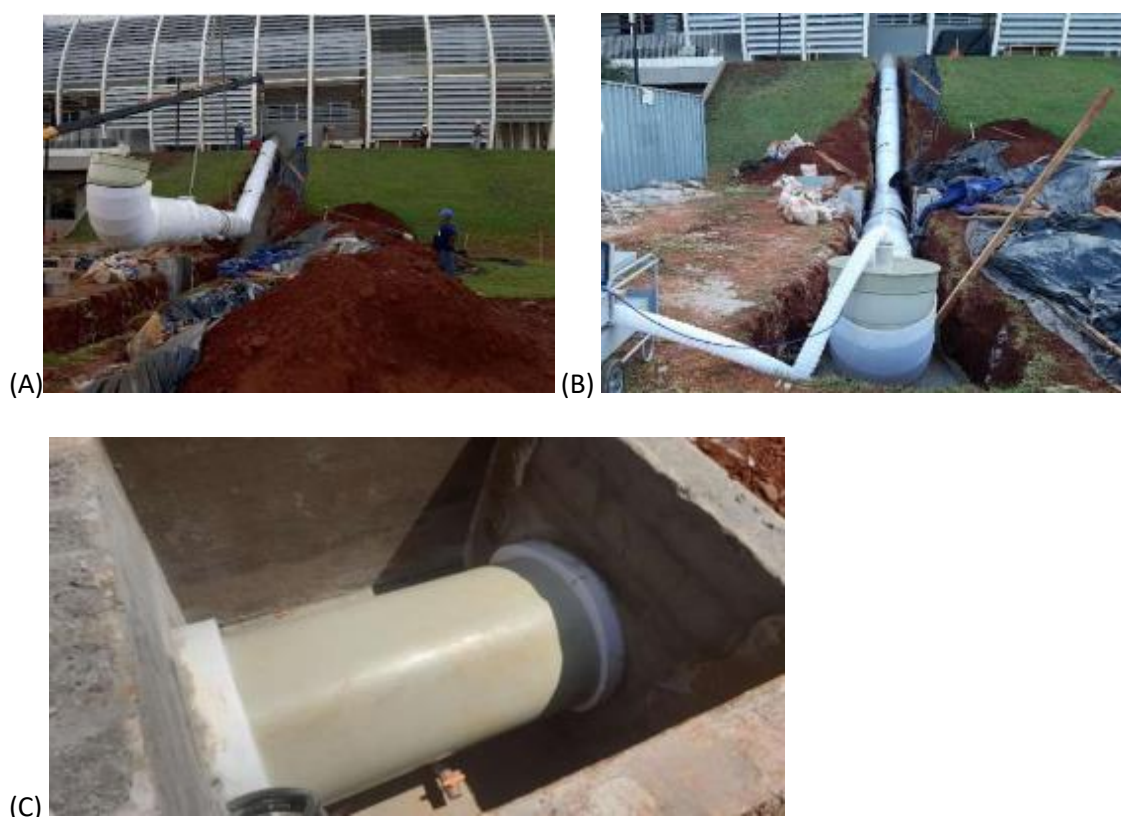


Figura 212: (A) instalação dos dutos, (B) teste de estanqueidade e (C) acabamento da alvenaria do Laboratório Químico (LQ)

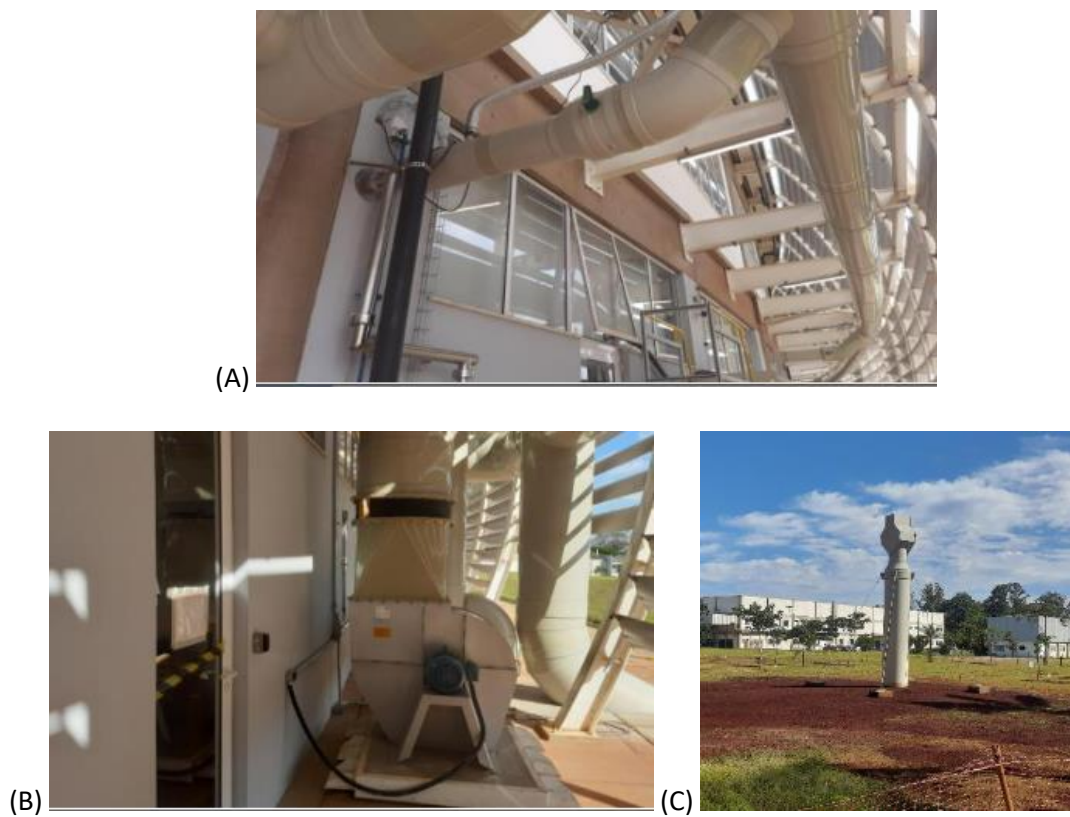


Figura 213: (A) término da execução do trecho aéreo, (B) instalação elétrica em andamento, (C) instalação da chaminé do Laboratório Químico (LQ)

Infraestrutura, operação e melhorias técnicas

O escopo da fase 1 do projeto Sirius permitiu desenvolver, além dos aceleradores e linha, diversas infraestruturas necessárias para a operação, manutenção e continuidade dos desenvolvimentos que visam buscar o estado da arte em ciência com luz síncrotron. Nesta etapa do projeto, o principal foco dos desenvolvimentos de infraestrutura está na sustentabilidade das operações para usuários, com segurança e otimização de recursos. Alguns destes principais desenvolvimentos realizados em 2022 serão apresentados nessa sessão.

Infraestrutura

Os desenvolvimentos envolvendo a infraestrutura para os aceleradores, linhas e laboratórios envolveram o projeto de sistemas e equipamentos para o alcance de parâmetros nominais, melhoria dos processos de operação e organização geral das instalações. Além das ações realizadas na infraestrutura do Sirius para melhoria de operações e processos, o LNLS também se dedicou ao descomissionamento do seu antigo acelerador, o UVX, junto com os grupos da divisão de Engenharia e Tecnologia (ENT). Este processo faz parte do fim do ciclo de todo equipamento científico de grande porte que, após algumas décadas de operação como o UVX, precisa ser desmontado e seus componentes redirecionados para outras finalidades, doados ou simplesmente reciclados. As ações estão descritas nos tópicos a seguir.

Planta para Recuperação de Hélio

1.1.1. Alguns equipamentos e estações experimentais requerem hélio líquido (LHe) como fluido refrigerante para atingir temperaturas muito baixas (criogênicas), na casa de 4K (Kelvin). O projeto *Helium Gas Recovery – HGR*, hoje em desenvolvimento, tem por objetivo reduzir o custo de operação das linhas de luz. Portanto, o LNLS começou a sistematizar essa demanda, uma vez que duas das linhas de luz com maior demanda devem começar a operar seus equipamentos nos próximos meses. O projeto deve recuperar o Hélio gaseificado no processo de refrigeração dos componentes para que possa ser reprocessado e novamente liquefeito.

Instalações de design e estratégia

O projeto considera o seguinte conjunto de premissas:

- O design global deve integrar todas as etapas - recuperação, purificação e liquefação;
- A etapa de recuperação (FASE I) deve ser instalada o mais breve possível. O restante da etapa (FASE II.A) poderá ser executado posteriormente de acordo com os recursos disponíveis;
- Liquefação terceirizada para reduzir o investimento inicial necessário;
- O projeto deve buscar elasticidade para acomodar futuras atualizações de capacidade exigidas pela expansão do Sirius (FASE II.B) e, eventualmente, todo o CNPEM;
- O projeto também deve otimizar o retorno – considerando implantação e operação.

Avaliação da Demanda

O consumo Tabela 7 mostra é comparável ao ALBA⁴⁸, dado o trabalho apresentado na Conferência MEDSI em 2018 por M. Pietro *et al*, para o qual havia um número semelhante de linhas de traves como planejado para a Fase I do Sirius. consumiu ~35.000 L em 2015 para fornecer 22 linhas de vigas de 45, levando a ~800 L/beamline/ano como um consumo médio.

Tabela 7: Líquido Ele exige as linhas de feixes da Fase I do Sirius.

BEAMLINE	EQUIPMENT	CONSUMPTION (L/week)	USAGE REGIME*	CONSUMPTION (L/year)*
CARNAÚBA	Cryostat	300	15%	1575
EMA	HFM	150	50%	2625
	Cryostat	300	50%	5250
SAPÊ	Cryostat	300	100%	10500
IPÊ	Cryostat	300	50%	5250
SABIÁ	HFM	150	50%	2625
	Cryostat	300	50%	5250
IMBUÍA	Detector	50	50%	875
		Peak	1.850 L/week	
		Average*	33.950 L/year or 970 L/week	

* Considering 35 weeks for users per year.

Considerações Preliminares

Agora consideramos 3 locais para a implantação do sistema, como mostrado na Figura 214 abaixo. O cenário 1 propõe instalar o equipamento na mesma sala que os compressores de cavidade RF e caixa fria; cenário 2 em uma sala na galeria de utilitários do anel de armazenamento; e cenário 3 em uma área dedicada aos futuros laboratórios auxiliares de linhas de trave. Tabela 8 apresenta uma avaliação precursora para cada cenário que retrata prós e contras. Uma vez disponíveis mais detalhes sobre o maquinário previsto, serão realizadas discussões aprofundadas com a equipe de engenharia responsável pelo edifício. Além disso, aspectos operacionais rotineiros devem ser investigados em outros laboratórios que operam instalações semelhantes.

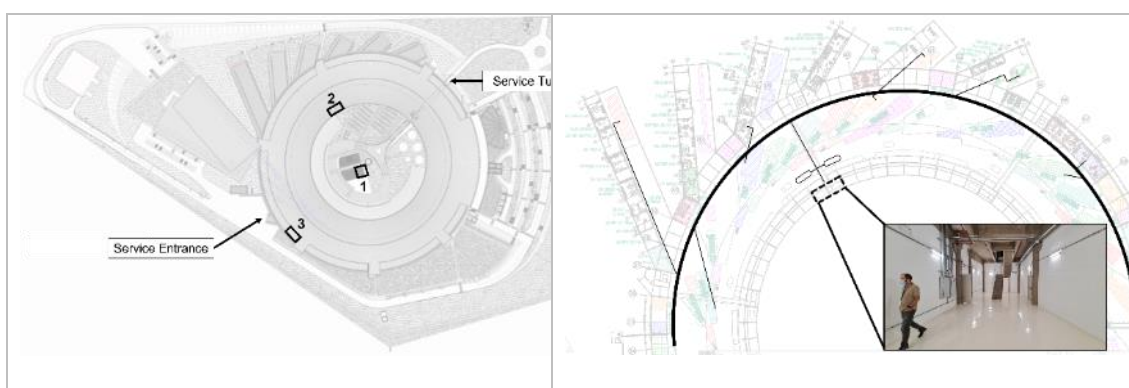


Figura 214: Esquerda: locais de candidatos para toda a fábrica de liquefação. Direito: trajetória prevista para o anel de recuperação, ramos principais, saco de gás e sala de máquinas (representado para o cenário 2).

⁴⁸ M. Prieto, J. J. Casas, C. Colldelram e Y. Nikitin, "ALBA Synchrotron Light Source Liquefaction Helium Plant", em Proc. MEDSI'18, Paris, França, Jun. 2018, pp. 102-104. doi:10.18429/JACoW-MEDSI2018-TUPH30

Tabela 8: Cenários de comparação para a planta de liquefação de hélio das linhas de luz.

	PHASE I (RECOVERY)		PHASE II (LIQUEFACTION added)	
	Pros	Cons	Pros	Cons
1 (RF Cryoplant)	<ol style="list-style-type: none"> 1. Vibration and acoustic noise is placed far from SR and beamlines; 2. Machinery maintenance converges to the same place of the RF cavities cryoplant; 3. High availability of utilities. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Transferring high pressure cylinders requires load/unload of truck through the service tunnel; 2. Higher implantation cost with Cu/SS lines. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Vibration and acoustic noise is placed far from SR and beamlines; 2. Machinery maintenance converges to the same place of the RF cavities cryoplant; 3. High availability of utilities. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Transferring dewars requires load/unload of truck through the service tunnel or the combination of elevator and crane to cross the SR and reach the experimental hall; 2. Requires LN₂ transfer line to improve liquefaction efficiency.
2 (SR Utilities)	<ol style="list-style-type: none"> 1. High availability of utilities; 2. LN₂ availability. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Close to the SR, adding vibration and noise to 2. Crane manipulation required for transferring high pressure cylinders to the experimental hall to load/unload truck. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. High availability of utilities; 2. Eased access to LN₂ to improve liquefaction efficiency. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Close to the SR, adding vibration and noise to the surroundings; 2. Crane manipulation required for transferring dewars to the experimental hall.
3 (Exp. Hall)	<ol style="list-style-type: none"> 1. Eased logistics with cylinders 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Lack of utilities; 2. Civil work still needed; 3. Close to the beamlines, adding vibration and noise to the surroundings; 4. Reduces space for future laboratories. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Eased logistic with dewars. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Lack of utilities; 2. Civil work still needed; 3. Close to the beamlines, adding vibration and noise to the surroundings; 4. Reduces space for future laboratories; 5. Requires LN₂ transfer line to improve liquefaction efficiency.

Considerando que os números mostrados na seção anterior refletem um universo de 14 linhas de luz com alguma folga, parece razoável prever a duplicação da capacidade de recuperação/liquefação para a ocupação total do salão experimental, ou seja, 40 linhas de luz. Portanto, iniciar a operação recuperando 35.000 L/ano e esperando expandir para 70.000 L/ano se tornar um parâmetro do projeto. A utilização de pré-resfriamento com nitrogênio líquido na caixa fria pode promover essa melhoria de capacidade; aumentar o número de compressores e liquefatores também pode ser um caminho a percorrer. O primeiro também poderia aumentar a confiabilidade geral da usina e garantir o fornecimento de uma parte da instalação durante a manutenção ou emergências. A Figura 215 resume uma versão preliminar para os principais parâmetros do sistema.

SYSTEM PARAMETERS	PHASE I	PHASE II.A	PHASE II.B
Supplied Beamlines	20	20	40
Average LHe Consumption (L/week)	970	970	1.940
Peak LHe Consumption (L/week)	1.850	1.850	3700
Presumed He Losses (per cycle)		10%	
Recovery Ring Length (m)	330	330	660
Collection Lines Length (m)	0	0	0
Gas Bags Capacity (m ³)	20	20	40
Recovery Compressor (High Pressure)			
Operation Regime (h x day)		24 x 7	
Operation Duty Cycle (%)	50	50	50
Gas Outlet Pressure (barg)		200	
Flow Rate (Nm ³ /h)	17	17	34
Oil Removal System <i>to be defined</i>			
High Pressure Buffer			
Desired operation autonomy (days)		7	
Cylinders Capacity (m ³)		6	
Number of Cylinders	196	196	196
Liquefaction Compressor (Low Pressure)			
Operation Regime (h x day)		8 x 5	
Operation Duty Cycle (%)	100	100	100
Gas Outlet Pressure (barg)		30	
Flow Rate (Nm ³ /h)	9	9	17
Dryer/Purifier <i>to be defined</i>			
Cold Box			
Operation Regime (h x day)		8 x 5	
Operation Duty Cycle (%)	100	100	100
Flow Rate (Nm ³ /h)	24	24	49
Low Pressure Buffer			
Operation Pressure (bar)		30	
Desired operation autonomy (h)		1	
Cylinders Capacity (m ³)		6	
Number of Cylinders	16	16	32

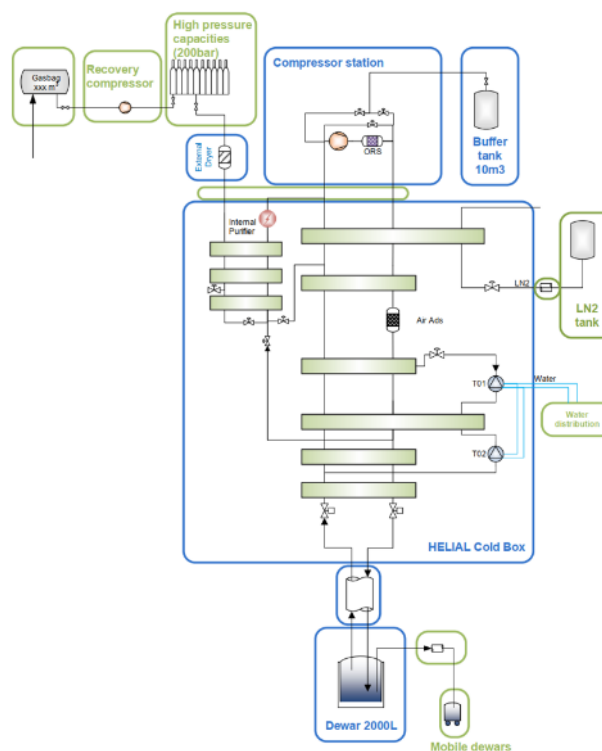


Figura 215: Esquerda: tabela resumindo os parâmetros preliminares de projeto para o sistema. Direito: diagrama da planta de recuperação/liquefação extraído da cotação orçamentária da Air Liquide.

Estimativa Orçamentária, Cronograma e Curso de Ação

Nos últimos meses, a equipe de linha de vigas da EMA obteve aconselhamento de Jon Betts, um ex-funcionário do Los Alamos National Lab. nos EUA e aumentou as opções de fornecedores e preços para os equipamentos pesados. Também ocorreu uma visita a uma fábrica de recuperação existente no Instituto de Física da Universidade Estadual de Campinas (IFGW/UNICAMP). Foram discutidos detalhes da construção, parâmetros operacionais e possíveis termos para um contrato de serviço de liquefação. Poderíamos construir uma estimativa preliminar de custos para o sistema através das fases propostas com base em tudo isso.

O sistema de recuperação, com o projeto já definido representado na Figura 216, recolhe o gás gerado nas linhas através de uma rede de tubulações de recuperação, instalada a partir do equipamento consumidor, transferindo o Hélio gasoso até balões acumuladores na sala de compressores. Os compressores, por sua vez, elevam a pressão do gás até 180 bar, que é armazenado em cilindros e/ou isomodulo, reduzindo consideravelmente o volume estocado. O isomodulo permite transportar grande quantidade de gás até empresas capazes de tratar e liquefazer o gás, fechando o ciclo de recuperação.

O consumo anual de Hélio líquido previsto, com cálculos mais apurados, nas instalações científicas da Fase I do Sirius é de aproximadamente 30.000 litros/ano, com custo projetado de aproximadamente R\$7M/ano, considerando aquisição de líquido. Com a implantação do sistema de recuperação de gás, contratando um fornecedor para purificação e liquefação, temos

a possibilidade de economizar até 65% do valor bruto do insumo implantado apenas a planta de recuperação de gás. Esse custo operacional resultante ainda pode ser significativamente reduzido por meio da implantação do processo de liquefação à planta.

No primeiro semestre de 2023 as equipes de infraestrutura farão a implantação da recuperação de gás, beneficiando imediatamente a operação das linhas EMA e SABIÁ, e futuramente IPÊ e SAPÉ, além de laboratórios. E em função do progresso na implantação e operação da planta criogênica que fornece Hélio para as cavidades supercondutoras de radiofrequência do anel, será avaliada a viabilidade de uni-la com a recuperação de gás, criando-se uma planta unificada capaz de atender tanto à operação das cavidades quando de linhas e laboratórios.

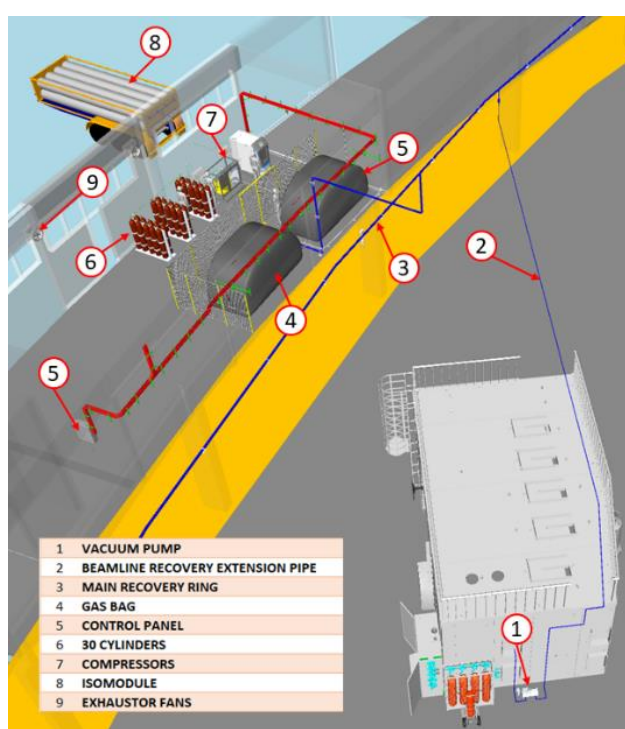


Figura 216: Sistema recuperação de Hélio gasoso.

Sistema de Coleta de Condensado

As instalações do Sirius são rigorosamente projetadas para evitar vibrações, por esse motivo o projeto da máquina (acelerador), conta com um piso de concreto especial sólido, sem infraestruturas enterradas, que poderiam interferir na estabilidade do piso. Tal situação impediu a criação de um sistema de dreno convencional embutido no concreto para equipamentos instalados no Hall. Por esse motivo, foi desenvolvido o projeto *Vacuum Condensate Collector System – VCCS*, com objetivo captar o condensado gerado pelos aparelhos de ar-condicionado das linhas de luz (HVAC) a partir de dispositivos de sucção a vácuo.

Formam essa infraestrutura os *skids* geradores de vácuo e tubulações de distribuição. Os *skids* representados na Figura 217, possuem um reservatório pulmão conectado a bombas

de vácuo do tipo garra, que por sua vez geram diferencial de pressão negativo suficiente para sugar o condensado produzidos pelas máquinas instaladas no hall experimental. Toda a transferência do líquido é feita por tubulações instaladas ao redor do prédio e com ramificações para cada linha. Próximo aos *fancoils* de cada cabana se faz necessário a instalação de válvulas diafragmas (Figura 217 - Direita) conectadas aos drenos dos equipamentos. Essas válvulas trabalham de forma autônoma, abrindo e fechando o fluxo, assim que ocorre acúmulo de condensado na entrada, utilizando pressão manométrica do acúmulo de líquido x pressão do vácuo na linha. A automação se encarrega de gerenciar as partidas e paradas das bombas, de acordo com a variação de pressão da linha, modulando a operação entre bomba 1 e 2 de forma automática, através do PLC dedicado. A implantação deste sistema foi totalmente concluída no último período de 2022.

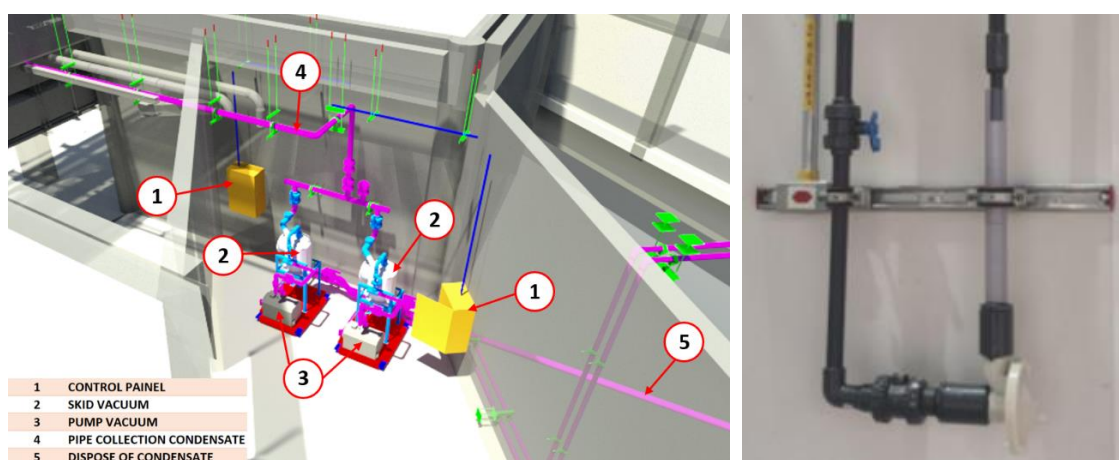


Figura 217: Esquerda - sistema coleta de condensado (sala de máquinas). Direita - Válvula diafragma de captação.

Infraestrutura para Gases Especiais

Com a demanda de utilização de gases especiais nas diferentes linhas de luz e questões de segurança associadas, se faz necessário desenvolver projetos integrados desses sistemas contemplando as demandas de todas as áreas envolvidas – científica, segurança, mecânica, automação etc. A equipe do Grupo de Infraestrutura de Linhas (ILL) foi escolhida para capitanear esse processo, assegurando o requisito das áreas e definindo padrões que permitam expansão e replicação com maior facilidade em novas instalações. Assim, está em desenvolvimento o projeto denominado *Standard Special Gas Distribution – SSGD*, que será a referência de instalação de infraestrutura de gases, abrangendo armazenamento, transferência e controle dos gases especiais que são consumidos nos experimentos ou componentes das linhas de luz.

O sistema consiste em um grupo de equipamentos e tubulações, montados ao redor da estação experimental. Formam essa infraestrutura os cilindros de gases, armários a prova de fogo, painel de bloqueio, painel *manifold* e exaustão, conforme demonstrado na Figura 218 (esquerda). O projeto se baseia nas recomendações de segurança e normatização relacionada ao manuseio de gases, de modo que encaminhamento das tubulações resulte o mais curto possível, além de possibilitar o bloqueio dos gases não utilizados, assim reduzindo riscos de incidentes. Armários, manifolds e setup experimental contam com pontos exaustão ligados ao exaustor do prédio, para expurgar gases e/ou resíduos voláteis. Na Figura 218 (direita) está

demonstrado o painel *manifold*, projetado e otimizado para concentrar todos os controladores mássicos e válvulas automáticas de processo, que por sua vez permitem a modulação e alinhamento de rotas/misturas de gás de forma remota, via IHM na sala de controle. Além disso, a automação intertrava operações consideradas não seguras e gera os alarmes relacionados aos componentes ou processos, conforme mapeamento de possibilidades apontados no estudo *Failure Mode and Effect Analysis - FMEA*, tudo de forma automática através de PLC dedicado instalado na linha.

A instalação associada à linha PAINEIRA (piloto) tem previsão de comissionamento até abril/23. Atualmente a etapa de projeto está bastante avançada e a fase aquisições/fabricação está sendo iniciada. Em seguida a linha QUATI será equipada com sistema análogo.

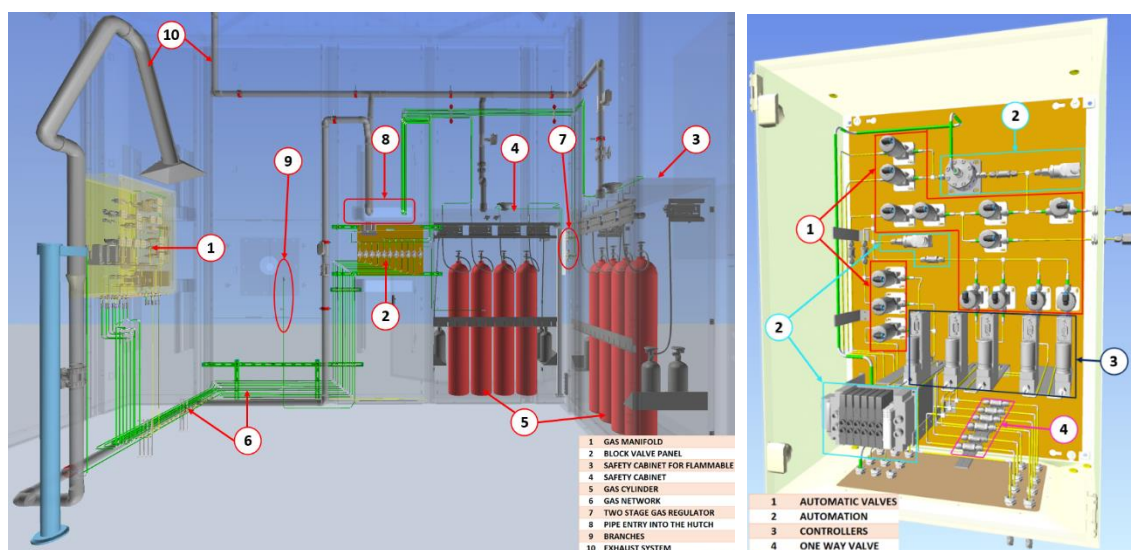


Figura 218: Esquerda – visão geral do sistema gases especiais da linha PAINEIRA. Direita – detalhes do manifold.

Supervisório Geral das Instalações Científicas

Com o crescimento do número de instalações em comissionamento e operação as equipes de engenharia necessitam de ferramentas adequadas para monitorar o estado de funcionamento dos subsistemas e atuar rápida e assertivamente em casos de manutenção corretiva. Neste semestre iniciamos a implantação do *Beamline Monitoring System*⁴⁹ (BMS) que tem como objetivo apresentar de forma unificada o estado operacional de linhas de luz, laboratórios e seus subsistemas.

O BMS permite que além da visão simplificada dos subsistemas o usuário tenha acesso rápido a uma visualização gráfica dos dados históricos das principais variáveis relacionadas ao processo e ao registro de eventos de falha. A tela de visão geral compila os estados de cada cabana, linha de luz e subsistema (Figura 219). Com essas informações, indicadores do tipo *KPI* (*Key Performance Indicator*) podem ser gerados para analisar a disponibilidade das instalações e orientar as equipes ao indicar onde devem ser priorizadas as atividades de manutenção e

⁴⁹ L. C. Arruda et al., “Supervisory System for the Sirius’ Scientific Facilities,” in Proc. of ICALEPCS2021, doi: 10.18429/JACoW-ICALEPCS2021-THPV001.

melhorias. Os subsistemas analisados pelo supervisor consistem no sistema de proteção pessoal, sistema de proteção de equipamentos, componentes ópticos das linhas, sistema de coleta de condensado, HVAC (*Heating, Ventilation, and Air Conditioning*), sistemas criogênicos, distribuição de energia elétrica, vácuo, sistema de gases e utilidades.

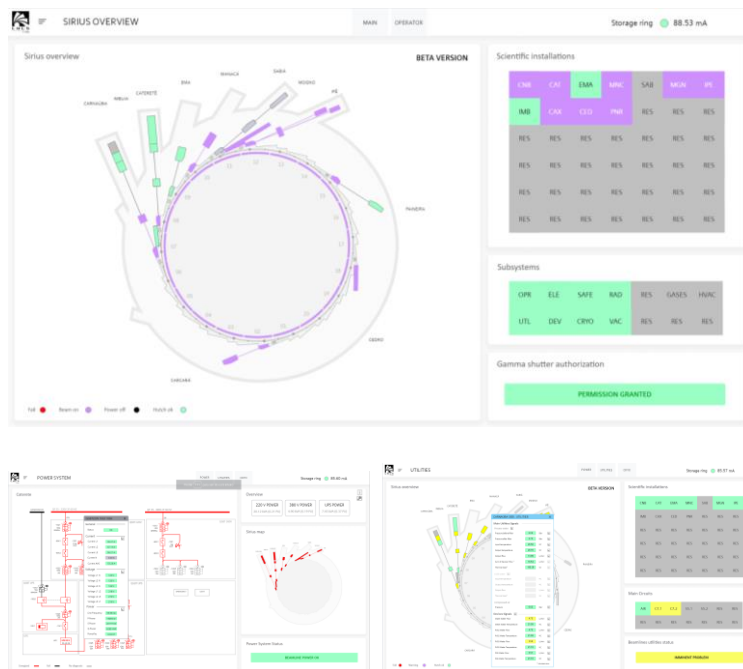


Figura 219: Superior - Tela geral em sua versão beta disponibilizando informações do SIRIUS em tempo real. Inferior-esquerda: monitoramento do sistema de utilidades elétricas da linha de luz CATERETÊ. Inferior-direita: monitoramento geral de utilidades mecânicas.

Atualmente uma empresa contratada para o desenvolvimento das telas, conforme as especificações e modelos desenvolvidos pelo LNLS, trabalha para entregar todos os subsistemas ainda no primeiro trimestre. O BMS associado ao sistema de chamados técnicos serão as principais ferramentas de apoio às equipes técnicas do LNLS para o atendimento de ocorrências de operação e 2023, ano que marca o início formal da operação do Sirius para usuários.

Descomissionamento das Linhas de Luz do Anel UVX

A partir de maio de 2021 intensificamos a desmontagem técnica e remanejamento de equipamentos das instalações científicas presentes no prédio do antigo anel UVX. Empresas especializadas foram recrutadas para desmontar essas instalações, segmentando os diversos componentes e subsistemas presentes no local para reaproveitamento em novas instalações do CNPEM, em outras instituições de ensino e pesquisa, para venda por meio de chamadas públicas ou mesmo sucateamento de alguns materiais e equipamentos. Chegamos ao final de 2021 com as antigas linhas de luz e laboratórios de apoio predominantemente desmontados e itens de maior valor agregado realocados no Sirius.

Ao longo de 2022 foram conduzidos diversos processos de venda de sucata oriunda das instalações científicas – metais, equipamentos eletrônicos antigos e cabeamento. No segundo semestre as equipes internas seguiram com a movimentação dos equipamentos de grande porte

e desmontagem de componentes ópticos restantes, transportando todos os itens restantes ao Sirius (Figura 220). No início de 2023 o processo de triagem de todos os itens será concluído e ao longo do ano a etapa final de destinação será executada – direcionamento itens a outros setores do CNPEM, promovendo a venda para instituições externas/empresas interessadas, doando a instituições de ensino/pesquisa e, por fim, sucateando o que restar.

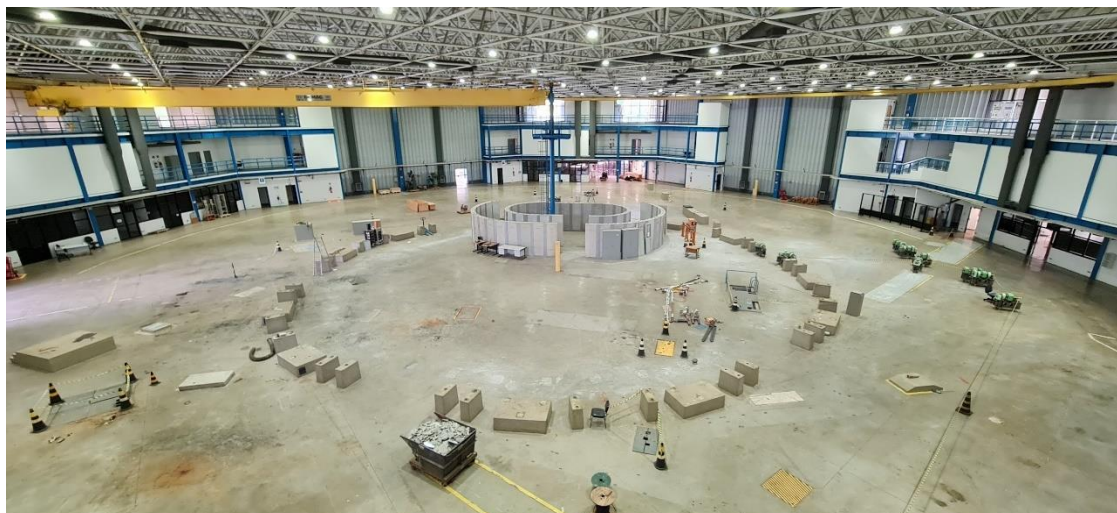


Figura 220: Evolução 2019-2022 da desmontagem das linhas de luz do anel UVX. Topo: estado da desmontagem de dezembro de 2022. Inferior-esquerda: em dezembro de 2021. Inferior-direita: ao final da operação para usuários em 2019.

Melhorias Técnicas

Embora o projeto Sirius ainda esteja concluindo a sua primeira fase e vários dos subsistemas foram recentemente instalados, já são várias as melhorias identificadas e o processo de constante atualização e melhoria de robustez de operação continua em várias frentes de trabalho. As melhorias técnicas desenvolvidas têm o foco de elevar a qualidade do padrão das atividades de engenharia ligadas a construção dos equipamentos, tornar os processos de gestão dessas atividades mais eficientes e aumentar a segurança operacional. Todas as atividades do período estão descritas a seguir.

Avaliação de Segurança dos Equipamentos e Instalações das Linhas de Luz

Com o avanço das instalações das linhas de luz e a entrada em operação dos mais diversos equipamentos, iniciamos nesse semestre análise de segurança dos equipamentos que

consiste na elaboração de relatórios de apreciação de risco conforme normas regulamentadoras vigentes e demais normas brasileiras e internacionais aplicáveis. Os relatórios têm como intuito levantar pontos de possíveis riscos à saúde dos colaboradores envolvidos na operação dos equipamentos. Entre os perigos podemos citar riscos de exposição à radiação, acidentes com eletricidade, ergonomia, esmagamento, além de questões relacionadas a sinalização dos equipamentos.

A análise se baseia na quantificação do risco antes e depois da aplicação das medidas corretivas, a metodologia utilizada é o HRN (*Hazard Rating Number*) que utiliza características de probabilidade de ocorrência, frequência de exposição, perda máxima provável e número de pessoas expostas ao risco para o cálculo no nível de perigo Figura 221. Outras ferramentas como FMEA (*Failure Mode and Effect Analysis*) e entrevistas técnicas também foram utilizadas para compor o relatório baseado na norma NBR ISO-12.100:2013 e a norma regulamentadora de segurança de máquinas NR-12. A análise foi conduzida por consultoria especializada e a primeira versão do relatório foi apresentada bem como a anotação de responsabilidade técnica recolhida. No próximo semestre será realizada a avaliação do relatório junto das equipes técnicas responsáveis pelos subsistemas e possíveis revisões de projeto e adequações serão discutidas.



Tabela B1 NBR-ISO 12100		Tipos / Grupos Perigo	Origem	Políticas Consequências
		MECÂNICOS	SUPERFÍCIE ASPIRA, ESCORREGADIA	ESCORREGAMENTO, TROPÊÇO E QUEDA
2.12	Iluminação de emergência		Modo:	Trabalho Normal
Avaliação inicial do perigo (HRNI)			Nível do risco: Baixo, mas relevante	
Iluminação de emergência		<p>Outras situações de risco que poderão contribuir para a ocorrência de acidentes:</p> <p>RISCO DO DEFEITO ENCONTRADO</p> <p>No caso de uma queda repentina de energia elétrica, poderá (caso não esteja contemplado no processo e ou correto uso de fonte de energia auxiliar ou correto procedimento) o blackout total de iluminação dentro da cabana acarretando assim riscos de tropeços e quedas, gerando riscos adicionais.</p>		
RISCO: ACIDENTE				
Probabilidade (PO):	Provável - Não é surpresa	8		
Frequência da Exposição (FE):	Semaislante	1,5		
Perda máxima provável (DPH):	Fratura de ossos maiores ou doença grave (temporária)	4		
Número de pessoas expostas (NP):	1-2 pessoas	1		
Nível de perigo (HRNI):		48		
Medidas corretivas para redução do risco		Referências		
<p>Devem ser adotadas medidas adicionais de mitigação dos riscos gerados por uma possível falta de iluminação dentro das cabanas com medidas que reduzam significativamente os riscos, como iluminação de emergência (lâmpadas de emergência) iluminadas por energia sobressalente (UPS, gerador, etc.) sinalização fluorescente, procedimentos seguros de correta saída das cabanas mantendo a calma e com uso de antenas pessoais.</p>		NR-12 NR-17		
Avaliação final do perigo (HRNF)			Nível do risco: Insignificante	
Probabilidade (PO):	Quase impossível, Sob Circunstâncias Extremas	0,033		
Frequência da Exposição (FE):	Semaislante	1,5		
Perda máxima provável (DPH):	Fratura de ossos maiores ou doença grave (temporária)	4		
Número de pessoas expostas (NP):	1-2 pessoas	1		
Nível de perigo (HRNF):		0,198		

Figura 221: Exemplo de análise de perigo com a metodologia HRN.

Sistema de Rastreabilidade para Procedimento de Procura

A fim de garantir a segurança pessoal nas linhas de luz do Sirius, foi implantado o procedimento de procura que consiste na verificação da ausência de pessoas dentro das cabanas antes de sua liberação de seu. Neste ano foi projetado e testado, em forma piloto, o sistema de rastreabilidade. Esse sistema permite, além de rastrear o usuário que efetuou o procedimento de procura e o uso das linhas, restringir sua utilização apenas a pessoas treinadas e autorizadas pelo Grupo de Proteção Radiológica (RAD) do CNPEM.

Vale destacar que a necessidade de adotar um sistema capaz de gerar históricos quanto ao procedimento de procura vinculando ao usuário das instalações sujeitas a controle radiológico atende às recomendações da Autoridade Nacional de Segurança Nuclear (ANSN). No

ano de 2022, o plano de radioproteção entregue à ANSN foi aprovado e, com isso, obteve-se a licença de operação do Sirius. Portanto, as premissas de segurança radiológica da instalação estão de acordo com o preconizado em normas de radioproteção do país, com destaque para o sistema de intertravamento desenvolvido.

O sistema é composto por um leitor de cartão RFID, conectado ao sistema de proteção pessoal em cada uma das cabanas das linhas de luz. Cada usuário autorizado recebe um cartão que, entre outros dados, possui a identificação do usuário, a validade do treinamento e em quais linhas o usuário é habilitado. Ao iniciar o procedimento de procura, o usuário deve se identificar utilizando o leitor posicionado no painel de comando da linha Figura 222 para que seja liberado a concluir o procedimento e utilizar a instalação.

A fim de monitorar os dados obtidos do sistema de rastreabilidade, um sistema web foi desenvolvido para exibição dos dados Figura 223. O acesso à página é restrito aos Grupos IEA e RAD, onde poderão acompanhar e coletar histórico do procedimento de procura de todas as linhas de luz do Sirius. O sistema de rastreabilidade foi implementado de forma piloto na linha de luz MANACÁ no período de 15/07 a 05/09/22. A previsão é de que ele tenha sua implementação concluída em todas as linhas de luz no primeiro semestre de 2023.

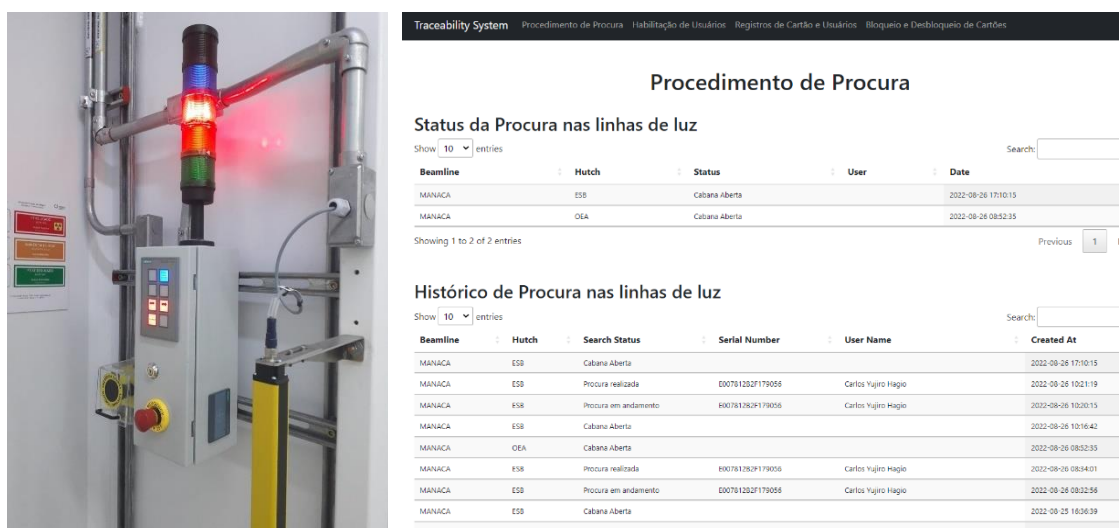


Figura 222: Esquerda - Leitor de cartão instalado na linha MANACÁ. Direita: Interface de monitoramento do sistema.

Espelhos Criogênicos

As linhas de luz CARNAÚBA e CATERETÊ contam com espelhos e monocromadores com refrigeração criogênica limitando as deformações de suas superfícies em até 10 nm RMS e atendendo a estabilidade angular abaixo de 50 nrad RMS. No entanto, desde o início de suas operações em novembro de 2020, o sistema de abastecimento de nitrogênio líquido e criostatos apresentam instabilidades de pressão e fluxo que levam a alterações nas temperaturas dos elementos ópticos e, conseqüentemente, na estabilidade dos feixes que atingem as estações experimentais destas linhas, por vezes, ocasionando distúrbios não passíveis de compensação que atrasam a realização de alguns experimentos.

Tomando o sistema de espelho M1 da CARNAÚBA como exemplo, a Figura 223 ilustra duas das disfunções recorrentes nos últimos anos (curvas ‘Antes’): flutuação de temperatura no sistema de espelhos ao longo de um dia e a variação angular do sistema decorrente do aumento de temperatura.

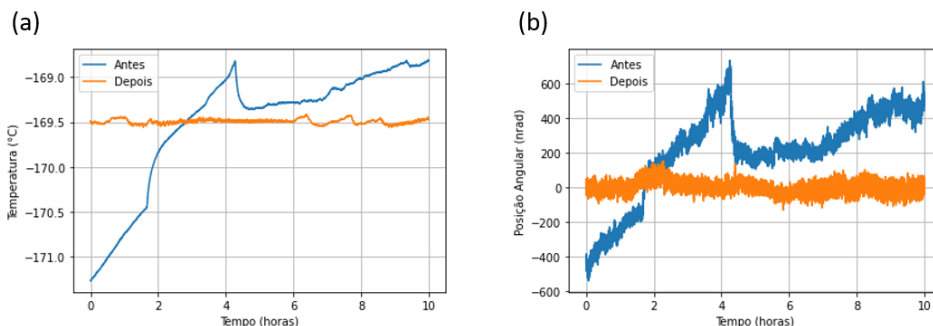


Figura 223: M1 da linha CARNAÚNA - (a) Temperatura de um dos sensores do sistema criogênico antes e depois da instalação linha de alimentação motorizada; (b) Posição angular do sistema de espelhos antes e depois da instalação da mesma linha de alimentação.

Foi realizada uma investigação mais detalhada do comportamento deste sistema de espelho através do monitoramento de sinais de controle de temperatura e estabilidade do feixe em busca de correlações com as flutuações presentes no sistema de transferência de LN₂, bem como nova caracterização do criostato em bancada sujeito a controle de vazão com válvula pilotada. Duas soluções foram propostas para a mitigação do problema: a substituição do *dewar* interno por um separador de fases e a substituição da linha de transferência existente com controle de vazão manual por uma versão motorizada para atuação sobre a vazão entregue ao criostato.

Para a primeira solução, testes *in loco* com um separador de fases do antigo anel UVX estão em preparação e estão previstos para o primeiro trimestre de 2023. Quanto à segunda solução, foi realizada a substituição da linha de alimentação passiva Janis FHT pela versão motorizada CryoVac L-2034, e testes realizados, resultando na redução na amplitude das variações de temperatura em 95% ao longo de 10 horas, assim como na redução de movimentação do feixe em 80% no ponto de observação, conforme resultados antes/depois apresentados na Figura 223. Devido a esses bons resultados, um equipamento similar será adquirido e incorporado aos sistemas mais sensíveis. Resultados dos testes com o separador de fase são esperados, assim como a evolução do comportamento dos demais sistemas sob refrigeração criogênica com a anel operando em modo Top-up em 2023. Esse conjunto de resultados determinará qual a melhoria mais adequada a ser adotada para cada um dos componentes ópticos criogênicos das linhas CARNAÚBA e CATERETÊ.

Os sistemas de refrigeração criogênica dos monocromadores de 4 difrações (4CM) em uso nas linhas CARNAÚBA e CATERETÊ passaram por um projeto de melhorias para atingir a estabilidade especificado abaixo de 50 nrad RMS (entre 1 Hz e 2.5 kHz). O sistema de refrigeração mostrou problemas de estabilidade durante os processos de injeção e refill de nitrogênio líquido. A causa da instabilidade na CARNAÚBA era uma variação na rigidez das cordoalhas do sistema de refrigeração, o que motivou um estudo do torque aplicado por elas, porém se tratava de uma resistência de um dos estágios rotativos, solucionada com uma mudança de parâmetros de controle.

No 4CM da linha CARNAÚBA foi trocada a máscara entre os cristais tipo *channel-cut* a fim de aumentar sua abertura, permitindo a operação em baixas energias (altos ângulos). Após a intervenção realizada não houve perdas nas calibrações ao longo de todo o intervalo de energia. Sugere-se, no entanto, uma inspeção na lubrificação desse estágio durante a próxima intervenção, que se dará em 2023, junto do refinamento do controle de temperatura dos conjuntos e da substituição dos cristais por uma versão com parâmetros de superfície aprimorados, que permitirá que a estação TARUMÃ atinja seu tamanho de foco previsto em projeto.

O 4CM da linha CATERETÊ estava sendo mantido fora de operação devido à contaminação na superfície do primeiro cristal. Neste período foi realizada uma intervenção para substituição do cristal contaminado e para melhorias no controle de temperatura (Figura 224a-b), objetivando a preservação de propriedades do feixe. Todavia, durante a retomada da operacionalização, notou-se que a posição do feixe se desloca ao longo do tempo (10 $\mu\text{m}/\text{h}$ na horizontal e 6 $\mu\text{m}/\text{h}$ na vertical) na posição da amostra (Figura 224c) devido a alguma instabilidade introduzida pelo monocromador, comportamento este que se encontra em fase de estudo para identificação da causa raiz, definição de novos procedimentos de operação e adoção de contramedidas.

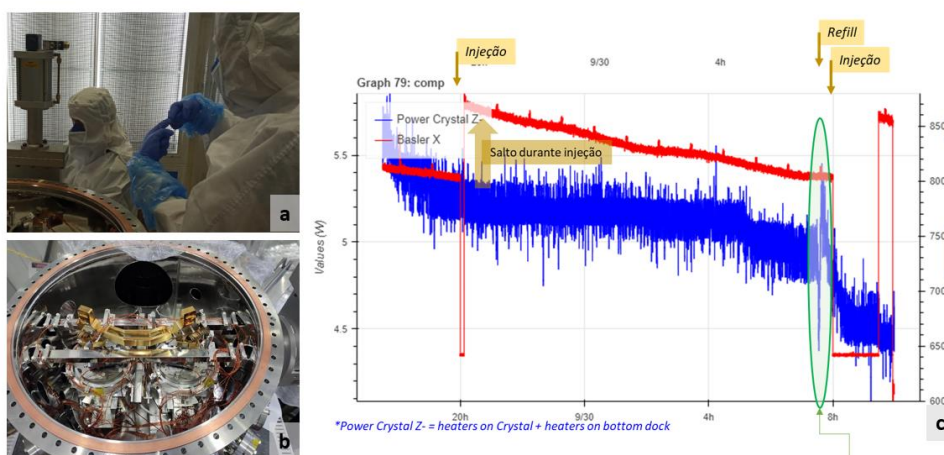


Figura 224: (a, b) Intervenção na câmara do 4CM da linha CATERETÊ; (c) Estudo de relações entre variação na posição do feixe (em azul) com outras grandezas da linha, como potência gerada pelo aquecedor de um dos cristais (azul).

Contaminação de Superfícies – Análise, Limpeza e Prevenção

Contaminações nas superfícies óptica podem alterar as propriedades do feixe síncrotron (intensidade, polarização, coerência, resolução de energia) limitando ou até impedindo experimentos nas linhas de luz. Podemos classificar o tipo de contaminação em: (a) partículas (poeira) do ar aderindo na superfície; (b) material depositado por irradiação ou condição térmica anormal; (c) contaminação por Carbono.

Especialmente as ópticas do antigo síncrotron UVX a serem reutilizados no SIRIUS possuem poeira na superfície. Foi desenvolvido e aplicado um protocolo de inspeção para todas ópticas (novos e antigos) e um procedimento de limpeza se necessário. Usamos a lâmpada Hammer da ZEISS (luz branca intensa) para inspeção visual da superfície óptica, que fica documentado por fotos e vídeo. Depois o componente é inspecionado por um interferômetro Fizeau, que determina a existência de arranhões ou inconsistências nos parâmetros superficiais. Para limpeza dessas superfícies, um procedimento executado em uma sala limpa do LNNano também foi desenvolvido - água pura e deionizada, diferentes solventes como acetona ou álcool metílico escorram lentamente sobre a superfície inclinada do componente, depois Nitrogênio gasoso ultrapuro é soprado lateralmente sobre superfície para secagem. A Figura 225 mostra o cristal do monocromador da linha PAINEIRA limpo com sucesso com esse método.

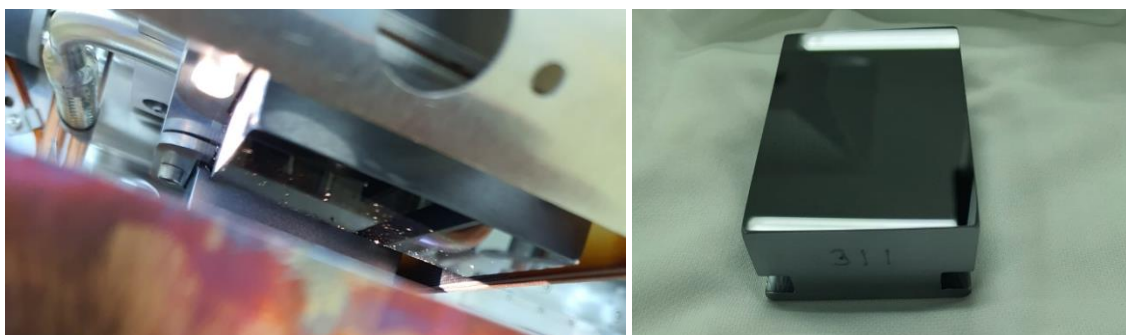


Figura 225: Esquerda – Superfície do cristal do monocromador da linha XDS do anel do UVX apresentando contaminação por particulado. Direita – o mesmo cristal após procedimento de limpeza, antes de ser reinstalado na linha PAINEIRA.

Outro exemplo - um problema térmico com a máscara no monocromador 4CM da linha CATERETÊ causou a deposição de um material ainda não identificado sobre a superfície de um de seus cristais. A limpeza com plasma de Oxigênio não obteve êxito. Para viabilizar a operação da linha, usamos o monocromador numa posição vertical diferente para fugir à área contaminada. Este cristal foi substituído em outubro e linha planeja retomar sua operação com feixe monocromático. O projeto da máscara foi revisitado e uma nova construída e instalada em conjunto com o novo cristal. Uma análise química da contaminação deverá ser realizada em 2023.

Na faixa de raios-X moles, a contaminação por Carbono na ótica causa perdas significativas de intensidade (Figura 226b), alteração de polarização da luz e espalhamento do feixe. Isso impede o uso da espectroscopia de absorção e técnicas de imagens. Para resolver o problema trabalhamos em 3 frentes: (a) a remoção da camada de Carbono com técnica *in situ*; (b) a análise quantitativa das camadas de Carbono nas ópticas; e (c) desenvolvimento de processos e técnicas para minimizar a contaminação de Carbono.

Na linha de luz do IPÊ observa-se claramente uma região escura onde o feixe atingiu o recobrimento de Ouro (Figura 226a). Foi adotado o método de limpeza *in situ* pelo gás Oxigênio. As Figura 226 c e d mostram o esquema do sistema de fornecimento de O₂ com pressão parcial de 1E-6 mbar e o sistema instalado no espelho M1 e no monocromador PGM. A pressão parcial de Oxigênio e o espectro de gás residual dentro da câmara M1 são monitorados. A remoção de Carbono deveria remover a faixa escura no centro de espelho, mas não observamos uma alteração dessa região visualmente, nem um aumento da intensidade do feixe. A causa disso pode ser uma espessura da camada de carbono maior do que previsto. O processo de limpeza é lento e necessita de feixe de luz síncrotron mais intenso na faixa de ultravioleta. Um processo alternativo é a remoção do carbono por um plasma HF (operando *in situ* sem feixe) conforme implementado no HZB⁵⁰ (Berlin, Alemanha). Os responsáveis na HZB estão dispostos a nos ajudar e iremos implementar o sistema nas ópticas da linha IPÊ no começo do 2023.

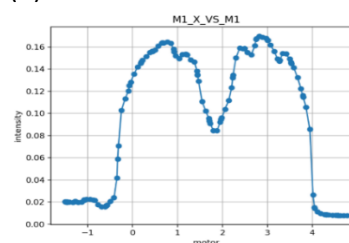
O impacto de contaminação de Carbono nos parâmetros do feixe pode ser analisado pelo perfil de intensidade do feixe após cada elemento óptico ao longo da linha e pelo espectro em torno da borda do Carbono (284 eV).

Para minimizar a contaminação por Carbono desde o início deve ser feito a implementação dos protocolos rígidos para fabricação de peças, limpeza e montagem dos sistemas de espelho e monocromador. Por exemplo, a superfície do espelho não deve ter visada direta a peças feitas de aço inox⁵¹. Ainda, o Grupo de Vácuo (VAC) realizou testes de contaminação por Carbono introduzida por luvas utilizadas em montagens para ultra-alto vácuo - o material que resultou em menor nível de contaminação de Carbono foi Polietileno. Em consequência disso adotamos esse novo padrão em nossas operações após essa constatação. Os processos da fabricação, limpeza e montagem seguem em constante escrutínio dentro das equipes a fim de melhorar condutas que levem a menor risco de contaminação.

(a)



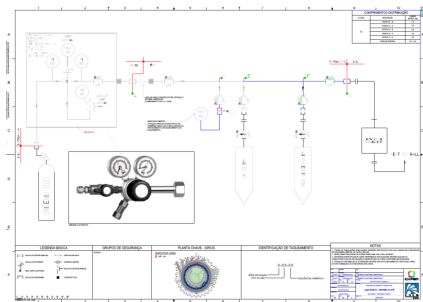
(b)



⁵⁰ F. Eggenstein, et al., "Investigation of HF-plasma-treated soft x-ray optical elements," Proc. SPIE 10385, Advances in Metrology for X-Ray and EUV Optics VII, 1038505 (7 September 2017); <https://doi.org/10.1117/12.2272967>.

⁵¹ H. Ohashi, et al., "Development of contamination-free x-ray optics for next-generation light sources", AIP Conference Proceedings 1741, 040023 (2016); <https://doi.org/10.1063/1.4952895>.

(c)



(d)

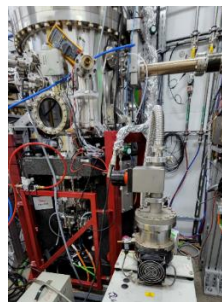


Figura 226: (a, b) Faixa de Carbono no IPE-M1 provocando queda de intensidade na região central. (c) Esquema de sistema de injeção de O₂. (d) Sistema de O₂ instalado no IPE-M1.

Apoio à geração de inovação

Em 2022 o LNLS apoiou os esforços de inovação do setor produtivo através do fechamento de uma nova colaboração com uma grande empresa do setor de óleo e gás Equinor, que permitirá análises por tomografia de raios-x para medidas *in situ* de amostras de rocha em condição de reservatório, através do uso de uma das linhas de luz do Sirius. Além disso, também deu continuidade em dois projetos iniciados em 2021 com a Petrobrás, conforme será descrito a seguir.

O LNLS também contribuiu para a geração de novas tecnologias com potencial aplicação industrial, por meio de uma extensão de proteção internacional via PCT, número PCT/BR2022/050085, da tecnologia “Bobina elétrica e processo de fabricação de bobina elétrica” já depositada em 2021 sob o número de depósito no INPI BR102021004761-5. Adicionalmente, o pedido PCT/BR2019/050526 intitulado “Dispositivo de compressão, processo de compressão, método de produção de materiais sintéticos e método de caracterização de amostra”, depositado em 2019 via PCT, entrou em fases nacionais em 2022 no Brasil, através do INPI, Europa e Estados Unidos sob os números BR 112022011048-0, EP19955272.0 e US17/782,579, respectivamente.

Caracterização Ultrarrápida e Acurada de Reservatórios

No final de 2021, o CNPEM/LNLS iniciou dois projetos em colaboração com a empresa Petrobras: um de Infraestrutura e outro de Pesquisa e Desenvolvimento (P&D), ambos com duração de dois anos. O objetivo do projeto de Infraestrutura é a construção de umas das estações experimentais da linha Mogno, na qual serão realizadas medidas de tomografia de raios X com resolução micro e sub-micrométricas. O projeto de P&D prevê o uso dessa microestação para a análise de cerca de 500 amostras de rocha reservatório de petróleo, em diferentes condições experimentais, através da técnica de micro e nanotomografia de raios X.

Atualmente, na frente de Infraestrutura, diversos itens comerciais já foram entregues e estão sendo testados e validados, como braço robótico para o sistema de high throughput e o macroscópio, para o aumento do campo de visão da linha de luz Mogno. A microestação segue em processo de design, de alguns componentes críticos, como o pórtico da microestação, enquanto outras peças estão sendo compradas, como a base de granitos de 30 metros.

Concomitantemente, na frente de P&D, dados de tomografia de raios X fornecidos pela Petrobras, referentes a algumas das amostras que serão posteriormente imageadas com maior resolução na linha de luz Mogno, foram segmentados utilizando diferentes métodos de segmentação de textura, implementados dentro do projeto de P&D. Como exemplo de resultado (Figura 227), temos uma amostra reconstruída (A) e segmentada usando: (B) um método supervisionado; (C) um método não supervisionado com base no filtro de Gabor e (D) um método não supervisionado com distribuição de *features*.

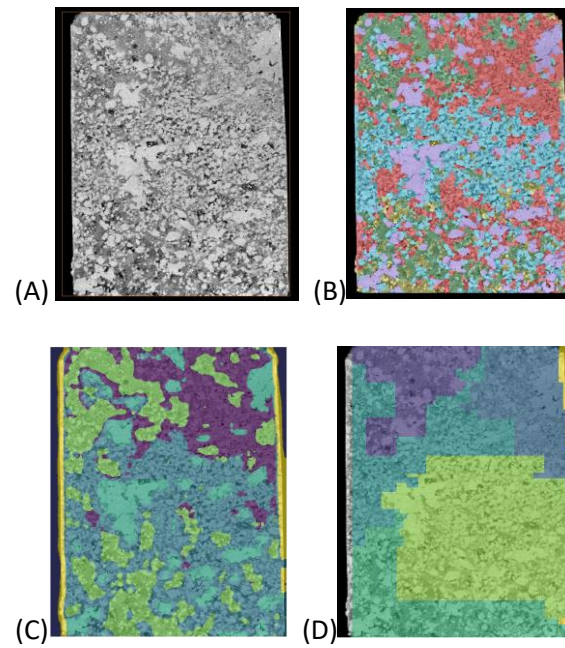


Figura 227 Comparação dos resultados de segmentação de um dado de tomografia de raios X cedida pela Petrobras para iniciar os testes.

Com o início do comissionamento técnico da nanoestação da Mogno, realizamos a primeira medida de microtomografia de raios X com uma amostra cedida pela Petrobras (Figura 228).

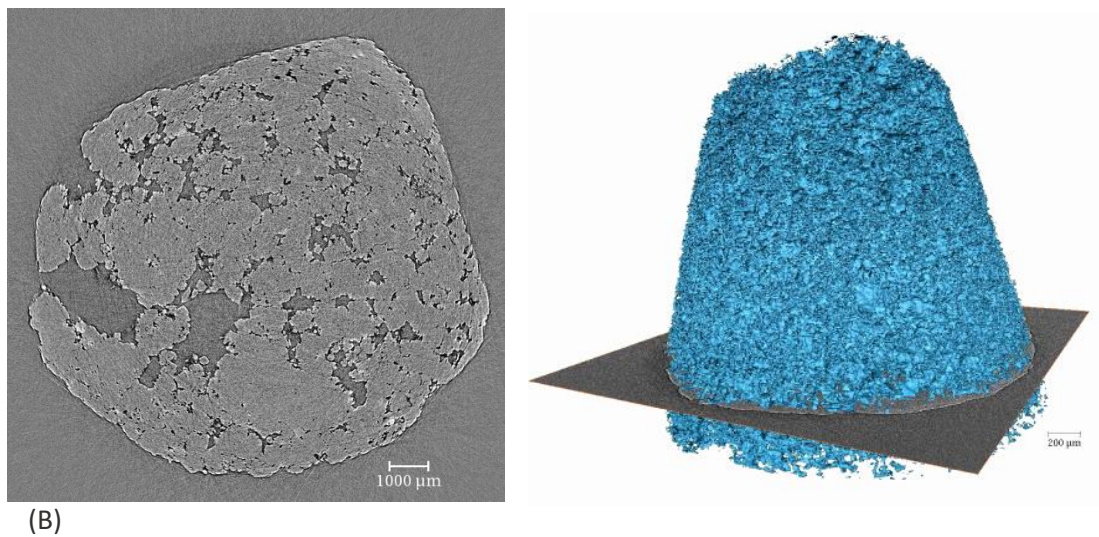


Figura 228 Primeiro resultado de microtomografia com uma amostra de rocha carbonática cedida pela Petrobras para a realização desse projeto. Em (A) temos um corte XY da imagem reconstruída e em (B) temos a renderização do espaço poroso em azul

2. Laboratório Nacional de Biociências

Programa de Usuários Externos

Laboratório de Espectrometria de Massas – MAS

O Laboratório de Espectrometria de Massas (MAS) oferece excelente infraestrutura em espectrometria de massas dedicada a análises de proteômica de sistemas biológicos complexos fornecendo suporte aos seus usuários não apenas no delineamento experimental, preparo de amostras e execução de experimentos, como também na análise de dados. As principais técnicas disponibilizadas nesta unidade incluem análises de identificação de proteínas em misturas simples e complexas, identificação de peptídeos e proteínas em larga escala, identificação de parceiros de interação, identificação de modificações pós-tradicionais em proteínas e análises de complexos de proteínas visando mapeamento de interfaces de interação. Além disso, o MAS continuamente aplica e desenvolve novas metodologias de preparo de amostras e análise de dados.

Entre as melhorias realizadas no laboratório em 2022, destaca-se a finalização da instalação e início da operação do espectrômetro de massas Orbitrap Exploris 240, Thermo Scientific, acoplado ao sistema de cromatografia líquida EASY-nLC™ 1200, Thermo Scientific (Figura 229), que permitirá realizar experimentos de proteômica no estado da arte.

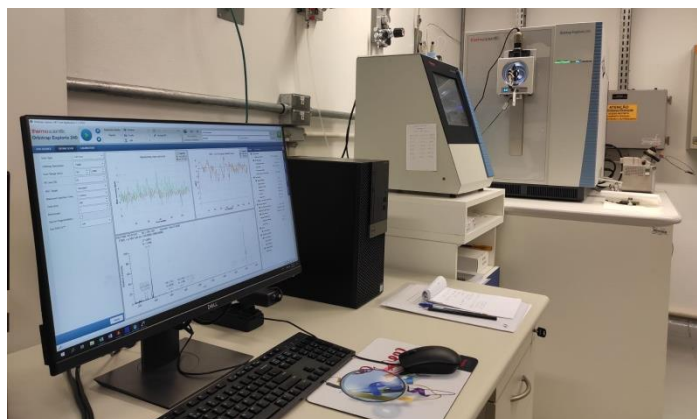


Figura 229 . Equipamento Orbitrap Exploris 240, Thermo Scientific, acoplado ao sistema de cromatografia líquida EASY-nLC™ 1200, Thermo Scientific.

Além disso, por meio de uma parceria entre o LNBio e a empresa Agilent, foram concluídas as etapas de instalação e início da operação, em regime de comodato, do espectrômetro 6545XT AdvanceBio LC/Q-TOF, acoplado ao sistema de cromatografia líquida Infinity II, Agilent (Figura 230), o qual oferece outras opções de análise em proteômica.



Figura 230 - Equipamento Agilent 6545XT AdvanceBio LC/Q-TOF, acoplado ao sistema de cromatografia líquida Infinity II.

Outro destaque deste ano foi o desenvolvimento e otimização de métodos de aquisição dependente de dados (DDA) e monitoramento de reações paralelas (PRM) utilizando o equipamento Orbitrap Exploris 240. Também foram desenvolvidos métodos de preparo de amostras complexas para enriquecimento de peptídeos ubiquitinados, análise conformacional por proteólise limitada, estabilidade térmica de proteínas, análise de interação proteína-proteína, fracionamento de complexos proteicos e preparo de amostras de vesículas extracelulares.

Com respeito à produção científica dos usuários beneficiários da instalação MAS em 2022, destacam-se os artigos publicados nas revistas *Oral Diseases*⁵², *iScience*⁵³, *SLAS Discovery*⁵⁴, *Journal of Proteomics*⁵⁵, *Green Chemistry*⁵⁶ and *Nature Communications*⁵⁷.

Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear – RMN

O Laboratório de Ressonância Magnética Nuclear (RMN) opera atualmente com dois espectrômetros Varian/Agilent de 500 e 600 MHz equipados com sondas de ressonância tripla, as quais permitem a realização de experimentos de duas e três dimensões para detecção de hidrogênio (¹H), nitrogênio (¹⁵N) e carbono (¹³C) em proteínas, peptídeos e pequenas moléculas. O laboratório atende usuários que buscam determinar a estrutura atômica e a dinâmica de proteínas em solução, caracterizar interações proteínas-ligantes, obter perfis metabólicos e caracterizar pequenas moléculas, sejam elas sintéticas ou derivadas de produtos naturais. Em função da alta demanda por análises de metabolômica e interação de proteínas com pequenos ligantes, o laboratório vem desenvolvendo novos protocolos de preparo de

⁵² de Lima-Souza et al. (2021) *Oral Dis.* doi: 10.1111/odi.14102.

⁵³ Amorim Neto et al. (2022) *iScience* 11;25(3):103908. doi: 10.1016/j.isci.2022.103908

⁵⁴ Avelino et al (2022) *SLAS Discov.* 27(3):167-174. doi: 10.1016/j.slasd.2021.10.013

⁵⁵ Zandonadi et al. (2022) *J Proteomics.* 15;254:104474. doi: 10.1016/j.jprot.2021.104474. Epub 2022 Jan 3. Erratum in: *J Proteomics.* 2022 Apr 30;258:104531

⁵⁶ Cairo et al. (2022) *Green Chemistry* DOI: 10.1039/D1GC04519A

⁵⁷ Busso-Lopes et al (2022) *Nat Commun.* 7;13(1):6725. doi: 10.1038/s41467-022-34407-1

amostras e aquisição de dados de RMN dedicados a experimentos de perfil metabólico que se adequam às necessidades dos usuários. Este ano, a equipe do laboratório de RMN desenvolveu um novo protocolo de extração e avaliação do perfil metabólico de esferoides tumorais de tecido mamário humano em contraposição à metodologia clássica, explorando um modelo biológico mais compatível com o modelo animal, e resguardando assim o uso de animais de experimentação às fases mais avançadas de estudos *in vivo*. Também foram realizadas melhorias no formulário de submissão das propostas de pesquisa pelo novo portal de usuários ‘SAU Online’.

Como destaque ao trabalho realizado por usuários do RMN em 2022, ressaltam-se os artigos científicos publicados nas revistas *Scientific Reports*⁵⁸, *Cancers*⁵⁹ e *Nature Communications*⁶⁰.

Laboratório de Cristalização de Proteínas – ROBOLAB

No Laboratório de Cristalização de Proteínas (ROBOLAB) são executadas todas as etapas do processo de cristalização de proteínas, incluindo o preparo de soluções matrizes, montagem de placas de cristalização, triagens das condições de cristalização em larga escala, refinamento e registro da formação de cristais, sendo que a maioria desses procedimentos é realizada de forma automatizada. Além disso, o ROBOLAB disponibiliza um sistema de visualização de cristais que pode ser acessado remotamente pelo usuário para acompanhamento dos experimentos de cristalização. Como principais melhorias realizadas no ROBOLAB em 2022, destaca-se a migração do processo de submissão de propostas de pesquisa do antigo sistema ‘Portal de Usuários’ para o sistema ‘SAU Online’, o que tornou o processo mais ágil, intuitivo e informativo. Além disso, o fluxo das etapas de aprovação das propostas de pesquisa submetidas ao ROBOLAB foi otimizado, facilitando o gerenciamento, avaliação e agendamento das propostas de pesquisa.

Outra importante melhoria realizada no ROBOLAB em 2022 foi a migração de todos os dados experimentais gerados pelos usuários, antes armazenados em servidor local, para um servidor virtualizado (‘nuvem’), o que trouxe inúmeras vantagens como *backup* diário dos dados, maior capacidade de armazenamento, atualizações frequentes de segurança e suporte permanente oferecido pela equipe de TI do CNPEM.

Em 2022, os beneficiários do ROBOLAB publicaram trabalhos relevantes em biologia estrutural, entre eles, destacam-se os artigos científicos publicados nas revistas *Nature Communications*⁶⁰ e *Scientific Reports*⁵⁸.

Laboratório de Espectroscopia e Calorimetria - LEC

O Laboratório de Espectroscopia e Calorimetria (LEC) disponibiliza aos seus usuários um conjunto de instrumentação que permite determinar o estado oligomérico de proteínas, medir a afinidade entre moléculas, determinar a estequiometria, cinética e termodinâmica de interações entre proteínas e ácidos nucleicos ou pequenas ligantes. Essas técnicas viabilizam a realização de estudos bioquímicos e biofísicos e a caracterização da estrutura, função, dinâmica

⁵⁸ Mercaldi et al. (2022) *Sci Rep.* 12: 18500. doi: 10.1038/s41598-022-22576-4.

⁵⁹ Cardoso et al. (2022) *Cancers* 14: 5055. doi: 10.3390/cancers14205055

⁶⁰ Cabral et al. (2022) *Nat Commun.* 13: 629. doi: 10.1038/s41467-022-28310-y

e estabilidade de macromoléculas. O LEC desenvolve ainda métodos de análise de interação entre proteínas e pequenos ligantes, e de avaliação de amostras biológicas e fármacos.

Com recursos do Projeto Plataforma de Combate a Vírus Emergentes (PCVE) providos pelo Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovações (MCTI), o LEC adquiriu e instalou, ao longo de 2022, um espectro-polarímetro Jasco, modelo J-1500 (Figura 231) com capacidade para realizar até seis medidas simultâneas de dicroísmo circular ou fluorescência, permitindo assim a análise de estrutura secundária e de estabilidade de biomoléculas. Com isso, a capacidade de atendimento aos usuários foi ampliada de forma significativa, visto que esse equipamento proporciona melhor exatidão, rapidez e qualidade nas medidas para a caracterização estrutural de biomoléculas. Além do espectro-polarímetro, foram adquiridos e instalados um *mixer* e uma centrífuga de microplacas necessários para o preparo de amostras e adequação às leituras feitas no formato de placas.



Figura 231. Espectro-polarímetro Jasco, modelo J-1500, com capacidade para medidas de dicroísmo circular e fluorescência de biomoléculas

Foram substituídas as baterias do *nobreak* que garante o funcionamento de todos os equipamentos do LEC em eventual queda de energia elétrica. Além disso, o equipamento 'ITC' passou por manutenção preventiva e teve a fonte de seu computador substituída.

O formulário de submissão de proposta de pesquisa do LEC passou por melhorias e migrou para o novo portal de usuários "SAU Online". E, por fim, ao longo de 2022, foram estabelecidos vários procedimentos de análise de qualidade de biofármacos e vacinas, para prestação de serviços a instituições públicas de saúde e empresa privadas que trabalharam no desenvolvimento de vacinas para a COVID-19 (Jan/2022 - Caracterização da vacina Versamune, Fev/2022 - Dosagem da IFA da vacina Versamune, Mar/2022 - Caracterização da vacina do CT-Vacinas).

Programas de P&D em Áreas Estratégicas

Subprograma de Descoberta e Validação de Alvos e Marcadores Terapêuticos

O subprograma "Descoberta e validação de alvos e marcadores terapêuticos" objetiva entender o mecanismo de diversas doenças e, desta forma, detectar e testar possíveis alvos moleculares para o desenho de novas terapias. Compreende estudos sobre as bases moleculares, celulares e fisiológicas de doenças cardiovasculares, neurodegenerativas e do neurodesenvolvimento,

câncer, viroses, doenças bacterianas e parasitárias. Estes estudos são feitos em grande sinergia com os demais laboratórios do CNPEM e utilizam das suas diversas competências como linhas de luz e microscópios para estudo de macromoléculas, células e organismos e o desenvolvimento e avaliação de nanomateriais com aplicação biológica.

A seguir são descritas as linhas de pesquisa e seus projetos associados com os principais resultados deste ano.

Imunopatogênese de doenças arbovirais, doenças bacterianas e parasitárias

Foi renovado no primeiro semestre de 2022 o projeto internacional (FWO/FAPESP) sob coordenação do LNBio/CNPEM com o Rega Institute/KU Leuven, na Bélgica e participação da USP de Ribeirão Preto, cujo principal objetivo é avançar com os estudos acerca do papel dos neutrófilos nas infecções por Usutu e Mayaro vírus. Ao longo do ano, o LNBio recebeu três alunas da KU Leuven, celebrando o fluxo de alunos e conhecimento entre o CNPEM e a instituição belga. A aluna Rebeca de Paiva Fróes Rocha obteve seu doutoramento com a tese “Estudo da encefalite causada por Usutu vírus (USUV): estabelecimento de um modelo de infecção em camundongos e estudo da doença grave”, na qual é descrita a evolução da infecção por USUV em camundongos, quais leucócitos participam na resposta imunológica contra o vírus e no desenvolvimento da doença, além de testar um composto antiviral com possível aplicabilidade no tratamento da infecção.

No âmbito dos projetos relacionados ao desenvolvimento de novos agentes antimicrobianos contra bactérias Gram-negativas resistentes a antibióticos, apoiados pela FAPESP e LNBio, foram realizadas triagens de bibliotecas de pequenas moléculas, produtos naturais e de fármacos, através de ensaios fenotípicos de inibição de crescimento celular. Como principais avanços realizados no período, destaca-se a identificação de vários compostos antimicrobianos ainda não caracterizados e de moléculas com ação adjuvante quando combinadas a carbapenêmicos e cefalosporinas. Além disso, também foram realizadas triagens de pequenas moléculas usando enzimas da classe das aminoacil-tRNA sintetases de bactérias Gram-negativas, que levaram a identificação de diversos candidatos a *hits* que foram adquiridos de fontes comerciais e estão atualmente sendo caracterizados para determinar potência, mecanismos de inibição e efeitos fenotípicos contra bactérias e células de mamíferos. A atividade biológica dessas moléculas está sendo estudada em cepas de *Klebsiella pneumoniae* multirresistentes na nova unidade operacional do LNBio que permite, em regime de contenção, a manipulação de bactérias patogênicas a humanos de nível de biossegurança 2 (NB2). A unidade está equipada com cabine de segurança biológica, ultra freezer para armazenamento das cepas de bactérias multirresistentes, incubadores e sistema de descarte de materiais biológicos (Figura 232).



Figura 232. Unidade NB2 dedicada à pesquisa e manipulação de bactérias multirresistentes de classe de risco 2.

O projeto “ANTIBIO-BAC”, desenvolvido no contexto de um Projeto Temático ‘São Paulo Excellence Chair (SPEC)’ da FAPESP em parceria com pesquisadores da USP, Univali, UNICAMP, e do *Institut de Biologie Structurale (IBS)* de Grenoble, França, tem como objetivo a caracterização de complexos proteicos envolvidos na biossíntese da parede celular bacteriana e sistemas de secreção de toxinas, a fim de identificar novas moléculas antimicrobianas. Como avanço nessa linha investigativa no período destaca-se o trabalho descrevendo a estrutura cristalográfica do complexo entre as proteínas MurE e MurF (Figura 233), que catalisam reações sequenciais e essenciais para a síntese da parede celular do patógeno *Bordetella pertussis*, causador da coqueluche⁶¹. Neste patógeno, MurE e MurF são produzidas como uma proteína quimérica (MurE-MurF), com sítios ativos localizados do mesmo lado da proteína, o que poderia facilitar as reações de catalise. MurE-MurF é capaz de se ligar a outras proteínas Mur deste patógeno, um resultado que corrobora a hipótese de que um complexo de múltiplas proteínas Mur possa existir no citoplasma bacteriano. Além disso, uma vasta análise genômica indicou que um grande número de proteobactérias expressam proteínas ligadas à formação da parede na forma de quimeras, o que poderia ser importante para a geração do mega-complexo de Murs. A compreensão bioquímica e estrutural de tal complexo é um objetivo importante do grupo, e que poderia abrir novas portas para o desenvolvimento de agentes bacterianos que inibam a ação das proteínas Mur. Estes resultados foram incluídos em um manuscrito o qual foi submetido para publicação; a decisão editorial está sendo aguardada.

⁶¹ Flanders, PL. et al (2022). *CS Chem. Biol.* <https://doi.org/10.1021/acscchembio.2c00503>

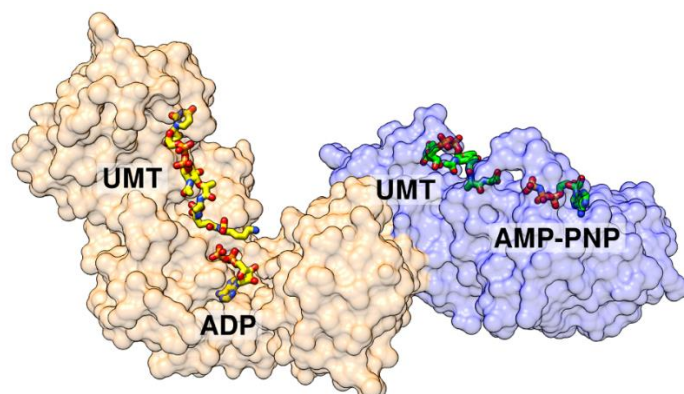


Figura 233. MurE (em laranja) e MurF (em azul) de *B. pertussis* estão fusionadas de forma 'head-to-tail' na quimera MurE-MurF.

Por fim, novos alvos terapêuticos para o desenvolvimento de fármacos contra a Doença de Chagas vêm sendo estudados na linha de pesquisa “Aperfeiçoamento de inibidores enzimáticos para desenvolvimento de fármacos contra Chagas”. Em 2021, os pesquisadores identificaram a enzima málica do *Trypanosoma cruzi* como o alvo molecular para a ação de sulfonamidas presentes na coleção ChagasBox estabelecida pela indústria farmacêutica GlaxoSmithKline (GSK). Em 2022, novas sulfonamidas, mais potentes e solúveis foram planejadas e sintetizadas no LNBio. Com base nestes resultados, foi aprovado um projeto junto a FINEP, intitulado “Desenvolvimento de novas moléculas contra a doença de Chagas explorando alvos não convencionais” (Ref. Finep nº 0450/22), com o objetivo principal de realizar os estudos pré-clínicos destas novas moléculas nos modelos animais da doença de Chagas. Este é o primeiro projeto de pesquisa em Doença de Chagas do CNPEM a avançar para a fase pré-clínica do desenvolvimento de fármacos. Ainda este ano, a parceria CNPEM/GSK foi renovada com a assinatura de novos acordos de transferência de materiais para testar as moléculas do ChagasBox contra dois novos potenciais alvos terapêuticos do *T. cruzi*, as enzimas L-Treonina desidrogenase (TDH) e Inosina monofosfato desidrogenase (IMPDH). Estas enzimas participam de processos metabólicos essenciais ao desenvolvimento do parasita, especialmente quando este se encontra no interior das células cardíacas do hospedeiro humano. Os primeiros resultados indicam a existência de inibidores da TDH com forte ação antiparasitária.

Câncer oral - descoberta de alvos e biomarcadores

O LNBio deu continuidade ao projeto de “Proteômica aplicada ao Câncer Oral” que tem o objetivo de indicar potenciais biomarcadores e alvos terapêuticos para câncer oral por meio do uso de estratégias de análise de proteômica baseada em espectrometria de massas. Nesse período, destaca-se um estudo que investigou o proteoma, guiado por microdissecção a laser, de multisítios de pacientes com câncer de cabeça e pescoço, incluindo-se tecidos de tumor primário e linfonodais (LN), além de células da saliva e sangue, demonstrando proteínas diferenciais associadas à metástase LN envolvidas em resposta imune. Resultados deste trabalho foram publicados neste ano na revista *Nature Communications*⁵⁷. Ainda, a integração desses dados de proteômica com dados de sequenciamento de RNA de células únicas públicos indicou assinaturas de populações não malignas dependente de metástase LN. Finalmente, a

análise de aprendizado de máquina dos peptídeos e transcritos, selecionados baseados nos resultados de proteômica baseada em descoberta, indicou assinaturas de metástase linfonodal em sangue e saliva de pacientes. Os resultados desse estudo aprofundam o conhecimento sobre a biologia do câncer de cabeça e pescoço conectando os sítios primários, metastáticos e biofluidos no contexto de resposta imune, bem como, indicam assinaturas potenciais associadas à metástase linfonodal (Figura 234).

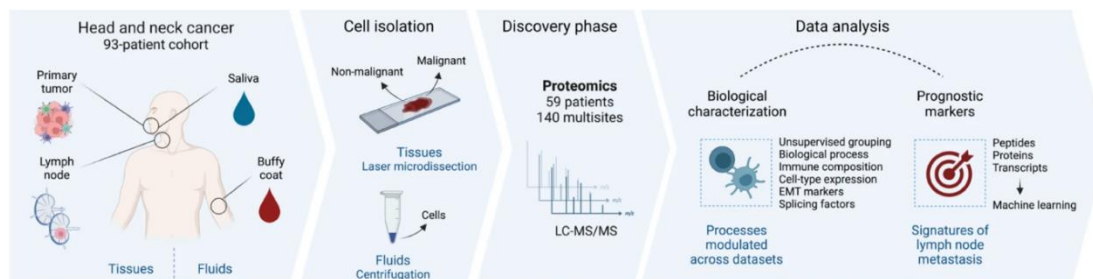


Figura 234. Delineamento experimental do manuscrito “Connecting multiple microenvironment proteomes uncovers the biology in head and neck cancer”. Busso-Lopes et al (2022) Nat Commun 57.

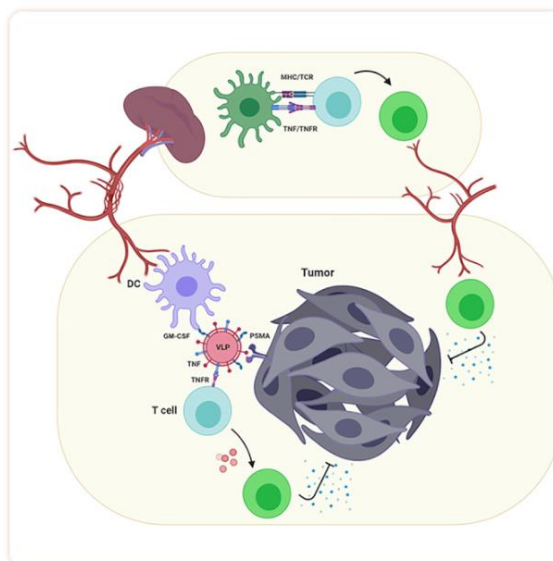
Câncer e microambiente - descoberta e validação de alvos e terapias

Foi aprovado no segundo semestre de 2022 o projeto Temático Fapesp (21/05726-6) “Metabolismo no microambiente e o papel das trocas metabólicas na progressão tumoral”. Neste período os pesquisadores avançaram no estudo *in vivo* de modelos de implantes singênicos ortotópicos de células tumorais de mama para avaliar o papel de glutaminase 1 (GLS) e glutaminase 2 (GLS2) no perfil de células imunes infiltradas. Os resultados confirmam a hipótese de que células com expressão de GLS2 (mesmo mutante cataliticamente inativo) promovem menor infiltrado de células Th17 e aumentam a taxa de macrófagos M2/M1, indicando ambiente imunossupressivo; curiosamente, tumores são maiores e apresentam histologia indicativa de fibrose intensa e vascularização. Estudos de co-immunoprecipitação mostraram potenciais parceiros de interação desta proteína envolvidos no processamento de antígenos e apresentação por MHC1, levantando a hipótese de estar por detrás da determinação de ambiente imunossupressivo. A inibição de GLS por pequena molécula levou a um aumento das taxas Th1/Th2 e M1/M2, revelando que inibição de glutaminase pode propiciar ambiente imunorreativo com potencial de sinergizar com terapias de bloqueio de ponto de checagem (como uso de anticorpo anti-PD-1). Este projeto também aborda a descoberta de enzimas com capacidade de polimerização sob estresse nutricional e, neste escopo, está em revisão um artigo onde é descrita a estrutura por Cryo-EM de partículas únicas e Cryo-Focused Ion Beam Electron Tomography (Cryo-FIB ET) *in situ* de filamentos da enzima GLS. Neste trabalho também é mostrado o papel inédito dos filamentos de GLS em promover proteção mitofágica em situação de estresse nutricional. Outros dois projetos aprovados dentro desta temática de pesquisa foram o “Plataforma de testes terapêuticos personalizados em tumores de mama” em parcerias com o hospital ACCamargo e o Instituto do Câncer do Estado de São Paulo, na linha de fomento do Programa Nacional de Apoio à Atenção Oncológica (Pronon) do Ministério da Saúde (com o CNPEM como instituição responsável) e o “INCT em Modelagem de Doenças Humanas Complexas com Plataformas 3D (Model3D)” do Ministério da Ciência e Tecnologia (com a UNIFESP como instituição responsável). Ambos objetivam o desenvolvimento de protocolos para a produção de organóides a partir de tumores de mama e o consequente desenvolvimento

de uma plataforma de testes terapêuticos personalizados em tumores de mama. Por fim, encontra-se em desenvolvimento um sistema de microfluídica para estudar metástase cerebral de câncer de mama, com o intuito de revelar os determinantes moleculares para fixação e nucleação cerebral de *Circulating tumor cells* (CTCs).

Desenvolvimento de estratégias para imunoterapias

Diversas estratégias para tratamento do câncer que buscam fortalecer o sistema imunológico para potencializar a detecção e eliminação de células tumorais têm revolucionado a clínica médica. Essas estratégias se baseiam na utilização de anticorpos monoclonais e células dendríticas modificadas, e têm como foco principal potencializar a atividade de linfócitos, que são os principais efetores da eliminação de células tumorais. Um dos grupos do LNBio/CNPEM trabalha na pesquisa e desenvolvimento de novas estratégias de imunomodulação, para aplicação em imuno-oncologia, baseadas na coestimulação de células T, e inibição de células T regulatórias (Treg). Para isso, foram desenvolvidas nanopartículas, aptâmeros quiméricos, vetores virais e linhagens celulares que tem como alvo a indução de sinalizações agonistas e bloqueio de sinalizações de imunossupressão para potencializar a resposta imunológica antitumoral. Neste ano de 2022, destaca-se a publicação de um artigo que descreve o desenvolvimento de nanopartículas imunomodulatórias⁶². Essas partículas derivam de capsídeos retrovirais que podem ser decorados com proteínas de superfícies, que adicionam diferentes funcionalidades às partículas, como direcionamento para o sítio tumoral e



estimulação do sistema imunológico (

Figura 235). Foi desenvolvido um protótipo de nanopartícula biológica, que contém um ligante para direcionamento de tropismo para células tumorais e outras proteínas imunomodulatória, como ligantes coestimulatórios da família TNFSF 4-1BBL e OX40L, em combinação com a citocina GM-CSF. Essa citocina, originalmente solúvel, é então ancorada à superfície da partícula podendo ser dirigida ao sítio tumoral. Ensaios *in vivo* foram executados demonstrando que as partículas imunomodulatórias potencializaram a eliminação de tumores em animais imunocompetentes desafiados com tumores singênicos que expressavam um marcador de câncer de próstata humana.

⁶² Palameta et al. (2022) Mol Ther Oncolytics 24: p. 650-662. DOI: 10.1016/j.omto.2022.02.010

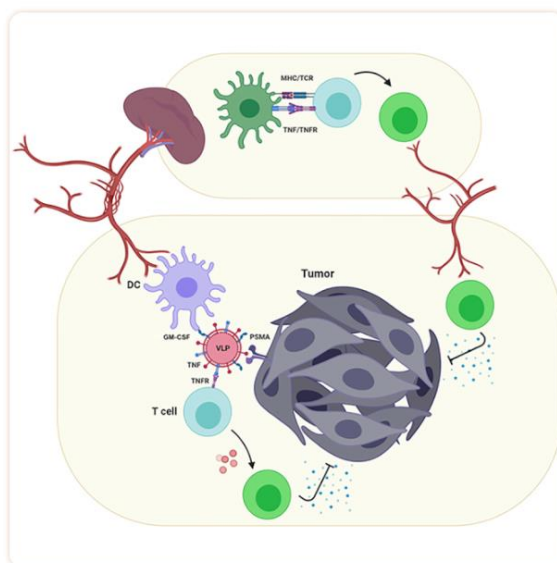


Figura 235. Nanopartículas imunomodulatórias derivadas de capsídeos virais estimulam células do sistema imunológico para potencializar a resposta antitumoral. Partículas VLP decoradas com o ligante de PSMA, contendo imunomoduladores GMCSF e ligantes TNFSF são direcionadas para células tumorais PSMA positivas. A citocina GMCSF atua na ativação de células dendríticas responsáveis pela apresentação antigênica no órgão linfóide. Os ligantes TNF atuam na coestimulação de células T, que desempenham o papel efetor no combate ao tumor.

Doenças neurodegenerativas e transtornos do desenvolvimento

Os transtornos do neurodesenvolvimento têm como característica principal a deficiência cognitiva e/ou adaptativa, trazendo grande prejuízo a qualidade de vida tanto dos pacientes quanto de seus familiares. Doenças neurodegenerativas, por outro lado, geram um quadro de perda de função motora e cognitiva com pouquíssimas opções de tratamento. A linha de pesquisa “*Estudos funcionais de mutação, associada a Deficiência Intelectual (DI) na enzima UBE2-A*” objetiva elucidar o papel de mutações desta proteína na síndrome de Nascimento do tipo Deficiência Intelectual (DI) ligada ao cromossomo X. Em busca da melhor compreensão dos mecanismos moleculares associados à atividade da enzima E2 conjugadora de ubiquitina UBE2A para a manutenção da homeostase celular e função sináptica, foram obtidos em 2022 resultados do proteoma de ubiquitinação (sítios GlyGly(K)) do cérebro de camundongos controles (WT) e portadores da mutação missense Q93E. Selecionou-se para estudos posteriores proteínas reguladoras diretas da atividade neuronal, como Sintaxina-1B, Sinaptotagmina 1 e Sinaptotagmina 2, as quais compõem a maquinaria de liberação de vesículas sinápticas e já foram descritas serem modificadas por ubiquitina por outras enzimas E2 ou E3 da via. Estudos estão sendo realizados para demonstrar o efeito da atividade de UBE2A na modificação por ubiquitina dos alvos. Os resultados obtidos até o momento apontam para uma possível dependência de uma terceira enzima no mecanismo de ubiquitinação, uma enzima E3 ligase. A E3 ligase Rad18, a qual atua juntamente com UBE2A ubiquitinando a proteína PCNA, foi testada com os alvos sinápticos e não promoveu a ubiquitinação *in vitro*. Outra E3 ligase, Parkin, relevante na etiologia de alguns casos da Doença de Parkinson e demonstrada previamente interagir com UBE2A durante a regulação de mitofagia, está sendo testada nos ensaios de ubiquitinação *in vitro* e *in vivo* dos candidatos sinápticos a alvos de UBE2A. Em adição ao ubiquitinoma, foram obtidos neste ano resultados de proteoma e transcriptoma do cérebro dos

animais UBE2A WT e Q93E. Os resultados obtidos indicam que a atividade de UBE2A pode estar relacionada com regulação de vias não proteolíticas, isto é, outras vias aquém da via de degradação proteossomal. No caso de alvos sinápticos, a modificação por ubiquitina pode regular a formação e/ou estabilidade do complexo SNARE + sinaptotagmina, elementos fundamentais para o processo de liberação de neurotransmissores. Analisando a correlação de expressão do proteoma e transcriptoma, chamam a atenção genes reguladores de função neuronal. Será interessante investigar no futuro se esses genes são alvos indiretos de UBE2A, isto é, se suas alterações de expressão são efeitos secundários decorrentes da deficiência primária de ubiquitinação por UBE2A.

O projeto *“Neurobiologia molecular – desvendando os mecanismos moleculares de transtornos de neurodesenvolvimento”*, desenvolvido pelo LNBio em parceria com pesquisadoras do IB/USP, objetiva estudar a estrutura de proteínas contendo mutações identificadas em pacientes com Deficiência Intelectual (DI) e compreender o impacto dessas mutações na relação estrutura/função das respectivas proteínas. Pesquisadores do LNBio tiveram sucesso na resolução da estrutura de uma importante proteína humana, DDX3X, contendo uma mutação identificada em 4 pacientes diferentes, todos apresentando quadro clínico severo de atraso de desenvolvimento e polimicrogiria (malformação do córtex cerebral). A proteína DDX3X é um RNA helicase da família DEAD-box com papel fundamental em diversas etapas do metabolismo de RNA, incluindo transcrição, tradução, transporte núcleo-citoplasma e *splicing*. Suas funções são realizadas através da interação com RNA e separação de fitas duplas de RNA, de forma dependente de ATP. Foram realizados estudos enzimáticos do mutante associado ao transtorno com relação a sua atividade de ATPase e verificou-se que a mutação prejudica sua atividade enzimática. Comparando a estrutura da proteína mutante, resolvida a 2,3 Å na linha de cristalografia de raios X MANACA, com a proteína DDX3X selvagem (PDB 5E7I) foi possível identificar pequenas alterações estruturais entre elas, sendo a principal diferença em uma região importante para interação com RNA, indicada por uma seta vermelha na Figura 236a. Esta modificação estrutural indica que a mutação impacta na habilidade da proteína em interagir com RNA, justificando a alteração observada na sua atividade enzimática, uma vez que a atividade de ATPase depende da interação da proteína com RNA. No momento, a equipe está investigando em mais detalhes o impacto dessa mutação nas diferentes etapas da atividade enzimática de DDX3X e nas diferentes funções da proteína, buscando compreender as particularidades relacionadas a este mutante. Esses resultados foram complementados com simulações de dinâmica molecular das proteínas selvagem e mutante, que mostraram que na mutante o segundo domínio (D2) se move mais comparado à selvagem (Figura 236b, domínio abaixo). Os resultados contribuirão para aumentar o conhecimento a respeito do funcionamento desta importante proteína humana e seus mecanismos relacionados ao transtorno.

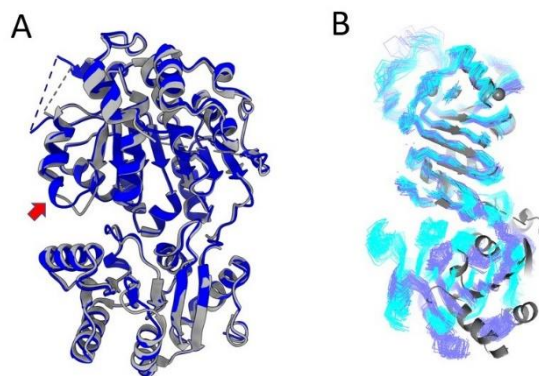


Figura 236. Estudos estruturais da proteína DDX3X com mutação identificada em pacientes com Deficiência Intelectual. (A) Estrutura cristalográfica da proteína mutante (azul), sobreposta à estrutura da proteína selvagem (cinza) (PDB 5E7I). (B) Dinâmica molecular da DDX3X na conformação de ligação ao dsRNA (PDB 6O5F) após 100 ns de simulação. Cinza: estrutura cristalográfica de DDX3X; Azul escuro: simulação da proteína selvagem. Ciano: simulação da proteína mutada. O domínio D2 da proteína mutada apresenta maior mobilidade comparado à proteína selvagem.

Subprograma Fármacos e Biofármacos

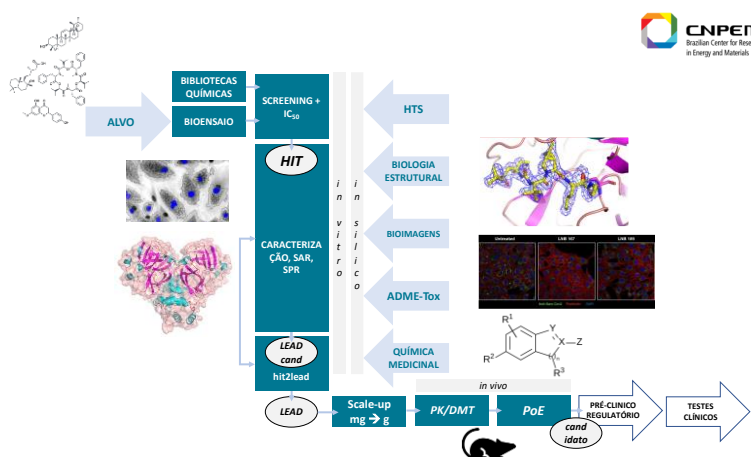
A linha de pesquisa em biofármacos vislumbra o estabelecimento de novas competências científicas e tecnológicas que possibilitem a geração de linhagens produtoras de proteínas recombinantes e a manufatura de lotes piloto de insumos farmacologicamente ativos para utilização em ensaios clínicos. Seu objetivo final é contribuir para o desenvolvimento nacional de medicamentos inovadores e biossimilares, que possam beneficiar o sistema público de saúde. Já a plataforma de descoberta de fármacos possui a missão de entregar fármaco-candidatos, que possam progredir para o desenvolvimento clínico, realizando a etapa mais complexa da inovação farmacêutica: desenvolver moléculas customizadas capazes de modificar o caminho natural das doenças.

Desenvolvimento de linhagem celular do biossimilar do Nivolumab

Neste ano de 2022 a equipe se dedicou a dar continuidade ao desenvolvimento de protocolos para o estabelecimento de linhagens celulares produtoras de anticorpo monoclonal e ensaios de caracterização. No ano anterior, foram descritos os resultados obtidos para a geração de vetores recombinantes, ensaios de transfecção e produção de anticorpos em linhagens celulares aderentes. Neste ano foram iniciados os experimentos com uma linhagem CHO cultivada em suspensão, que é mais apropriada ao escalonamento, o que é um fator muito importante na produção de biofármacos. Foram efetuados ensaios de curva de crescimento da linhagem CHO em suspensão, estudo de viabilidade e otimização de parâmetros de cultivo. Além disso, foi efetuado um estudo piloto para a geração de clones celulares derivados da linhagem CHO, cultivada em suspensão, contendo vetores de expressão codificantes das cadeias leve e pesada do anticorpo Nivolumab. Estes clones foram utilizados para a produção de lotes de anticorpos que foram analisados em ensaios biofísicos, para caracterização estrutural, além de ensaios *in vitro*, para caracterização funcional. Foi possível observar nestes ensaios, que um lote piloto de anticorpo produzido pelo LNBio/CNPEM apresentou características estruturais e funcionais comparáveis ao anticorpo de referência.

Descoberta e desenvolvimento de fármacos

A plataforma de Descoberta de Fármacos do LNBio desenvolve métodos e executa projetos de *drug discovery* (DD) em parceria com a indústria nacional, além de importantes parcerias acadêmicas. Estas atividades interdependentes são importantes para manter a plataforma (Figura 237a) no estado da arte e garantir o sucesso da execução de projetos DD no Brasil, maximizando o emprego dos principais diferenciais competitivos do país (como a biodiversidade brasileira) e do CNPEM (como o Sirius e outras instalações de pesquisa de ponta).



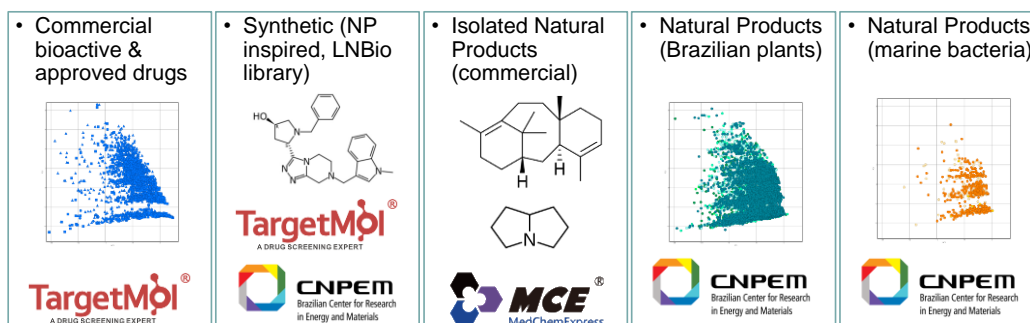
A

FASE DESCOBERTA →		0	I	II	III	IV
PROJETO POR ÁREA TERAPÊUTICA	SPONSOR					
CANCER						
Ache 001	EMBRAPII achē					
NTX 003	EMBRAPII Nintx					
DOENÇAS INFECCIOSAS						
<i>Virais</i>						
NTX 001	EMBRAPII Nintx					
<i>Bactérias multiresistentes</i>						
FAPESP 001	FAPESP					
DOENÇAS CARDIOVASCULARES E METABÓLICAS						
NTX 002	EMBRAPII Nintx					
DOENÇAS INFLAMATÓRIAS						
CRID 001						
CRID 002	FAPESP					
CRID 003	CRID CENTER FOR RESEARCH IN INFLAMMATORY DISEASES					
CRID 004						

B

Figura 237. Plataforma de Descoberta de Fármacos. A) Plataforma de Descoberta de Fármacos empregando métodos inovadores customizados para DD. B) Projetos DD em execução. Etapas: 0: estabelecimento de protocolos; I: obtenção de HITs; II: caracterização de HITs; III: otimização hit2lead; IV: validação do lead em modelos animais da doença obtendo-se o fármaco candidato.

No ano de 2022, a equipe se dedicou a ampliar as bibliotecas de produtos naturais⁶³, bibliotecas sintéticas e comerciais (Figura 238).



A

Name da biblioteca	Fornecedor	Ano aquisição	Responsável pela aquisição	Formato	Quantidade de compostos ou frações	Quantidade de placas*	Quantidade de tubos
Diverset 30k	Chembridge	2012	LNBio	Placas 384 poços	30.000	189	-
Chromadex	Chromadex	2015	Daniela Trivella	Placas 96 poços e tubos	1.392	50	1.392
Diverset 20k	Chembridge	2018	Celso Benedetti	Placas 384 poços	20.000	94	-
Diversity Set 10k	TimTec	2018	Artur Cordeiro	Placas 384 poços	9.925	32	-
MCE-3K	MedChem Express	2020	LNBio	Placas 384 poços	3.212	33	-
Molport – TDH Chagas	Molport	2021	Artur Cordeiro	Tubos	54	-	54
TargetMol-7K	Target Mol	2021	Daniela Trivella	Placas 384 poços	7.784	275	-
ChemDiv - ACHE	Chemdiv	2021	Daniela Trivella	Tubos	124	-	124
MCE Alkaloids + Terpenoids	MedChem Express	2022	Daniela Trivella	Placas 384 poços	852	28	-
Phytobios MPH	In house (LPN)	Desde 2015	Daniela Trivella	Placas 384 poços e tubos	5.543	170	5.543
LNB	In house (LPN e LOS)	Desde 2015	Daniela Trivella	Placas 384 poços e tubos	568	12	379 (LPN) + 189 (LOS)
TOTAL					79.454	883	7.681

* somatória de placas originais de 96 ou 384 poços e réplicas diluídas.

B

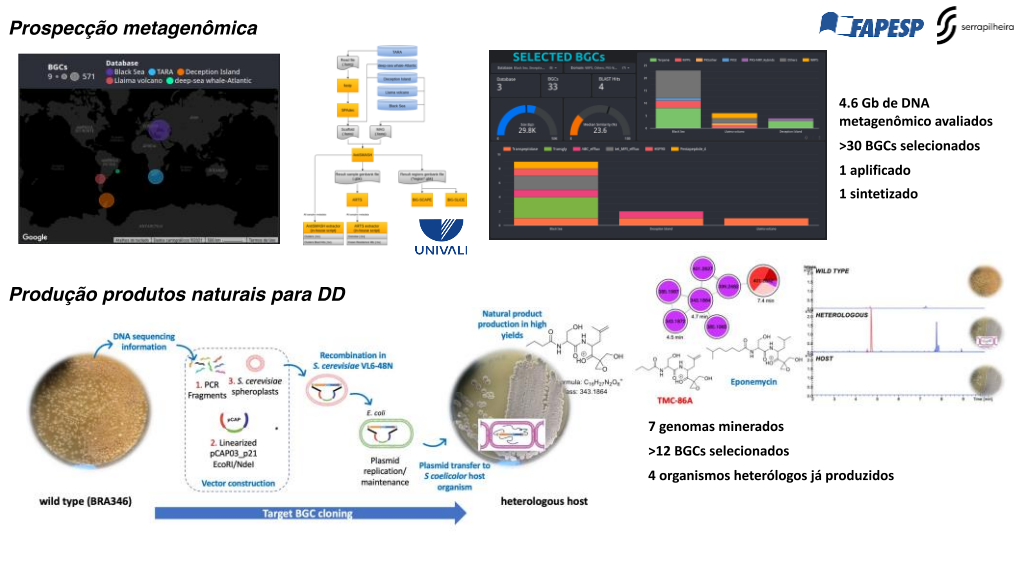
Figura 238. Bibliotecas químicas disponíveis no LNBio-CNPEM. A) Aquisições e ampliações realizadas no ano de 2022. B) Inventário de bibliotecas químicas do LNBio-CNPEM.

A partir da pesquisa em produção de produtos naturais empregando engenharia genética e biologia sintética⁶⁴ (Patente BR 10 2021 025539 0), foi integrado o conhecimento visando

⁶³ Trivella, DBB et al. (2022) Rev. Fitos 16, 176–192.

⁶⁴ Vieira, BD et al (2022) Front. Microbiol. 13: 786008. DOI: 10.3389/fmicb.2022.786008

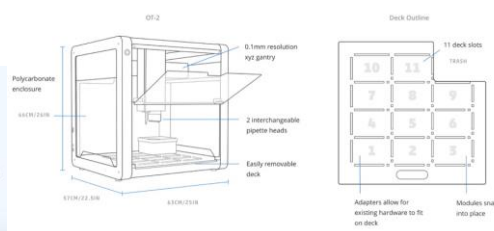
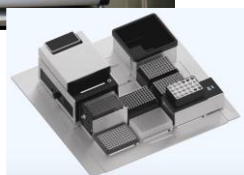
automação dos processos e produção em escala de novos produtos naturais para alimentar as bibliotecas de produtos naturais do LNBio de forma altamente inovadora (Figura 239).



A

AUTOMAÇÃO clonagem + workflow computacional mineração

TAR cloning
CAPTURE: Cas12a Cre-lox
DNA sintético + TAR
em modo automatizado



B

Figura 239. Biotecnologia de produtos naturais aplicada a descoberta de fármacos para ampliar a gama de compostos inovadores para a Plataforma DD do CNPEM. A) Métodos de mineração de (meta)genomas e expressão heteróloga de clusters gênicos biossintéticos prospectados e implementados. B) Novos métodos e automação de clonagens em implementação com recursos FNDCT.

Foi também implementada uma base de dados integrada para gerir e minerar dados dos projetos DD de forma rastreável (plataforma CDD Vault - Figura 240A) e possibilitar a mineração dos dados *on the fly* empregando plataformas comerciais (Optibrium e BioSolveIT) e próprias (NP3 MS workflow® e NP3 Blob Label). Foram também estabelecidas rotinas computacionais

para o tratamento de dados bioquímicos, de espectrometria de massas e de biologia estrutural, especialmente para cristalografia de proteínas de alta performance (Figura 240B).

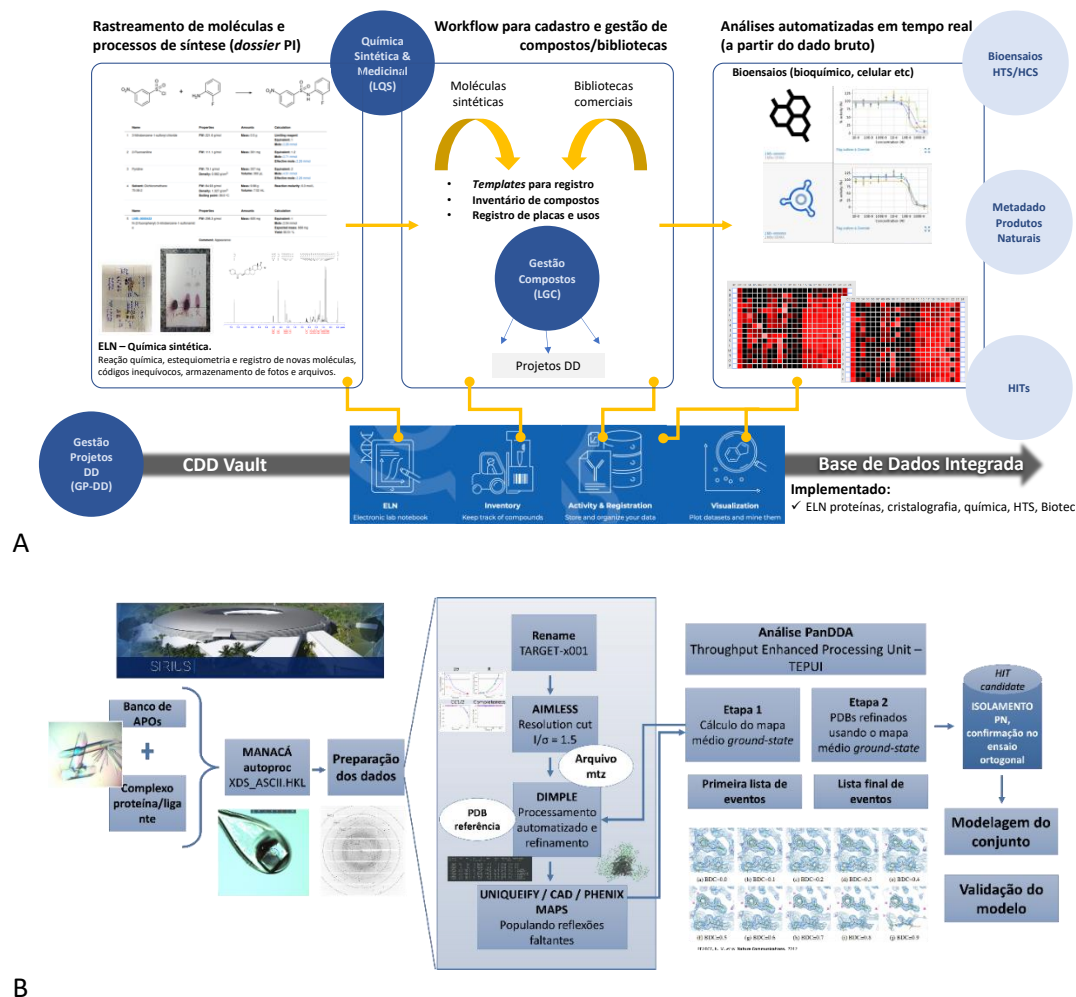


Figura 240. Pipelines computacionais implementados para gestão e mineração de dados dos Projetos DD. A) Base de dados integrada CDD Vault. B) Pipeline de processamento e análise de dados de cristalografia HT.

Uma cascata de validação de HITS foi implementada, possibilitando a rápida confirmação de moléculas como inibidores ou ligantes das proteínas alvo dos projetos DD. Em destaque está a implementação da cristalografia de proteínas em alta performance (HT), cujas rotinas foram testadas e empregadas diretamente nos projetos DD em execução, usufruindo das últimas implementações da linha MANACA do Sirius, a qual já possibilita a coleta de dados de mais de 100 cristais em 12 horas, um feito inédito.

Também foram realizados avanços na implementação de métodos para avaliação do mecanismo de ação e toxicidade de compostos em cultura de células, empregando ensaios multiparamétricos.

Iniciou-se também a implementação de métodos *in vitro* e *in silico* para avaliação de parâmetros ADME de compostos selecionados nos projetos DD, visando avaliar suas propriedades de fármaco e rapidamente empregar esta informação no planejamento racional de moléculas otimizadas (LEADs) para a obtenção de fármacos candidatos. Abordagens para o planejamento racional e síntese de moléculas também foram implementadas e empregadas, destacando-se rotinas de *docking* molecular e síntese em fluxo.

Como decorrência destas implementações consolidou-se uma equipe multidisciplinar especializada nas diferentes etapas da Descoberta de Fármacos, contemplando produção de alvos, inclusive proteínas de membrana, estabelecimento de linhagens celulares, desenvolvimento e execução de ensaios bioquímicos e celulares automatizados, biologia estrutural integrativa, química medicinal, gestão de compostos, mineração de dados e gestão de projetos DD.

Em 2022 foram executados 9 Projetos de Descoberta de Fármacos, contemplando 12 alvos terapêuticos nas áreas de doenças infecciosas, oncologia, doenças inflamatórias e cardiovasculares (Figura 237B). Cinco alvos terapêuticos contemplam 3 projetos com a empresa Nintx (contratos assinados em julho/2022 com co-financiamento da EMBRAPII); 1 com as empresas Ache e Phytobios (Fase IIIb-IV assinada em dezembro/2022, também com apoio da EMBRAPII); 1 projeto em parceria com a FAPESP/LIA; e 4 alvos em parceria com o CRID FMRP-USP.

Subprograma Engenharia de Tecidos

O subprograma é destinado ao uso da engenharia de tecidos para construção de culturas celulares tridimensionais (3D) e de tecidos por bioimpressão 3D, com aplicações terapêuticas e para o desenvolvimento de ensaios robustos e miméticos a ensaios *in vivo*, porém sem uso de experimentação animal. Vislumbra como principal entrega modelos de pele e de curativo para aplicação em medicina regenerativa cardíaca, além de modelos celulares tridimensionais e de tecidos.

Desenvolvimento de curativos dermatológicos utilizando tecidos biofabricados

Com relação ao desenvolvimento de curativos dermatológicos, foram padronizados diferentes protocolos de biofabricação de pele humana reconstituída bioimpressa, produzindo tecidos morfológica e funcionalmente miméticos do tecido real. Foram testados diferentes queratinócitos e fibroblastos primários humanos em diferentes estágios de maturação. Os modelos foram caracterizados por um portfólio de ensaios histológicos, de expressão genica e proteica, de viabilidade e toxicidade, e da avaliação de marcadores específicos de diferenciação e da manutenção estrutural da pele. Dentre os modelos, o mais promissor foi selecionado para a próxima etapa do projeto, que irá avaliar a funcionalidade da aplicação dos insertos de pele na cicatrização em modelos animais. Para tanto, as metodologias a serem empregadas e os experimentos estão sendo planejados. Também foram desenvolvidos moldes de agarose que funcionarão como arcações para a bioimpressão de pele em maior escala, proporcionando uma maior cobertura da área a ser tratada com os curativos. Por fim, foram testadas e caracterizadas diferentes fontes de colágeno utilizadas para a fabricação da matriz extracelular

da pele a fim de verificar qual a melhor matéria prima será utilizada nos curativos de pele. Encontra-se na Figura 241 os principais resultados desta linha de pesquisa.

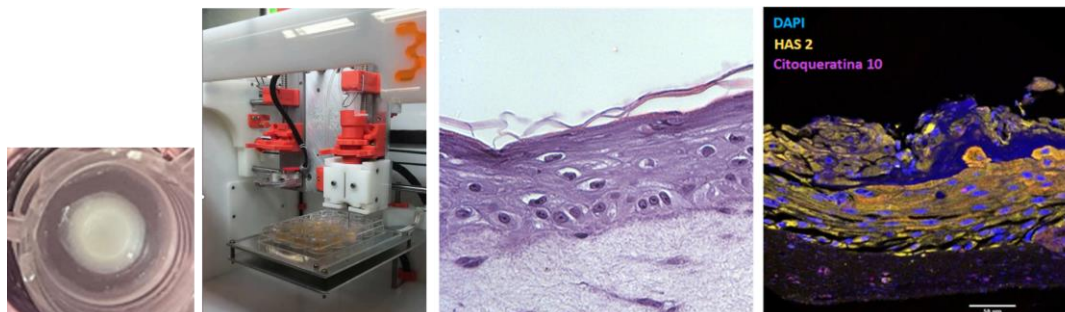


Figura 241: Modelo de pele bioimpresso. Da esquerda para a direita temos, fotografia do inserto de pele em tamanho real, bioimpressora, microscopia óptica do corte do modelo de pele, evidenciando suas camadas, imunofluorescência do corte da pele, evidenciando os marcadores de diferenciação (HAS2 - ácido hialurônico sintetase e citoqueratina).

Desenvolvimento de curativos cardíacos utilizando tecidos biofabricados

Para o desenvolvimento de curativos cardíacos foram iniciados a padronização de culturas de células cardíacas, e o desenvolvimento de biotintas e de uma matriz de adesão para as células cultivadas.

Com relação a culturas celulares, foi padronizado o cultivo de cardiomiócitos neonatais de ratos, com a extração de células primárias, as quais foram mantidas em cultura 2D e diferenciados por 21 dias. Para a realização desta etapa foram testadas 2 substâncias que induzem a diferenciação e padronizados diferentes tipos de cobertura das placas de cultivo, visando garantir aderência das células. Também foi desenvolvido um modelo de esferoides destes cardiomiócitos por levitação magnética, os quais foram diferenciados e mantido em culturas por 28 dias. Estes modelos iniciais foram caracterizados por histologia, microscopia confocal, além de serem avaliados em termo de tamanho dos esferoides e viabilidade. Este tipo de cultivo celular foi utilizado como prova de conceito e para o aprendizado e teste de metodologias.

Em seguida, almejando o desenvolvimento dos curativos cardíacos para a aplicação em humanos, foram padronizados o cultivo de células tronco mesenquimais e sua diferenciação em cardiomiócitos. Estes procedimentos foram realizados tanto em cultivos 2D, quanto em cultivos 3D feitos em micromoldes, buscando-se a formação de organóides cardíacos. Para a diferenciação também foram utilizadas duas substâncias de testes em tratamentos com duração de 21 dias. Os resultados demonstraram o início da diferenciação dos cardiomiócitos tanto em cultivo 2D, quanto em 3D, com o aumento da expressão de proteínas cardíacas específicas, como as troponinas I e T, de proteínas de endotélio, como CD31. Com relação à expressão genica, foi verificada a expressão de marcadores celulares de pluripotência, característicos de uma taxa de diferenciação intermediária dos cardiomióticots, e a expressão de marcadores de endotelização. Estes resultados indicam que embora tenha sido atingido um certo nível de

diferenciação dos cardiomiócitos, será necessário ampliar o tempo de diferenciação deste tipo celular.

Por fim, foi iniciada a reprogramação de fibroblastos neonatais humanos utilizando vetores episomais para a obtenção de células hiPSCs livre de transgenes e vírus, garantindo segurança do processo de biofabricação dos curativos cardíacos. Para tanto, vetores episomais específicos contendo fatores de reprogramação celular foram eletroporados nos fibroblastos humanos, os quais foram cultivados, formaram colônias que foram selecionadas por imunomarcação *in vivo*, demonstrando que foram reprogramadas e apresentam características de células embrionárias. Estas células estão congeladas e serão utilizadas em ensaios de diferenciação de cardiomiócitos.

Em paralelo, foi padronizada a fabricação de diferentes tipos de biotintas. De todos os materiais testados, o maior sucesso foi alcançado no desenvolvimento de biotintas de GelMA. Após a produção do GelMA, testes de polimerização foram realizados, resultando em matrizes coesas e reticuladas. Também foi estabelecido o processo de esterilização destas biotintas por filtração. Na próxima etapa do projeto, as biotintas padronizadas deverão ser misturadas aos cultivos 3D de cardiomiócitos para avaliação de suas propriedades de reticulação e para a avaliação dos efeitos de sua interação com células. A Figura 242 demonstra os principais resultados desta linha de pesquisa.

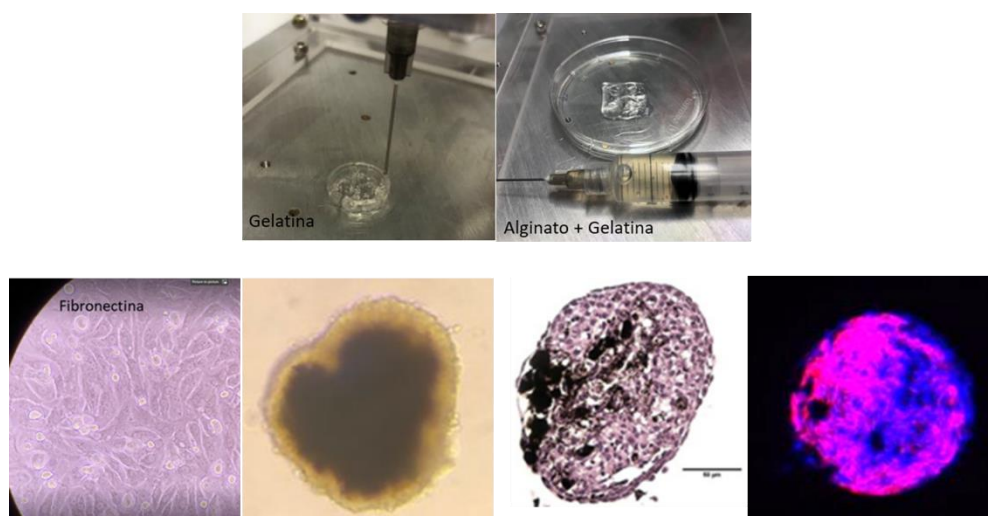


Figura 242: Acima, padronização de biotintas para bioimpressão (biotinta de gelatina e gelatina+ colágeno). Abaixo, cultura 2D de cardiomiócitos neonatais de rato aderida em placa em matriz de fibronectina, fotografia do modelo inicial de esferóides de cardiomiócitos, histologia e imunofluorescência do modelo.

Desenvolvimento de modelos de culturas 3D para screening de fármacos

No âmbito do desenvolvimento de modelos celulares tridimensionais e de tecidos, neste ano foram finalizados dois protocolos de produção de barreira intestinal, biofabricadas de forma manual e bioimpressa, e caracterizadas em termos de viabilidade, histologia, expressão genica,

permeabilidade e expressão proteica. Estes modelos foram comparados com tecidos e modelos da literatura apresentando grande potencial mimético.

Com relação a esferoides de fígado, a evolução se deu na construção de um modelo mais complexo, feito a partir de células primárias. A partir deste modelo 3D de fígado mais complexo, que apresenta estruturas como canalículos biliares e produção de bile, iniciou-se sua diferenciação em um modelo de esferoides de fígado esteatótico cultivados a partir de meio derivado de adiposferas diferenciadas. Estes modelos de fígado foram caracterizados por expressão genica, viabilidade celular, produção de triglicérides, consumo de glicose, e imunofluorescência de marcadores específicos. A indução de esteatose foi observada tanto em culturas 2D como nas culturas 3D.

Um modelo de epitélio pulmonar bastante coeso também foi desenvolvido e caracterizado por histologia, expressão genica e proteica de marcadores específicos de diferenciação, viabilidade, permeabilidade e produção de muco. Este modelo foi viável e permaneceu em cultivo por até 28 dias. Com relação ao tecido adiposo, também foi finalizada a fabricação e caracterização de adiposferas de tecido adiposo branco e marrom, que já estavam em andamento.

No momento encontra-se em progresso a parte conceitual para o desenvolvimento de ensaios específicos para cada um dos tipos de culturas tridimensionais biofabricadas pelo grupo. Dentre estes ensaios, está em andamento um modelo de toxicidade de substâncias absorvidas de forma oral e tópica em sistemas microfisiológicos contendo cultivos 3D de fígado, barreira intestinal e pele. Este desenvolvimento permite a avaliação inicial de desfechos toxicológicos de diferentes tratamentos sem o uso de animais de experimentação. Na Figura 243 estão demonstrados os principais resultados desta linha de pesquisa.

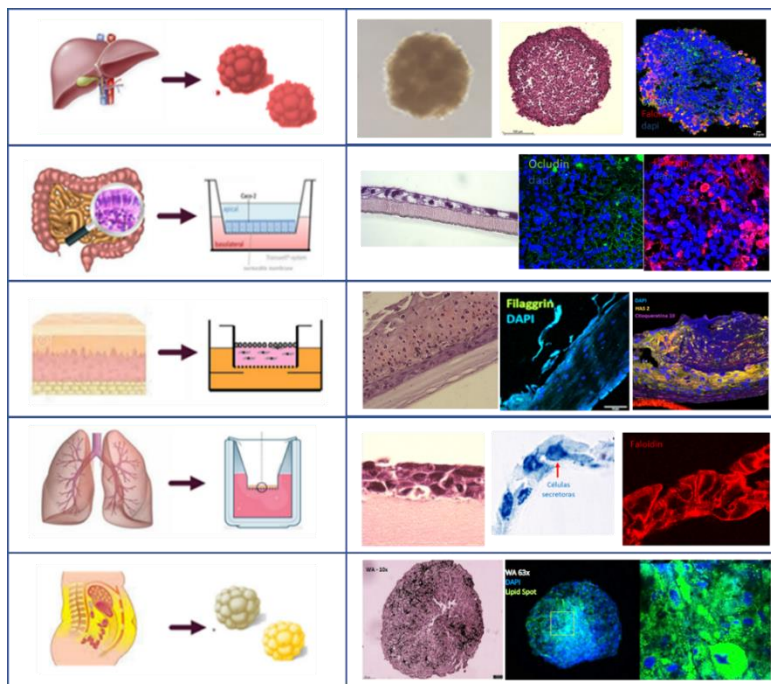


Figura 243: Culturas 3D biofabricadas e caracterizadas. De cima para baixo temos esferóides de fígado, barreira intestinal, pele, epitélio pulmonar e adiposferas

Subprograma de Terapia gênica e celular

O subprograma de Terapia gênica e celular do LNBio, destinado à biomanufatura clínica, visa o estabelecimento de terapias avançadas baseadas em métodos modernos de edição gênica, como CRISPR/Cas9, para o tratamento de doenças genéticas humanas ainda sem cura, ou para as quais os tratamentos tradicionais são pouco eficazes e/ou apresentam diversos efeitos colaterais associados.

Terapia gênica para correção eficiente de mutação da Mucopolissacaridose do tipo I (MPSI)

Em 2022, foi iniciado o projeto de Terapia Gênica para a correção eficiente da mutação *nonsense* no gene IDUA, causadora de Mucopolissacaridose do tipo I grave ou Síndrome de Hurler (MPSI-H). Essa condição é multissistêmica, na qual os pacientes comumente exibem os primeiros sintomas antes dos 2 anos de idade, e progressivamente há um envolvimento do sistema nervoso central e de outros órgãos. A única terapia curativa disponível atualmente é o transplante de células tronco hematopoiéticas, porém a falta de doadores compatíveis é um grande entrave à sua disponibilidade.

Neste projeto será desenvolvido um protocolo para correção da mutação W402X, por meio do transplante autólogo de células tronco hematopoiéticas (HSPCs) editadas utilizando o sistema CRISPR/Cas9 (Figura 244A). Após o transplante autólogo, as HSPCs serão diferenciadas em micróglia e/ou macrófagos os quais poderão produzir e secretar a enzima IDUA funcional na circulação e a nível local para corrigir a deficiência da enzima no paciente. As enzimas

terapêuticas serão captadas por células não corrigidas e degradarão os substratos intracelulares acumulados.

O projeto foi dividido em três grandes fases, sendo que neste último trimestre a equipe avançou no detalhamento do planejamento e início da primeira fase (Produção de modelo celular para MPSI em linhagem THP-1 e correção da mutação W402X). Para tanto, foram desenhados quatro RNAs guias (sgRNAs) no programa CRISPOR (Figura 244B-superior) para posterior síntese. Para o desenvolvimento do modelo celular de MPSI, a linhagem THP-1 foi escolhida por atender a alguns requisitos básicos, como ser precursor hematopoiético de interesse no estudo (derivada de monócitos de sangue periférico) e não apresentar mutações ou polimorfismos na região alvo dos sgRNAs, visto pelo resultado do sequenciamento (Figura 244B-inferior).

Em seguida, a endonuclease Cas9 engenheirada com 3xNLS (*Nuclear localization Signal-SpCas9*) foi produzida e expressa na cepa bacteriana Rosetta 2. Foram executados ensaios de purificação por cromatografia líquida: afinidade, troca iônica e gel filtração, além de caracterização funcional da proteína. Diversos ensaios de padronização e validação foram executados, demonstrando a especificidade do complexo. Todas as caracterizações foram feitas com a 3xNLS-SpCas9 nas condições sem e com glicerol para avaliar as diferenças de estabilidade deste solvente frente ao processo de congelamento e descongelamento da amostra. Os resultados demonstraram que a 3xNLS-SpCas9, com ou sem glicerol, é estável nos testes realizados, possui estrutura secundária condizente com o descrito anteriormente e apresenta atividade de clivagem em complexo com o sgRNA e DNA alvo. Todas as etapas acima mencionadas estão esquematizadas na Figura 245.

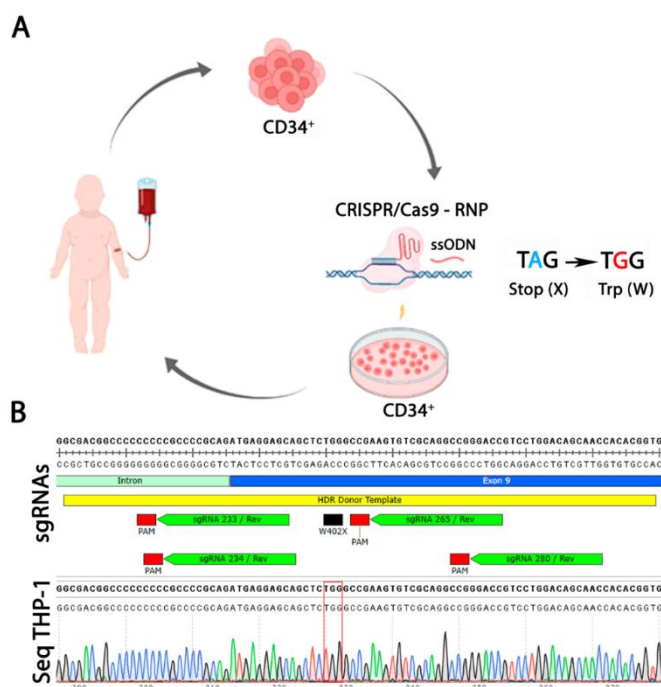


Figura 244: Modelo experimental de terapia gênica para MPSI-H. A. Terapia gênica para correção da mutação mais frequente na MPSI-H (W402X – TGG para TAG) por meio de transplante autólogo. As células tronco hematopoiéticas (CD34+) serão mobilizadas de pacientes portadores de MPSI (c.1206 G>A), coletadas e editadas utilizando a tecnologia CRISPR/Cas9. Este sistema é composto pela endonuclease Cas9 e um sgRNA (complexo de ribonucleoproteína - RNP) que direciona esta nuclease para a região alvo. Para a recombinação homóloga será utilizado como DNA molde um oligodeoxinucleotídeo de fita simples (ssODN). Após a edição as células serão transplantadas no paciente e repopularão a medula óssea. B. Superior - Desenho de quatro sgRNAs (verde) direcionados para o gene de interesse, próximos as sequências PAM (Protospacer Adjacent Motif) do gene alvo. Em preto, está indicada a mutação alvo da terapia (W402X) e, em amarelo, representado o DNA molde ou ssODN (HDR donor template). A parte inferior da figura mostra o sequenciamento Sanger da região alvo na linhagem THP-1, na qual não foram observadas mutações (retângulo vermelho indica o códon alvo da mutação W402X), validando a região desta célula para utilização dos respectivos sgRNAs desenhados.

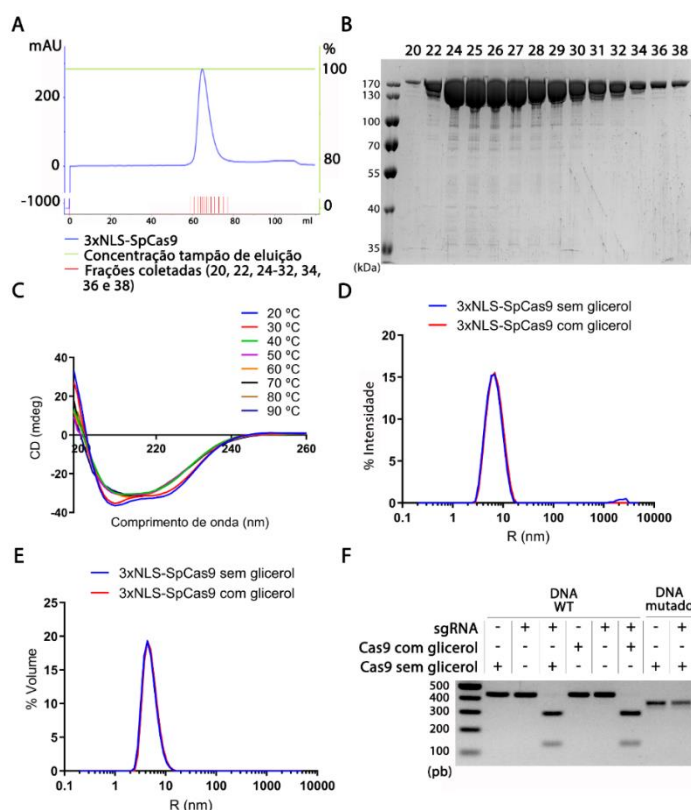


Figura 245: Produção e caracterização da 3xNLS-SpCas9 (166 kDa). A. Gráfico da Cromatografia por gel filtração da 3xNLS-SpCas9, evidenciando as frações coletadas da proteína purificada. B. Gel corado com azul de Comassie após a coleta das frações provenientes da Cromatografia por gel filtração. C. Análise da 3xNLS-SpCas9 por dicroísmo circular (CD, do inglês circular dichroism) em diferentes comprimentos de onda (206-260 nm) e temperaturas (20-90 °C). D e E. Análise da intensidade e volume da 3xNLS-SpCas9 por dispersão dinâmica de luz (DLS, do inglês dynamic light scattering). F. Ensaio de clivagem *in vitro* da 3xNLS-SpCas9 com sgRNA e DNA WT ou mutado, observado por eletroforese em gel de agarose 1%.

Competências habilitadoras

Bioimagens

Laboratório de Células Tronco

Uma das principais frentes do grupo de Bioimagens é o estabelecimento das competências para geração de células humanas de pluripotência induzida (do inglês, *induced pluripotent stem cells*, ou iPSCs). No laboratório de células-tronco (LCT), foi implementado o protocolo de reprogramação de células somáticas de modo a induzir a pluripotência, por meio da manipulação gênica de fibroblastos de um indivíduo controle (Figura 246A). Foi empregado um método que induz a expressão de fatores de transcrição embrionários (Oct3-4/Sox2/KLF4/c-Myc) por meio de vetores virais, que não se integram ao genoma da célula hospedeira, evitando modificação genômica não desejada, mas permitindo que as células sejam capazes de se diferenciar em qualquer tecido (Figura 246B). Após diferenciação são feitos 4 testes principais para controle de qualidade: morfológico, imunomarcações, expressão gênica (RT-qPCR) e variantes estruturais e genéticas por meio de cariótipo digital (i.e. MLPA). Somente com aprovação desses resultados e linhagem de iPSCs está apta para uso experimental.

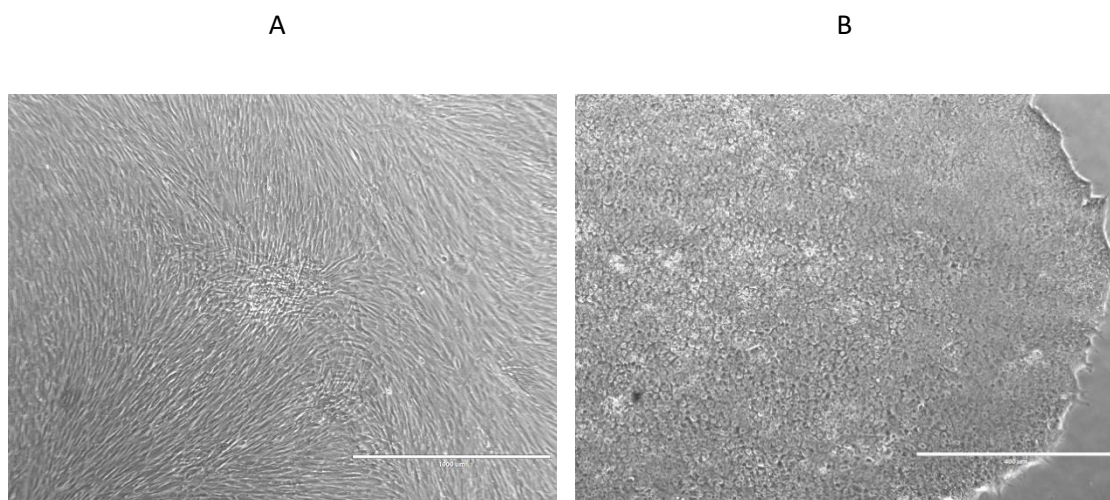


Figura 246. Processo de reprogramação celular. (A) Células fibroblásticas de um indivíduo controle, um dia antes da transdução viral, usando o kit CytoTune iPSC 2.0 Sendai. (B) Colônia de iPSCs do mesmo indivíduo (A), evidenciando a morfologia do estado de pluripotência.

Imunomarcagem de neurônios diferenciados a partir de iPSC

Células IPS foram diferenciadas para neurônios de modo a reproduzir o fenótipo de doenças dos pacientes. Foram adotados protocolos para formação de culturas 2D e 3D, chamados de organoides cerebrais. Novamente, um controle morfológico e de marcadores moleculares neurais são adotados (Figura 247). Assim, é possível quantificar precisamente e realizar estudos de dinâmicas celulares e diferenciação entre os diversos tipos.

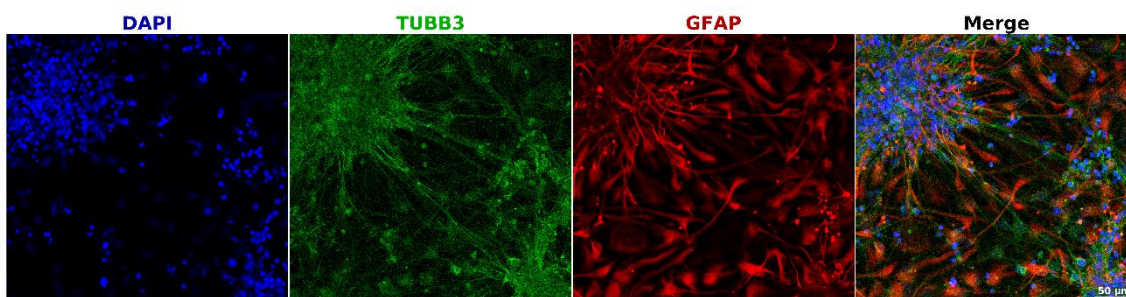


Figura 247 - Micrografia de fluorescência com marcações por anticorpos para validação da diferenciação neural a partir de iPSCs. Azul, núcleos das células (DAPI), Verde, neurônios marcados com tubulina beta 3; Vermelho, células da glia marcados com proteína ácida fibrilar (GFAP).

Laboratório de Eletrofisiologia

No LNBio foi montada uma sala para o comissionamento dos procedimentos de obtenção de dados eletrofisiológicos (Figura 248), com o objetivo de capturar a atividade elétrica extracelular em modelo humano que mimetiza o córtex cerebral. Foi utilizada uma sonda penetrante com 32 microelétrodos para captura dos sinais elétricos e estudos de ruídos elétricos do meio ao redor. A estrutura foi validada e prosseguiram com a implantação dos modelos biológicos.

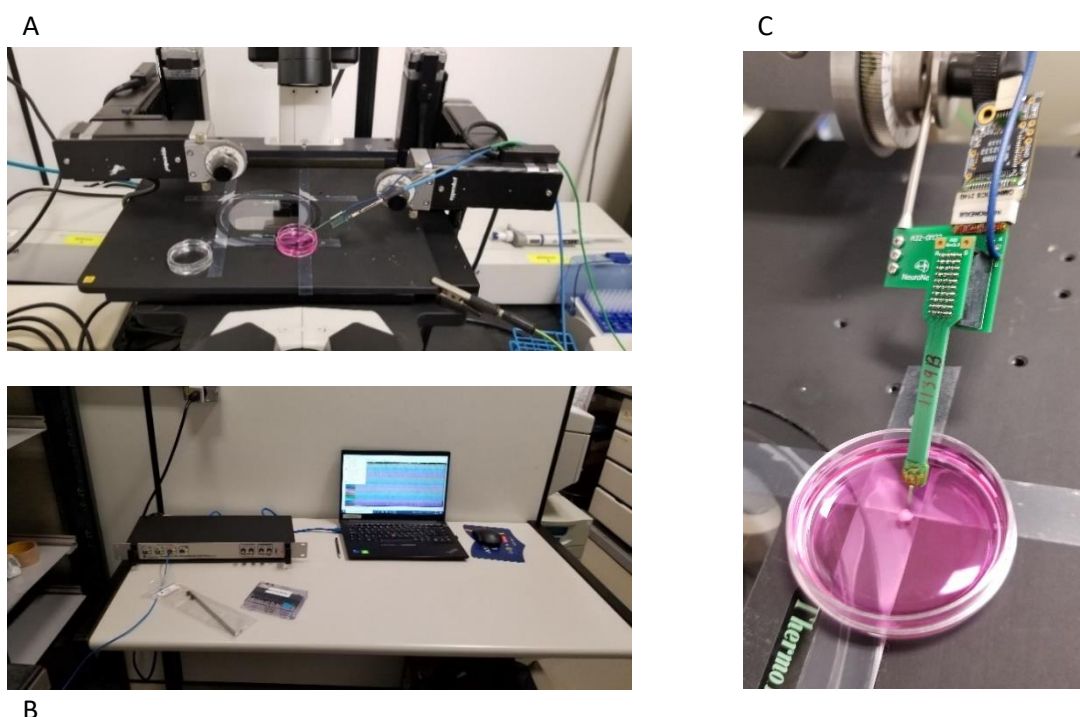


Figura 248. (A-B) Setup de eletrofisiologia para registros da atividade elétrica extracelular em modelo humano 3D, com organoides corticais e sonda penetrante de silício (shank probes) contendo 32 microelétrodos. (C) Detalhe de (A) mostrando a medição elétrica de um organoide cortical controle de seis meses de diferenciação e a sonda de silício de alta densidade.

Desenvolvimento de bioimagem em modelos in vitro e in vivo 2D e 3D no contexto de doenças neurodegenerativas:

Um dos projetos científicos do grupo é relacionado a sinucleonaptias, que são doenças causadas pela agregação descontrolada da proteína alfa-sinucleína (aSYN) que levam à morte neuronal, como na Doença de Parkinson. Ainda não há um completo conhecimento dos mecanismos envolvidos em nível celular. No segundo semestre de 2022, foram feitas análises biofísicas das proteínas purificadas em colaboração com as linhas IMBUIA e CEDRO do Sirius, respectivamente, ao longo do processo de agregação *in vitro* para estudo de dinâmica de mudança conformacional na estrutura secundária. Foi estabelecido o preparo de amostras com filmes homogêneos e secos depositados em substrato de ouro, via processo de *spin coating* seguido de validação de espessura com perfilômetro (Figura 249).

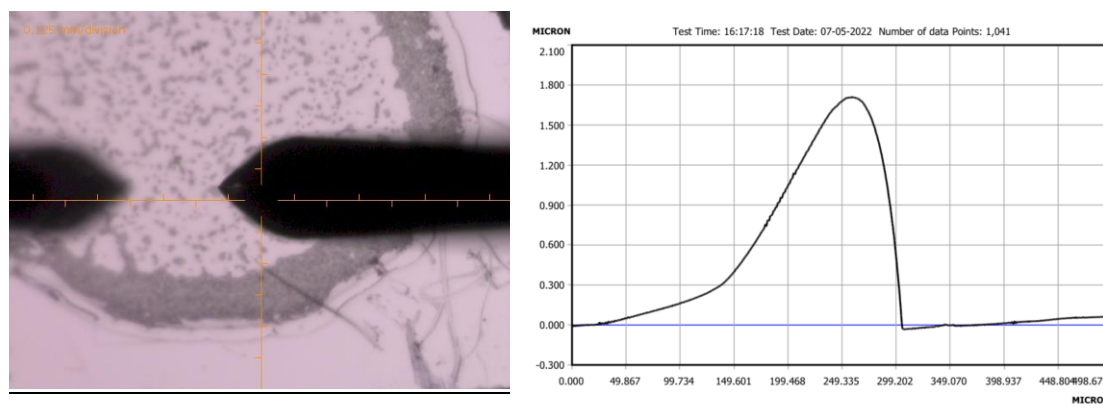


Figura 249. Medidas no perfilômetro. Esquerda, Imagem de campo claro do filme de alfa sinucleína sobre o substrato de ouro depositado por spin coating. Direita, perfil de espessura do filme formado no substrato.

Para o estudo da dinâmica estrutural foram gerados filmes de alfa-sinucleína ao longo de 7 dias de agregação a 37°C, 600 RPM com coleta em intervalos de cerca de 12h. Os filmes apresentaram um artefato nas bordas, que ficaram mais espessas. As medidas, na linha IMBUIA, foram realizadas em modo de reflectância, escolhendo regiões com cerca de 2µm de espessura. Os resultados atestam a mudança de conformação da proteína a partir de uma estrutura intrinsecamente desordenada para uma organização com aumento gradativo na concentração de folhas beta. (Figura 250).

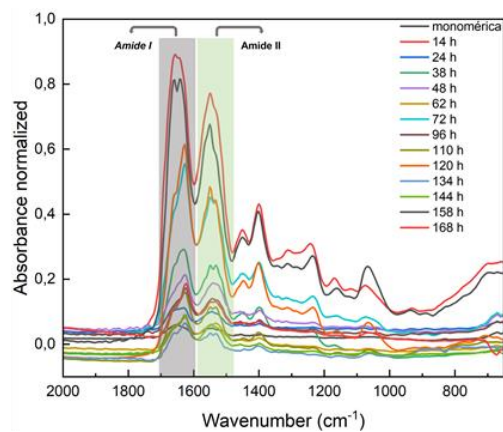


Figura 250. Espectro de FTIR da alfa-sinucleína ao longo de agregação a 37°C. Nota-se que durante o processo, a proteína muda de uma estrutura intrinsecamente desordenada para uma organização crescente evidenciada com enriquecimento na região de amidas I e II que assinalam presença de folhas beta.

Em paralelo foram realizadas medidas de dicroísmo circular na linha CEDRO, de modo a acompanhar o processo de agregação entre os dias 1 e 7 e avaliar o impacto da formação de filmes secos na estrutura da proteína, uma vez que medições por FITR são realizadas com amostras nessas condições. Observou-se que o processo de secagem das amostras causa uma organização estrutural que pode interferir na busca por assinaturas espectrais que permitem rastrear tais mudanças no ambiente celular. Os resultados também suportam os dados de FTIR mostrando a transição da proteína de uma estrutura desordenada no estado monomérico para uma gradativa organização durante os estados oligoméricos ao longo de 7 dias. Tais dados de dinâmica estrutural associarão uma assinatura espectral dessa proteína em seus diferentes estados e permitirão seu rastreamento no ambiente celular de neurônios. Para tanto, as células serão expostas a fibrilas pré-formadas de alfa-sinucleína para desencadear o processo de agregação controlada. Nesse cenário é crítico o controle dos tamanhos das fibrilas em, no máximo, de 50nm. Para tal, foi adotado um procedimento de sonicação seguido de validação por microscopia eletrônica para estabelecer um protocolo consistente e reprodutível (Figura 251).

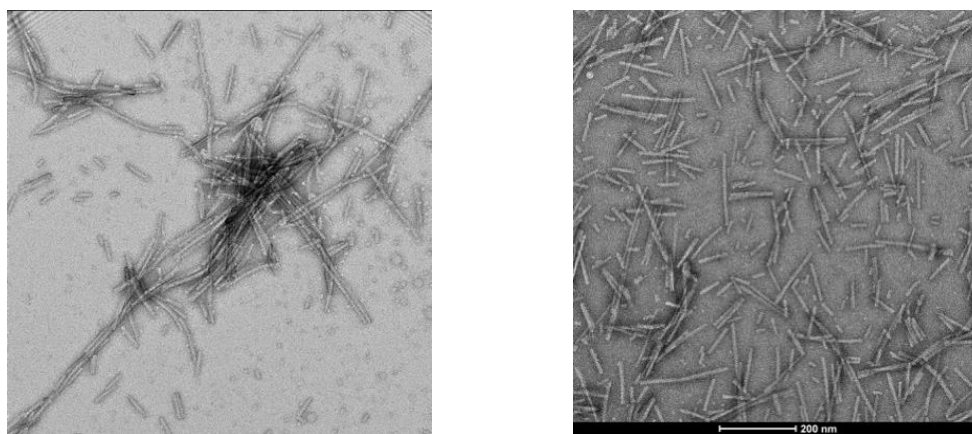


Figura 251. Eletromicrografia da proteína alfa-sinucleína em sua estrutura de fibrilas. Esquerda, heterogeneidade dos agregados após incubação por 7 dias. Direita, resultado da otimização de sonicação no qual obtivemos filamentos de ao redor de 50nm em sua maioria.

Com esses resultados a equipe avançou na busca de uma assinatura espectral que permita que seja acompanhada a dinâmica temporal e espacial da alfa-sinucleína dentro da célula.

Processamento de imagens

Um dos principais desafios no entendimento de doenças de redes de neurônios é a correta e automatizada segmentação de células individuais. Partindo de microscopias 3D usando marcadores fluorescentes, com técnicas de clareamento que evitam o excessivo espalhamento da luz com perda de resolução, foram montados fluxos que automatizam as análises. Esse processamento deve ser capaz de inferir, com suficiente precisão, os limites físicos de cada neurônio. A metodologia computacional desenvolvida basicamente envolve quatro passos, são eles: 1) extração de uma rede de grafos a partir das imagens; 2) extração dos núcleos celulares; 3) individualização dos neurônios considerando os corpos celulares; 4) avaliação da precisão do método ao comparar os resultados obtidos, com neurônios manualmente anotados (Figura 252).

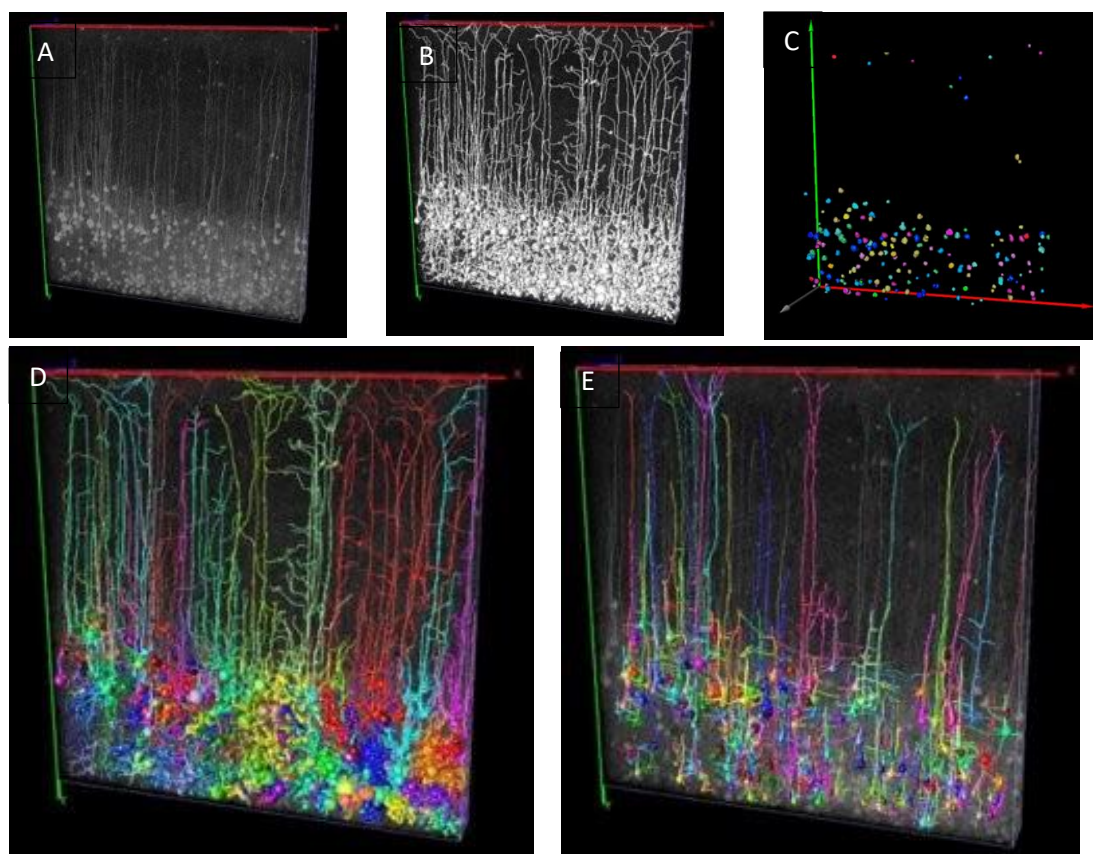


Figura 252. Desenvolvimento de metodologia computacional para individualização de neurônios a partir de imagens de microscopia confocal. A, Imagem de córtex de camundongo transgênico expressando proteína fluorescente em neurônios maduros (THY1-YGFP); B, Rede de grafos resultante de métodos de traçados; C, identificação e individualização de núcleos de células (somas); D, resultado da individualização dos neurônios; E, anotação manual (ground truth) para métricas de eficácia.

Em paralelo também foi estabelecido um modelo animal (Nestina-Brainbow 3.2), no qual os neurônios expressam diversas proteínas fluorescentes que são dirigidas para a membrana das células, permitindo um melhor entendimento da conectividade neuronal (Figura 253).

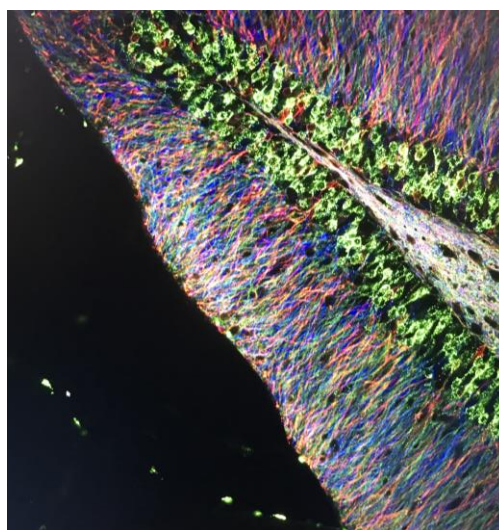


Figura 253. Giro denteado do hipocampo de camundongo transgênico Nestina-Brainbow 3.2 onde cada neurônio expressa uma combinação de proteínas fluorescentes.

Esse esforço foi empregado com sucesso no processamento da primeira tomografia de cérebro feita na linha de tomografia MOGNO. Foi medida uma amostra de córtex cerebral de camundongo, com marcação de Golgi-Cox, na qual alguns poucos neurônios (1 a 3%) esparsos são impregnados com mercúrio, revelando a morfologia celular típica e seus neuritos. Em poucos dias foi possível processar a tomografia individualizando os neurônios e iniciando estudos de conectividade (Figura 254).

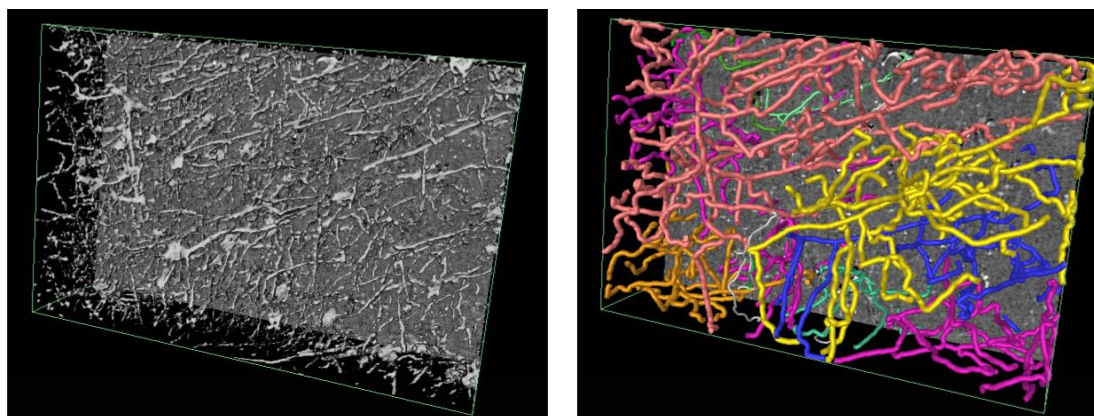


Figura 254. Processamento de neurônio em tomografia síncrotron na linha MOGNO. Esquerda, renderização de microtomografia crua. Direita, renderização da segmentação de neurônios individualizados.

Em outra frente de atuação do grupo, foram criados processamentos flexíveis de imagens panorâmicas em 2D de cardiomiócitos para medições individualizadas. Foi usada uma sequência de filtros removedores de ruído seguido por filtros morfológicos para separar as células, além de adotar uma rede neural convolucional (UNet CNN) para definir as bordas celulares seguido por filtros morfológicos para individualizar as células. Todos os resultados foram validados em comparação com anotações manuais, alcançando 60% de acurácia (Figura 255).

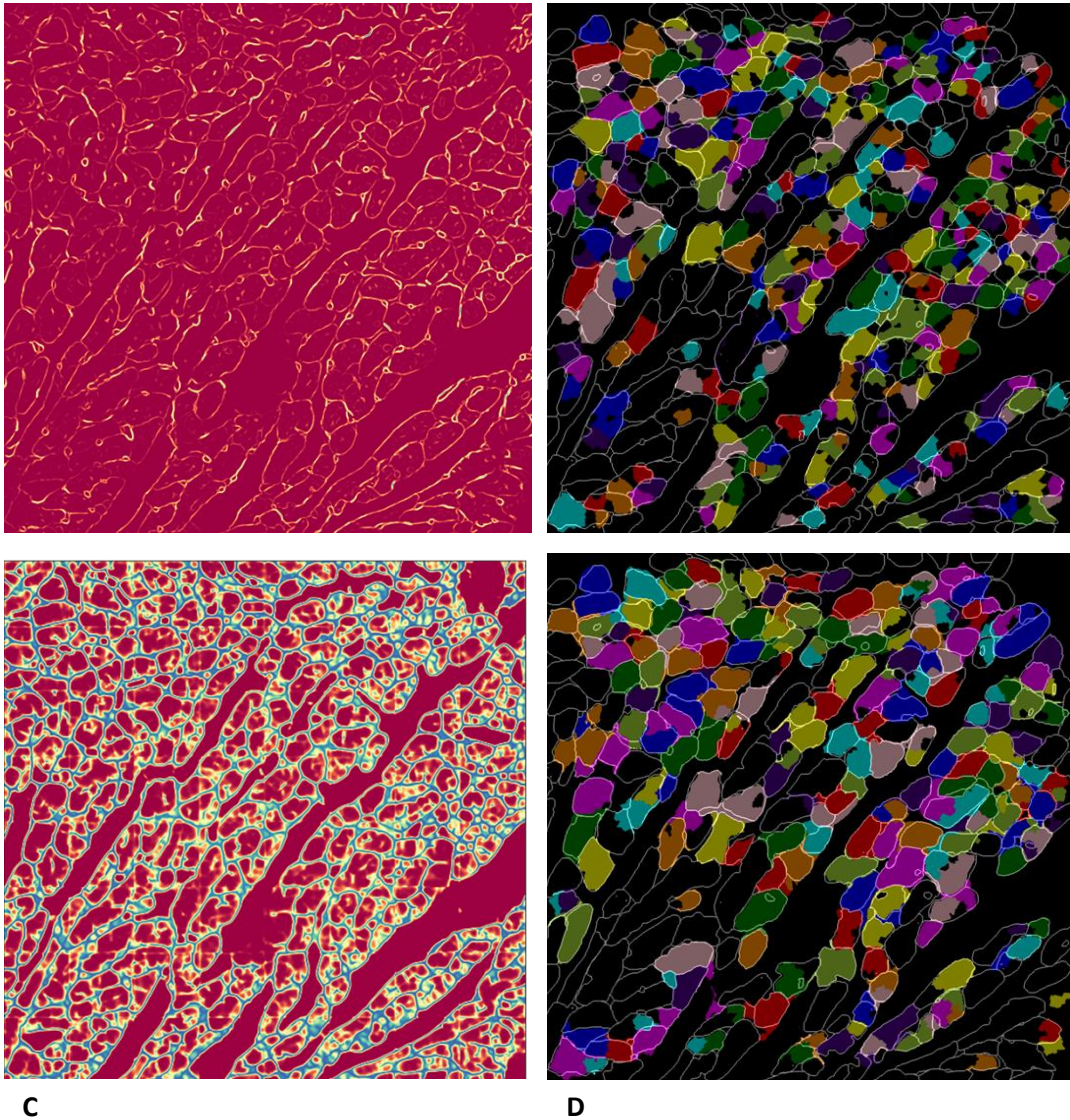


Figura 255. Processamento e imagens 2D panorâmicas de coração da camundongo. A, resultado após remoção de ruído; B, resultado final validado do processamento morfológico; C, imagem de probabilidade da rede neural para realce de bordas celulares; D, resultado final de individualização das células.

Biologia Computacional

A Plataforma de Biologia Computacional (PBC) visa o desenvolvimento de modelos teóricos computacionais acurados utilizando dados experimentais de macromoléculas biológicas aliados ao processamento de alto desempenho, permitindo aos pesquisadores compreender melhor a função biológica dos sistemas biomacromoleculares. Estes modelos computacionais permitem a elaboração e análise de hipóteses antes da realização de experimentos de bancada, acelerando a produção de resultados precisos e reduzindo custos.

Nas instalações da PBC são realizadas atividades de pesquisa científica interna, atendimentos de propostas no âmbito da SAU, colaboração com pesquisas do Eixo 3 e, por fim, treinamentos de colaboradores na utilização de HPCC. A seguir, são descritos os resultados dessas pesquisas conduzidas na Plataforma.

Predição estrutural e funcional de macromoléculas

Análise estrutural da proteína N de SARS-CoV-2

Através da combinação de técnicas de processamento de imagens de microscopia eletrônica, técnicas biofísicas e simulações de dinâmica molecular, a estrutura e dinâmica conformacional da proteína N foram identificadas e descritas. A proteína N é uma importante proteína estrutural do SARS-CoV-2 tendo um papel crítico na interação com RNA. Portanto, foi avaliada a interação da proteína N com segmentos de RNA (Figura 256A), propondo uma organização estrutural dessa proteína em estado dimérico (Figura 256B) e octamérico (Figura 256C) que corroboraram com mapas estruturais obtidos por microscopia eletrônica (Figura 256D). Além, disso, propôs-se uma descrição da interação molecular que leva a oligomerização da N proteína. Esse trabalho foi publicado na revista *PLOS Computational Biology*⁷⁸ e teve uma atenção especial por parte da revista que evidenciou uma imagem ilustrativa do trabalho em seu site principal.

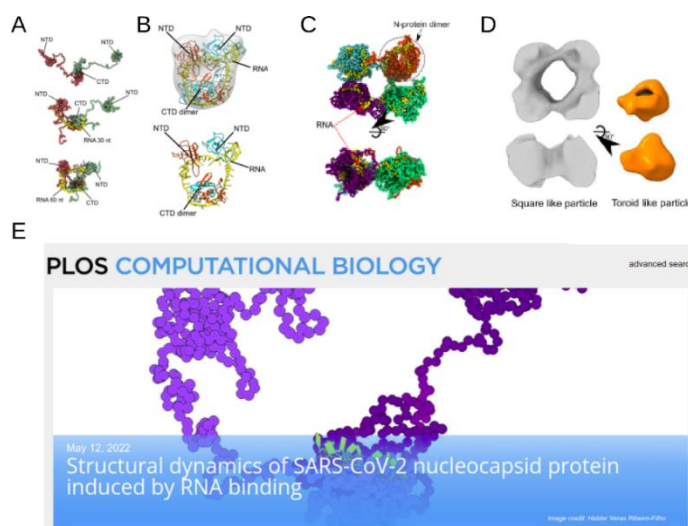
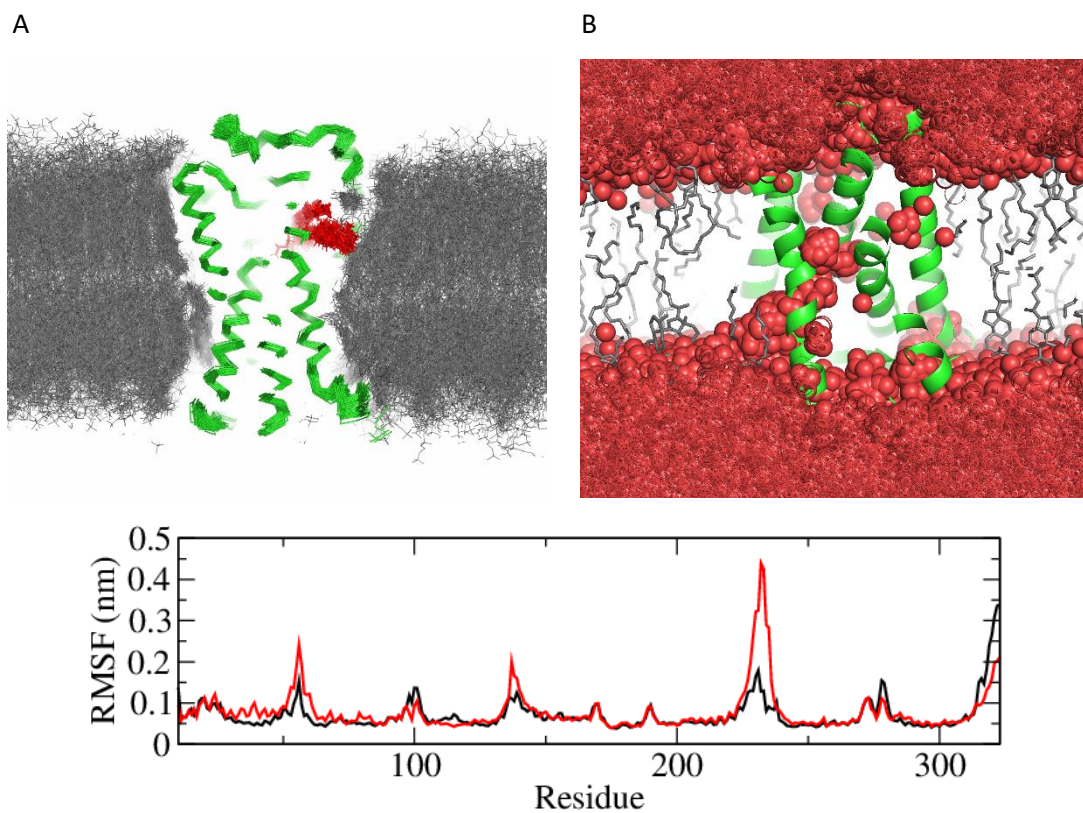


Figura 256. Análise estrutural da proteína N na presença e ausência de RNA. (A) Modelos representativos de dímeros da N proteína (um monômero vermelho e o outro verde), na presença ou ausência de moléculas de RNA (esferas em amarelo, com 30 ou 60 nucleotídeos), obtidas através de simulações utilizando modelos do tipo grão grosso. Os domínios NTD e CTD da N proteína estão indicados. (B) Modelo estrutural e compactado do dímero da proteína N na presença de uma molécula de RNA com 60 nucleotídeos (estrutura em amarelo). Os domínios NTD e CTD da proteína N estão indicados. O mapa de densidade (em cinza transparente), no qual o modelo foi ajustado está apresentado na imagem superior. (C) Modelo do tipo grão grosso de um octâmero da N proteína com moléculas de RNA. (D) O mapa de densidade em cinza sugere uma organização octamérica da proteína N, conforme proposto no modelo de grão grosso em (C). O mapa de densidade que corresponderia a um dímero da N proteína (em laranja), o mesmo apresentado em (C). E) Imagem ilustrativa e chamada para o trabalho no site da PLOS Computational Biology.

Simulações de dinâmica molecular de um Receptor acoplado à proteína G:

A dinâmica estrutural de um receptor acoplado à proteína G (GPCR) foi investigada no contexto da membrana plasmática e de diferentes ligantes como substrato natural, agonistas, antagonistas e moléculas que são candidatas a fármaco (Figura 257A-C). Com essas simulações foi possível identificar o efeito de cada ligante sobre regiões da proteína que estão conhecidamente envolvidas com processos biológicos de interesse farmacológico. Com isso foi

possível escolher as moléculas mais adequadas para prosseguimento no *pipeline* de desenvolvimento de fármacos.



C

Figura 257. Simulação de GPCR. A) Frames de uma mesma simulação sobrepostos. GPCR em ribbons verdes, ligante em sticks vermelhos e membrana em linhas cinzas. B) Passagem de água através do GPCR. Proteína em cartoon verde, membrana em sticks cinza e água em esferas vermelhas com frames sobrepostos. C) Flexibilidade da proteína em duas condições diferentes.

Simulações de dinâmica molecular da enzima Aldeído Desidrogenase:

As enzimas ALDH1A2 e ALDH2 foram simuladas em diferentes estados oligoméricos a fim de avaliar o impacto do grau de oligomerização sobre a dinâmica do seu sítio catalítico e especificidade no reconhecimento de substratos de cada uma delas (

Figura 258). Os resultados obtidos reproduzem características experimentalmente conhecidas das proteínas e fornecem novas informações sobre o mecanismo de seletividade delas. Esses resultados foram utilizados como estudo de caso para o programa KVFinderMD (descrito abaixo).

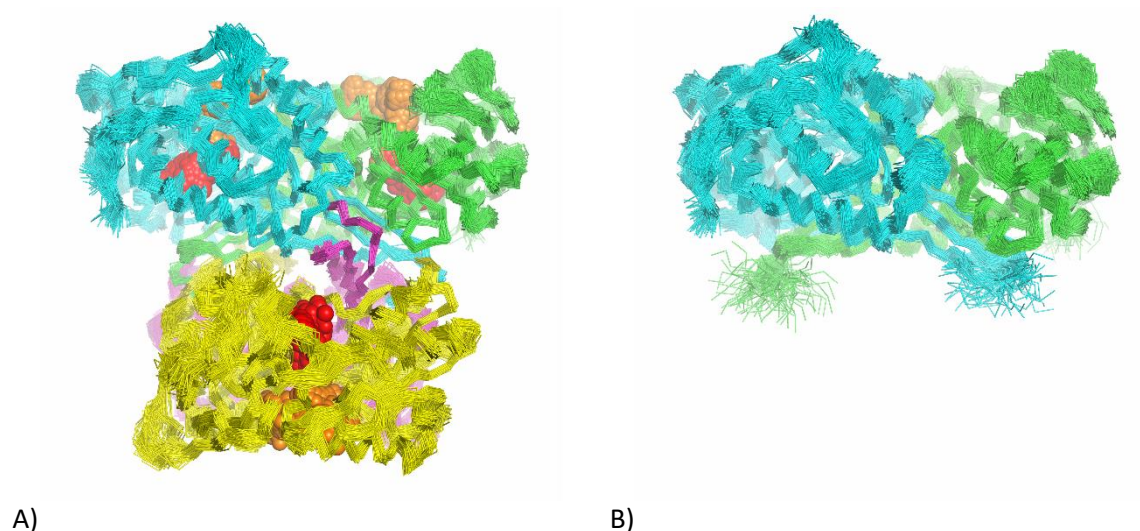


Figura 258. Simulações da proteína ALDH2 nas formas a) tetramérica complexando NAD e substrato e b) dimérica sem cofator e sem ligante. Frames de uma mesma simulação estão sobrepostos na figura. Monômeros estão mostrados em ribbons coloridos, NAD em esferas laranja e substrato em esferas vermelhas.

Modelagem molecular e simulações de dinâmica molecular de glicoproteínas

A adição de carboidratos (açúcares) a proteínas é um processo pós-traducional que regula criticamente a função dessas proteínas. As glicoproteínas virais, por exemplo, possuem diversos sítios de glicosilação que podem regular a interação dessas glicoproteínas a receptores das células do hospedeiro e mesmo afetar o acesso a anticorpos. Entretanto, o entendimento da estrutura desses glicanos em relação a glicoproteína é bastante limitado devido a ampla diversidade conformacional que os glicanos podem adquirir. Dessa forma, foi definido neste projeto uma combinação de técnicas de modelagem de glicanos utilizando o servidor CHARMM-GUI seguido por simulações de dinâmica molecular para investigar a dinâmica conformacional de glicanos (Figura 259). A definição da combinação dessas técnicas pode ser aplicada a outros sistemas biológicos de interesse.

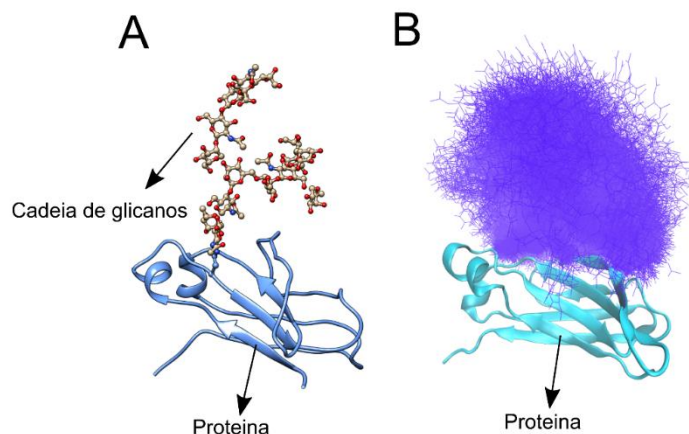


Figura 259. **Modelagem molecular e simulações de dinâmica molecular de glicoproteínas.** (A) Modelagem molecular de uma cadeia de carboidratos (em sticks) ligada a uma glicoproteína de interesse (em cartoon) realizada no servidor CHARMM-GUI. (B) Simulação de dinâmica molecular de uma glicoproteína (em cartoon) evidenciando uma ampla diversidade conformacional da cadeia de carboidratos (em roxo) obtidas durante a trajetória da simulação e sobrepostas.

Predição de interações entre macromoléculas e entre macromoléculas e pequenas moléculas

Modelagem molecular da interação entre TrkA e seu substrato PLCg1, e planejamento de peptídeo inibidor

Historicamente, os estudos conduzidos na plataforma de biologia computacional têm enfoque no entendimento da interação entre proteínas quinases e seus substratos, dado o papel chave que essas proteínas exercem na regulação dos mais diversos processos biológicos. São desenvolvidas e aplicadas abordagens para modelar a interação entre quinases e seus substratos. Nesse sentido, em colaboração com Universidade de São Paulo, foi investigado, do ponto de vista estrutural, a interação da proteína quinase TrkA e seu substrato PLCg1, culminando com a identificação de um peptídeo derivado dessa quinase com potencial ação analgésica (Figura 260). Esse trabalho foi publicado na revista *Science Signaling*⁶⁵ e a modelagem do complexo proporcionou a capa dessa revista na edição de abril de 2022 (Volume 15 – Issue 731).

⁶⁵ Moraes BC, et al. 2022 *Science Signaling* 26;15(731) doi: 10.1126/scisignal.abm6046.

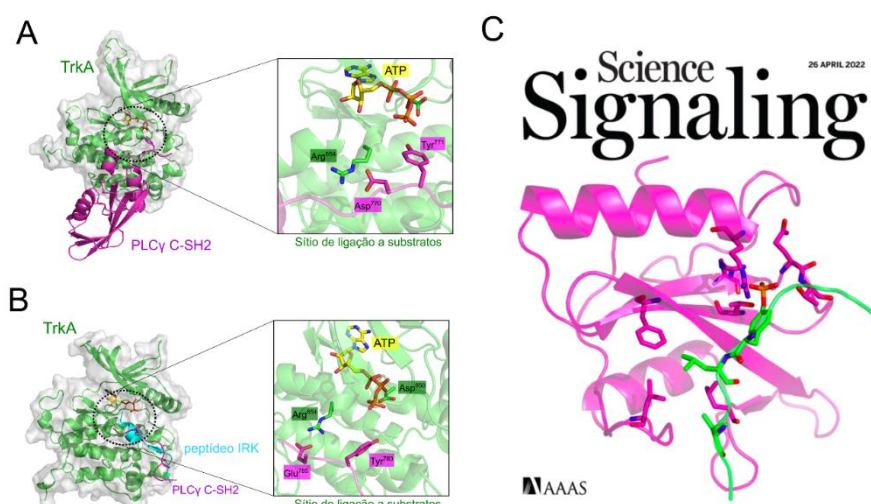


Figura 260. Modelos estruturais da interação da proteína quinase TrkA com seu substrato PLCγ1. (A) e (B) Modelos estruturais obtidos por modelagem molecular computacional da interação entre TrkA (em verde) e os domínios C-SH2 (em A) e N-SH2 (em B), respectivamente, da proteína PLCγ1 (em magenta). Essas interações acarretam fosforilação desses domínios. Em destaque são apresentados resíduos importantes para essa interação. Em B, está apresentado também a interação entre um peptídeo derivado da quinase IRK (em azul) e a TrkA (em verde). (C) Capa da revista Science Signaling da edição de abril de 2022 evidenciando a modelagem computacional da interação entre TrkA e um peptídeo inibidor.

Modelagem molecular e simulações de dinâmica molecular da interação entre a quinase MST2 e o complexo SCFβTrCP E3 ubiquitin ligase

Ainda na linha de proteínas quinases, os pesquisadores da plataforma de Biologia Computacional, colaboraram com pesquisadores com da Universidade de São Paulo para entender como a quinase MST2 interage com a proteína βTrCP (parte do sistema proteossomal de ubiquitinação) e como ela é degradada por esse sistema através de uma sequência não canônica de degradação. Os modelos moleculares foram obtidos por simulações de dinâmica molecular usando o segmento da proteína MST2 que é ancorado ao domínio WD40 da proteína βTrCP (Figura 261). Para caracterização do sítio de interação entre esse segmento da MST2 e o domínio WD40 usamos o software parKVFinder, desenvolvido pelo grupo do LNBio. Os resultados desse projeto, fornecem informações sobre mecanismos que controlam a proteólise direcionada da MST2, cuja degradação é uma parte crucial no circuito mecanorregulatório que detecta e transduz sinais físicos do microambiente celular. Os resultados provenientes desse trabalho foram publicados nesse ano de 2022 na revista *Biochimica et Biophysica Acta* (BBA)⁶⁶ (DOI: 10.1016/j.bbagen.2022.130238).

⁶⁶ Fiore APZP, et al. (2022) Biochim Biophys Acta Gen Subj. 1866(12):130238. doi:10.1016/j.bbagen.2022.130238.

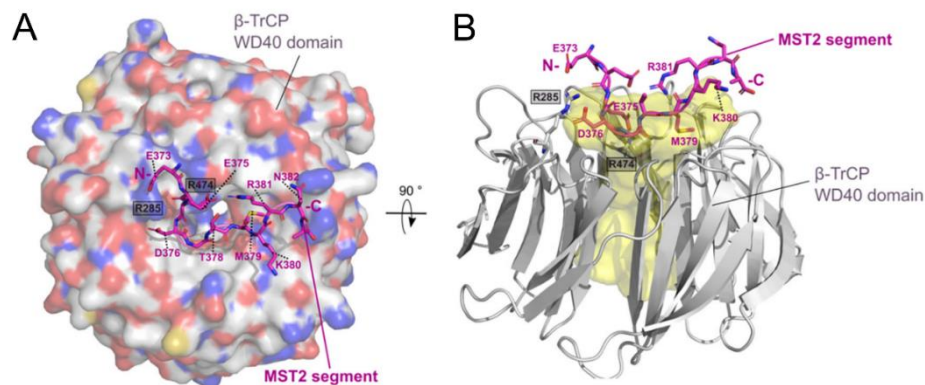


Figura 261. Modelos estruturais da interação entre a proteína quinase MST2 e a proteína β TrCP. (A) e (B) Modelo estrutural da interação entre o segmento da MST2 ligado ao domínio WD40 da proteína β TrCP obtido de uma simulação de dinâmica molecular de 200 ns. Em (A) o domínio WD40 é apresentado em superfície e colorido por tipo de átomo enquanto o segmento da MST2 é apresentado em magenta. Em (B) o mesmo completo é apresentado com rotação e evidencia a cavidade do domínio WD40 que é ocupada pelo segmento peptídico da proteína MST2. A detecção de cavidade foi realizada com o software parKVFinder, desenvolvido por nosso grupo.

Simulações de dinâmica molecular da proteína DDX3X selvagem e mutante:

A proteína DDX3X (alvo de pesquisa interna do LNBio) e um de seus mutantes foram simulados em várias condições de oligomerização, estados conformacionais e presença de ligantes diferentes. O objetivo do trabalho foi identificar resíduos envolvidos nas transições conformacionais relacionadas a efeitos patogênicos da proteína a fim de identificar novos inibidores desse processo. Estes resultados foram essenciais para o avanço dos experimentos de outros grupos do LNBio e trouxeram novas informações sobre o mecanismo de funcionamento da proteína e possíveis abordagens terapêuticas (Figura 262).

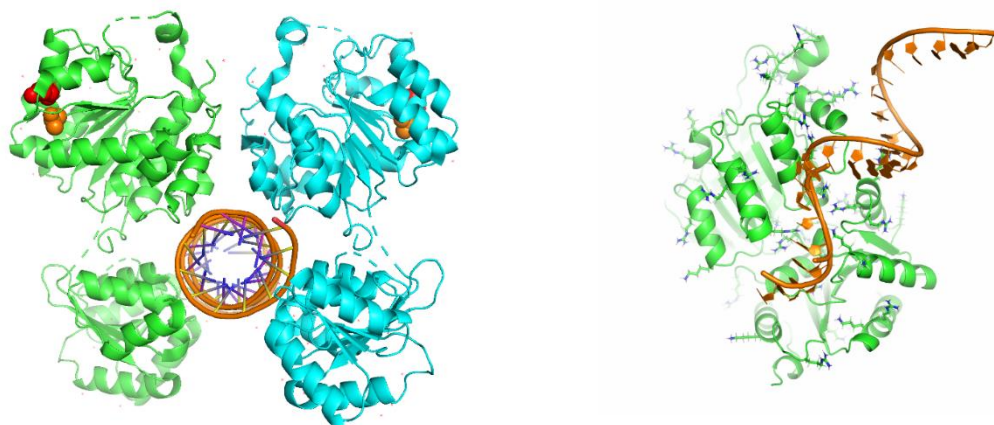


Figura 262. DDX3X em diferentes conformações e estados oligoméricos complexando RNA. A proteína está mostrada em cartoon verde e ciano e RNA em cartoon laranja. A) Dois monômeros da DDX3X complexando uma fita dupla de RNA (dsRNA). B) Monômero da DDX3X em uma conformação diferente complexando uma fita simples de RNA (ssRNA).

Docking molecular e simulações de dinâmica molecular aplicadas a modelar complexos proteína-proteína

O experimento de ligação cruzada (cross-linking - XL) e posterior análise através de espectrometria de massas é uma das metodologias aplicadas na descrição da interfase proteína-proteína. Porém, às vezes, os dados experimentais são escassos devido a que os resíduos envolvidos no XL não são abundantes ou suficientemente reativos.

A modelagem molecular dos complexos proteína-proteína pode ser realizada através de docking molecular e incluindo como parâmetros os dados de XL, a fim de obter uma maior precisão ao resultado in-silico. Em um projeto interno do LNBIO através do SAU, este método foi aplicado para descrever um complexo proteína-proteína que tem se mostrado, experimentalmente, como modulador de câncer de boca.

As estruturas 3D das proteínas participantes da interação foram modeladas usando AlphaFold2 porque não ter disponível publicamente a estrutura experimental dessas proteínas (Figura 263). Vários modelos da interação proteína-proteína foram obtidos através de realizar docking molecular exaustivo usando três diferentes aproximações de docking molecular combinado com os dados de XL. Os resultados do docking molecular foram analisados, selecionando-se, por cada método de docking molecular, o complexo proteína-proteína que melhor se ajustava com os dados experimentais. A estabilidade dos modelos foi avaliada usando dinâmica molecular (Figura 263), selecionando-se o modelo mais estável como final.

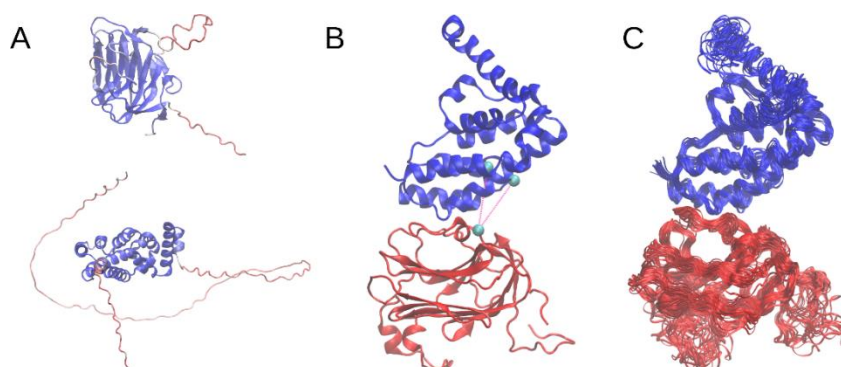


Figura 263. Modelagem de complexo proteína-proteína envolvido no câncer de boca. A) Estrutura obtida através do AlphaFold2. As estruturas estão em representação New Cartoon e coloreado de segundo a confiabilidade das regiões modeladas (de azul até vermelho, de maior confiabilidade a menor, respectivamente). B) Exemplo de modelo obtido por docking molecular em combinação com dados de XL. Em representação VDW, os carbonos beta usados para medir a distância entre os resíduos e compará-los com os dados de XL. C) Estruturas da etapa de produção da dinâmica molecular que apresentou uma estrutura mais estável. Pode-se observar que a interfase se mantém muito estável.

Planejamento racional de anticorpos monoclonais contra câncer

Entendimento da variabilidade estrutural de antígenos e sua influência no planejamento de anticorpos

Anticorpos que funcionam através do mecanismo de bloqueios de pontos de checkpoint imunológico foram simulados isoladamente e na presença de seu antígeno correspondente. Com esses dados foi possível avaliar o efeito de diferentes métodos de modelagem e simulação na descrição das propriedades físico-químicas do complexo antígeno-anticorpo (Figura 264). O objetivo é encontrar as melhores condições computacionais para modelar esses complexos, o que será usado diretamente na próxima fase do trabalho: fazer a evolução in silico do anticorpo com o objetivo de criar um novo anticorpo contra o mesmo alvo que seja mais potente e igualmente seguro para uso terapêutico humano.

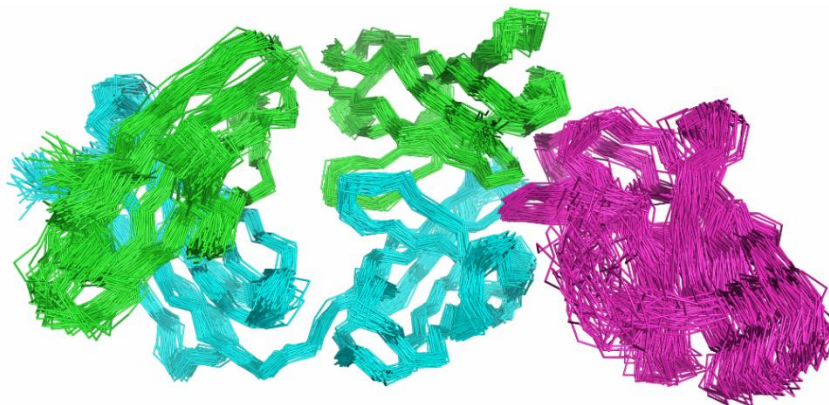


Figura 264. Dinâmica conformacional do anticorpo (ribbon verde e ciano) em complexo com seu antígeno (ribbon magenta). Enquanto a interface de interação do antígeno com o receptor praticamente não se move, as regiões distantes do anticorpo se movem muito.

Entendimento do potencial antigênico de epítomos

Os epítomos de proteínas virais têm uma antigenicidade associada que pode ser aplicada a usos terapêuticos ou de análises clínicas. Existem vários servidores on-line de predição de antigenicidade de peptídeos de uma proteína viral, a fim de definir se poderia ser um epítomo. Porém, esses preditores não consideram se o peptídeo está exposto o suficiente para ser de fato reconhecido por um anticorpo.

Em colaboração com um grupo do LNBIO, foi desenvolvido um programa de análise em Python para analisar simulações de dinâmica molecular e prever quais peptídeos antigênicos de uma proteína estrutural de SARS-CoV-2, de um conjunto de propostos, está exposto na superfície da proteína viral para seu reconhecimento (Figura 265). Os peptídeos na Figura 265A e Figura 265F foram os que apresentaram uma maior exposição para serem reconhecidos.

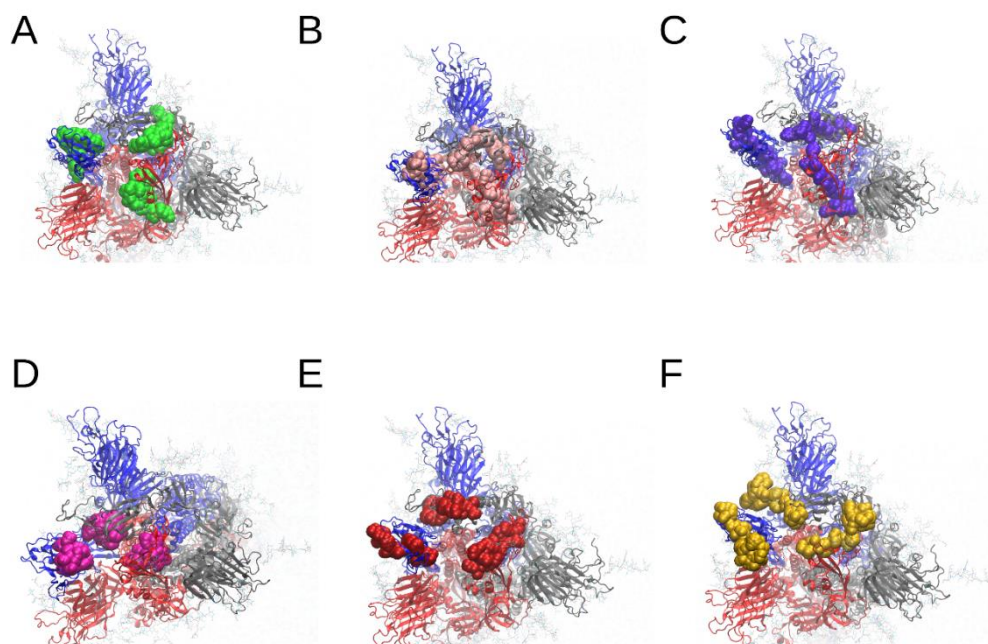


Figura 265 A proteína de SARS-CoV-2 em representação New Cartoon e colorada por monômero. Cada uma das figuras mostra os peptídeos analisados (representação VDW) e com cores verde (A), rosa (B), azul (C), magenta (D), vermelha (E) e amarela (F).

Desenvolvimento de algoritmos em Biologia Computacional

KVFinder-suite

Processos biológicos são modulados por interações entre biomoléculas, variando de pequenas moléculas, como íons, até macromoléculas, como proteínas e ácidos nucleicos. Para o processo de interação, ligantes geralmente interagem em sítios de ligação específicos formados por fendas expostas ao solvente ou cavidades enterradas nos receptores. As interações receptor-ligante, como interações proteína-proteína (IPP) e proteína-ligante (IPL), são consequência da complementariedade espacial, estrutural e físico-química, que governam o reconhecimento molecular entre o par de interação, restringindo assim a um pequeno número de ligantes a interação eficiente com um dado receptor alvo. A identificação e avaliação de cavidades permite o entendimento da estrutura terciária da biomolécula e de seus supostos sítios de ligação ao ligante, desempenhando um papel estratégico no desenvolvimento de novos fármacos. Neste cenário, o Laboratório de Biologia Computacional (LBC) integrou ferramentas de detecção e caracterização de sítios de ligação de biomoléculas em uma plataforma, chamada KVFinder-suite⁶⁷, contemplando os programas publicados anteriormente, parKVFinder⁶⁸ (<https://github.com/LBC-LNBio/parKVFinder>) e pyKVFinder⁶⁹ (<https://github.com/LBC-LNBio/pyKVFinder>). Concomitantemente, o grupo está desenvolvendo novas ferramentas, como o KVFinder-web, SERD e KVFinderMD para integrarem a plataforma.

⁶⁷ Oliveira, SH et al (2014) BMC Bioinformatics, 15. <https://doi.org/10.1186/1471-2105-15-197>

⁶⁸ Guerra, JV et al (2020) SoftwareX, 12, 100606. <https://doi.org/10.1016/j.softx.2020.100606>

⁶⁹ Guerra, JV et al (2021) BMC Bioinformatics 22, 607 (2021). <https://doi.org/10.1186/s12859-021-04519-4>

KVFinder-web

O KVFinder-web é uma aplicação web de código aberto para detecção e caracterização de cavidades em qualquer tipo de estrutura biomolecular, que consiste em dois componentes independentes: um serviço web RESTful (KVFinder-web service) e uma interface web gráfica (KVFinder-web interface).

O serviço web do KVFinder (KVFinder-web service) detecta e caracteriza espacialmente cavidades usando o parKVFinder, que implementa um método geométrico baseado em grade e esfera, para detectar cavidades em estruturas biomoleculares, com um sistema de dupla sonda. O serviço web possui uma arquitetura Web-Fila-Trabalho (em inglês, Web-Queue-Worker), que processa as solicitações e respostas HTTP da interface web, gerencia os trabalhos e executa o parKVFinder nos trabalhos aceitos. O KVFinder-web service foi testado em um conjunto de dados de 1.000 domínios de proteínas únicos com 6 conjuntos diferentes de parâmetros de detecção, mostrando consistência neste teste de alta demanda.

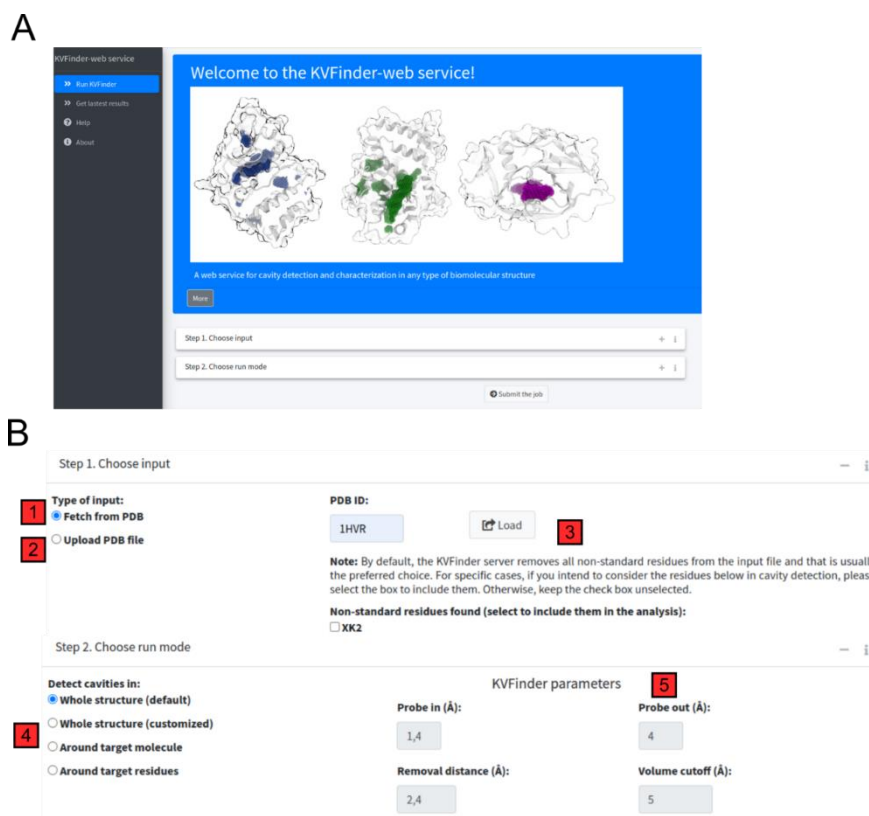


Figura 266. KVFinder-web interface. (A) Uma captura de tela da página principal da interface do KVFinder-web mostrando as guias principais e as seções de entrada da biomolécula de destino e escolha do modo de execução do KVFinder-web. (B) Visão detalhada de cada etapa que os usuários devem concluir antes de enviar a biomolécula alvo para detecção de cavidade. A primeira etapa compreende a seleção da biomolécula alvo, que pode ser feita fornecendo um código PDB e buscando no banco de dados PDB (1) ou carregando diretamente um arquivo no formato PDB (2). Depois de carregar a estrutura, o KVFinder-web a verifica e informa os resíduos fora do padrão detectados (3). Na

próxima etapa, os usuários devem selecionar um modo de execução apropriado do KVFinder-web (4) e personalizar, se necessário, os parâmetros de detecção (5).

A interface web do KVFinder (KVFinder-web interface; Figura 266), desenvolvida em R Shiny, disponibiliza as principais funcionalidades do KVFinder-web service, no qual os usuários podem carregar uma biomolécula alvo de um arquivo PDB ou pelo código PDB, personalizar parâmetros de detecção de cavidades e modos de execução, e baixar e visualizar resultados. A interface fornece uma maneira fácil e interativa de obter e visualizar os resultados da detecção de cavidades (Figura 267). Os volumes e áreas de cada cavidade são mostrados em uma tabela interativa, disponível para download no formato TOML. Um visualizador de biomoléculas, alimentado pelo motor NGL para R, exibe a estrutura biomolecular com suas cavidades, para download no formato PDB, e permite várias personalizações, por exemplo, realçar cavidades e exibir resíduos de interface ao redor das cavidades. A KVFinder-web interface está disponível para testes à equipe do CNPEM desde agosto de 2022 para projetos internos.

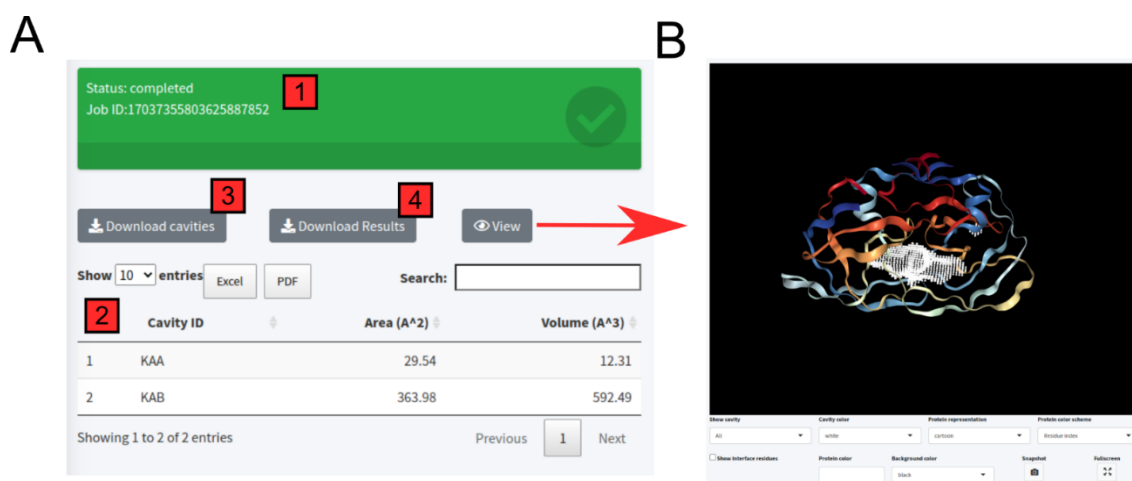


Figura 267. Visualização do resultados na interface do KVFinder-web. (A) Captura de tela da seção de resultados da interface do KVFinder-web. Uma caixa destaca o status atual do trabalho enviado (1) e, uma vez concluído, os resultados, incluindo volume e área das cavidades, são apresentados na tabela de dados (2). Os usuários podem baixar os resultados como um arquivo no formato PDB em (3) ou arquivo no formato TOML em (4). (B) A biomolécula alvo com as cavidades detectadas pode ser visualizadas ao clicar no botão View (em português, Exibir) e os usuários também podem personalizar a visualização da biomolécula e da cavidade.

Por fim, a disponibilização do KVFinder-web pretende ampliar o uso desta robusta ferramenta de detecção de cavidades na comunidade científica. Isso facilitará o processo de detecção e caracterização de cavidades, mesmo para usuários menos experientes, com impacto direto no desenvolvimento racional de medicamentos e no entendimento das estruturas das biomoléculas.

SERD (Solvent Exposed Residues Detection)

O reconhecimento molecular depende diretamente da acessibilidade de um ligante aos sítios de ligação do seu respectivo receptor. Os resíduos expostos ao solvente de uma biomolécula alvo (receptor) compõe o conjunto de átomos acessíveis a possíveis ligantes. Nesse cenário, a identificação destes resíduos possibilita um estudo mais direcionado aos hotspots de interação de um receptor alvo, com aplicações principalmente no estudo de docking proteína-proteína. O programa SERD (<https://github.com/jvsguerra/SERD>) aproxima uma molécula de solvente a uma esfera, a qual escaneia a superfície do receptor alvo para identificar as regiões que são acessíveis a esta sonda esférica. Após a identificação destes resíduos, o programa os representa na forma de grafos pela biblioteca networkX (<https://networkx.org/>), formando arestas até uma distância limite entre carbonos-alfa, carbonos-beta ou quaisquer átomos do resíduo e opcionalmente incluir essas distâncias como atributos das arestas desses grafos (Figura 268).

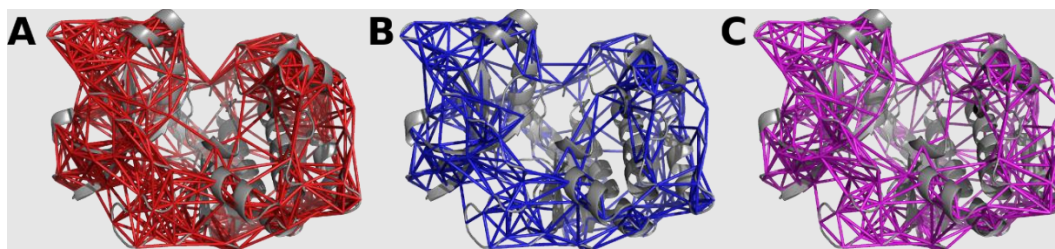


Figura 268. Representação gráfica dos resíduos expostos ao solvente da proteína quinase A (PDB ID: 1FMO). As arestas são formadas até a distância limite de (A) 10 Å entre carbonos-alfa, (B) 8 Å entre carbonos-beta e (C) 5 Å entre quaisquer átomos de diferentes resíduos.

KVFinderMD (KVFinder for Molecular Dynamics analysis)

Em algumas circunstâncias, para a formação do complexo receptor-ligante, estes receptores utilizam sítios de ligação que não são facilmente identificados na forma não-ligada. Estas interações biomoleculares dependem da dinâmica intrínseca do receptor, nas quais o modelo clássico chave-fechadura falha, e modelos de ligação mais recentes, por exemplo, encaixe induzido e seleção de conformação, prosperam. Assim, as simulações de dinâmica molecular são uma ferramenta útil para entender os mecanismos de reconhecimento molecular e, em última análise, a função biomolecular. Nesse cenário, o Laboratório de Biologia Computacional está desenvolvendo o KVFinderMD, usando o pyKVFinder como bloco de construção, para explorar a dinâmica de sítios de ligação em estruturas biomoleculares de interesse farmacológico. Uma vez que a dinâmica intrínseca da biomolécula pode alterar a forma e as propriedades do sítio de ligação ao longo do tempo, o KVFinderMD pode identificar e caracterizar cavidades em relação ao volume, área, profundidade, hidropatia e resíduos de interface, que são propriedades relevantes para descrever o processo de reconhecimento molecular (Figura 269A). Além disso, também foi implementado um algoritmo baseado em grafos, que considera distâncias alfa-carbono, beta-carbono ou quaisquer átomos, para descrever topologicamente o sítio de ligação (Figura 269B).

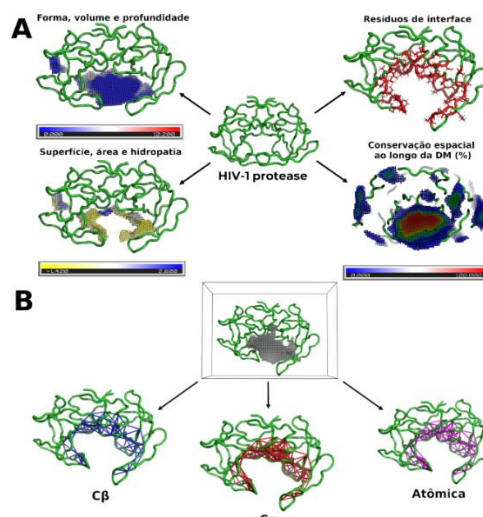


Figura 269. Detecção, caracterizações e representações de cavidades em estudos de dinâmica molecular usando a ferramenta KVFinderMD. (A) Caracterizações espaciais, topológicas e físico-químicas disponíveis no KVFinderMD. (B) Representação gráfica das cavidades baseada nos resíduos de interface e suas relações topológicas. Distância entre carbonos-beta (azul), carbono-alfa (vermelho) e quaisquer átomos de um resíduo (magenta).

Como provas de conceito, o KVFinderMD foi aplicado em importantes alvos terapêuticos, como HIV-1 protease e ALDH1/2, tendo seus resultados apresentados em detalhe no IV Congresso de Estudantes do CNPEM (IV CEC).

Força Tarefa COVID-19

Este ano de 2022 foi marcado pela finalização do projeto “Reposicionamento de fármacos e biologia estrutural do SARS-CoV-2”. Em 2020, o CNPEM foi integrado à Rede Vírus MCTI, dando início à força-tarefa Covid-19. O objetivo majoritário do projeto, financiado pelo MCTI por meio da FINEP, foi se dedicar à busca por fármacos antivirais, ao desenvolvimento de meios de diagnóstico da Covid-19 e ao entendimento de mecanismos biológicos envolvidos na infecção pelo vírus SARS-CoV-2. Abaixo encontra-se um resumo dos principais resultados desta força-tarefa, refletindo o esforço e o empenho de nossos pesquisadores no aprofundamento do conhecimento da biologia da infecção pelo SARS-CoV-2.

Primeiramente, o projeto triou fármacos aprovados usando abordagem virtual (*in silico*) e experimental (*in vitro*), empregando os seguintes alvos do SARS-CoV-2: as proteases 3CL e PLPro, a proteína nucleocapsídeo, além da avaliação do efeito antiviral em cultura de células. Foram triadas cerca de 4 mil moléculas, incluindo fármacos já aprovados para outras enfermidades, moléculas bioativas em coleções comerciais e colaborativas, e novas moléculas de propriedade do LNBio.

A nitazoxanida é um fármaco identificado nos estudos *in vitro*, com alto potencial antiviral para reposicionamento em COVID-19 e aprovado para uso em seres humanos. Esse fármaco teve ação antiviral *in vitro* e menores efeitos citotóxicos em relação aos outros analisados, boas propriedades farmacocinéticas, além da ausência de efeitos adversos graves nas doses já administradas em seres humanos, ideais para uso agudo no reposicionamento em COVID-19.

Uma nova molécula de propriedade do LNBio-CNPEM, LNB167, também se destacou *in vitro* (Figura 270), avançando até estudos pré-clínicos em modelos animais. Estes últimos estudos foram realizados com apoio complementar do CNPq, por meio do projeto “Avaliação pré-clínica exploratória de novas moléculas com ação anti-SARS-CoV-2 selecionadas pelo LNBio-CNPEM”, sendo os resultados publicados em maio de 2022⁷⁰.

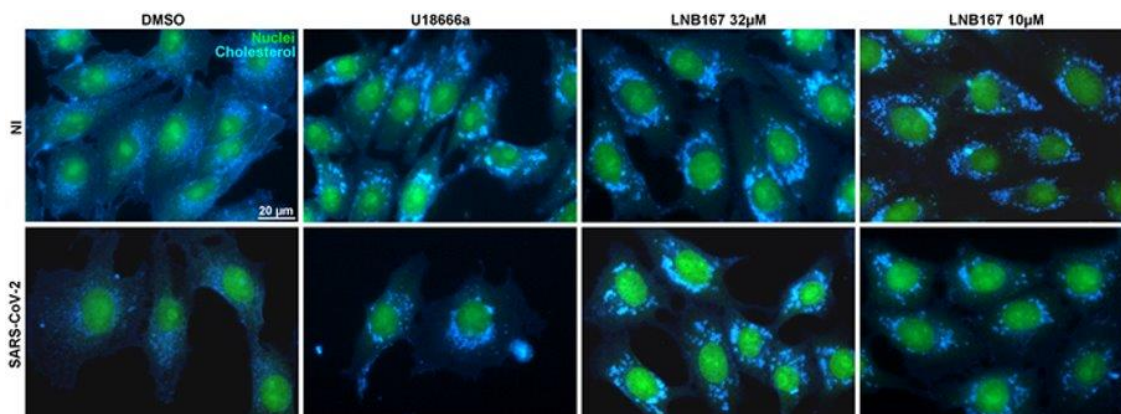


Figura 270. Ensaio por imagem para aprofundar um pouco o mecanismo de ação do LNB167. A imagem representa uma imunofluorescência em células Vero, infectadas ou não com SARS-CoV-2. A marcação em verde corresponde aos núcleos e em azul, ao colesterol intracelular, marcado com Filipin. O controle negativo para tratamento é o veículo DMSO e o controle positivo o composto U18666a, que induz o acúmulo do colesterol em vesículas. Nosso composto LNB167 induz um fenômeno similar, indicando que o mecanismo de ação deve envolver o transporte intracelular de colesterol.

Um composto bioativo da coleção colaborativa da *Medicines for Malaria Venture* (MMV), MMV688279, avançou como nova classe de antivirais (diidroquinazolininas) com ação contra SARS-CoV-2 nos estudos *in vitro*. Esta colaboração internacional encontrou e avançou na caracterização *in vitro* do composto MMV688279 e análogos fornecidos pela MMV, visando avaliar a potência de ação, a toxicidade para células humanas e a estabilidade metabólica nesta nova classe de antivirais. Os resultados obtidos foram publicados em abril de 2022⁷¹.

Outro resultado importante da equipe do CNPEM foi a descoberta do ácido chicórico como ligante e bloqueador da ligação da proteína nucleocapsídeo (N) de SARS-CoV-2 com RNA (Figura 271). Os dados foram publicados em novembro de 2022⁵⁸, representando a primeira publicação de ligantes não endógenos da proteína N. Outra contribuição importante deste trabalho, foi o desenvolvimento de uma nova sonda e método para a triagem de moléculas com ação na proteína N de coronavírus, para os quais foi depositada patente pelo CNPEM em agosto de 2022 (BR 10 2022 017388 5). A proteína N desempenha papéis críticos na transcrição e empacotamento do genoma dos coronavírus, representando um alvo importante para o desenvolvimento de novos antivirais e para os quais informações estruturais sobre a ligação de ligantes a esta proteína eram escassas. A interação da proteína N com o ácido chicórico foi avaliada em detalhes, empregando uma cascata de ensaios biofísicos e estruturais, incluindo a

⁷⁰ Borin, A. et al (2022) *Virulence* 13 (1), 1031–1048 <https://doi.org/10.1080/21505594.2022.2085793>.

⁷¹ Coimbra, LD. et al. (2022) *Front. Virol.* 2022, 2. <https://doi.org/10.3389/fviro.2022.854363>.

obtenção da estrutura cristalográfica da proteína N (domínio CTD)⁷² com o ácido chicórico⁷³ na linha MANACA do Sirius/LNLS, e a caracterização desta ligação em solução, por RMN e calorimetria no LNBio.

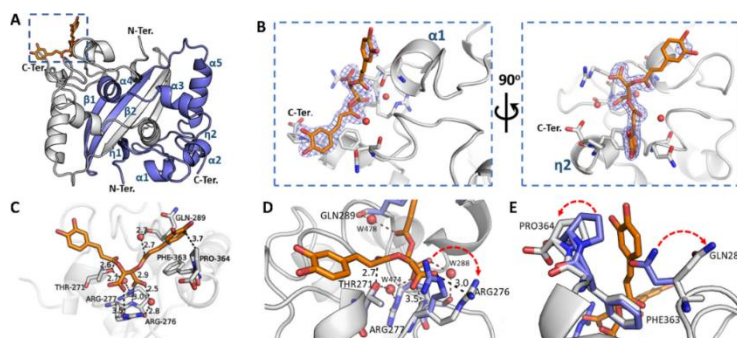


Figura 271. Estrutura cristalográfica do ácido chicórico (CA) como ligante e bloqueador da ligação da proteína nucleocapsídeo (N) de SARS-CoV-2 com RNA. Figura retirada de <https://doi.org/10.1038/s41598-022-22576-4>⁵⁸

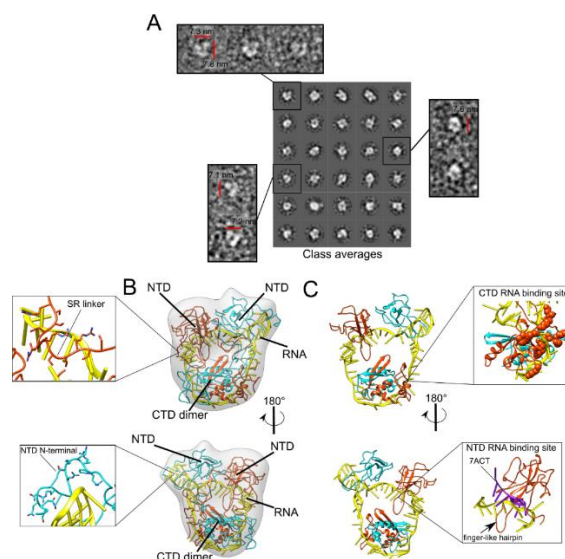


Figura 272 - Estrutura da Proteína N em estado dimérico evidenciando sua compactação induzida por RNA. Em A Imagens coletadas por microscopia eletrônica de dímeros da proteína N. Em B Modelo estrutural ajustado ao mapa de densidade do dímero da proteína N. Imagem retirada de <https://doi.org/10.1371/journal.pcbi.1010121>

Ainda, dados obtidos no CNPEM e publicados no ano de 2022⁷⁴, sobre a dinâmica e função da proteína N de SARS-CoV-2, revelaram como a proteína N se organiza, como liga RNA e como esta ligação afeta a dinâmica e empacotamento de oligômeros de alta ordem desta proteína tão versátil e essencial para os coronavírus (Figura 272). Este último trabalho empregou dados experimentais de microscopia eletrônica, realizados em conjunto com a equipe do LNNano, e simulações moleculares *in silico* conduzidas pela equipe do LNBio. Estes últimos achados foram empregados também para compreender como o ácido chicórico interfere na função da proteína N em se ligar ao RNA, mostrando a importância em se entender os alvos

⁷² Bezerra, EHS. et al (2022) Protein Data Bank 2022. <https://doi.org/10.2210/pdb7UXX/pdb>.

⁷³ Bezerra, EHS. et al (2022) Protein Data Bank 2022. <https://doi.org/10.2210/pdb7UXZ/pdb>.

⁷⁴ Ribeiro-Filho, HV. et al (2022) PLOS Comput. Biol. <https://doi.org/10.1371/journal.pcbi.1010121>.

proteicos também nos esforços direcionados à busca de moléculas e descoberta e desenvolvimento de fármacos.

Neste âmbito, destaca-se a determinação de estruturas cristalográficas da protease 3CL na forma reduzida⁷⁵ e com alterações do *loop* do sítio catalítico através de uma ponte de metileno⁷⁶ (Figura 273).

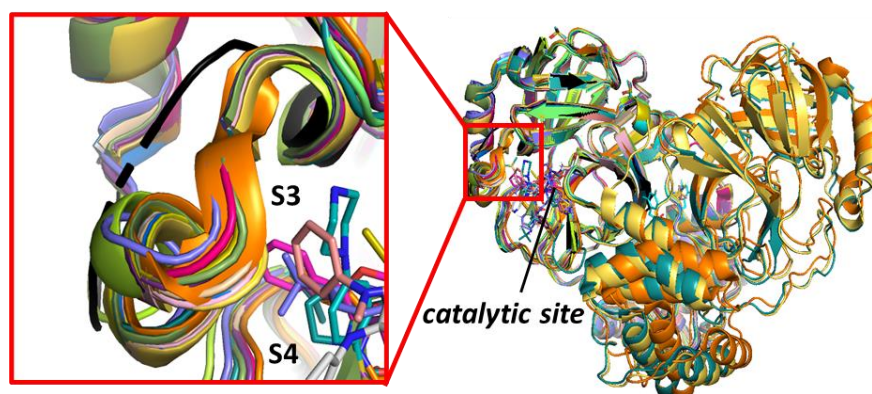


Figura 273. Modificação pós-traducional na Protease 3CL. A figura mostra a sobreposição de diversas estruturas da protease 3CL, com destaque para a estrutura da 3CL com a ponte de metileno formada em preto.

O CNPEM também depositou esforços no desenvolvimento de métodos de diagnóstico para COVID-19, usando a proteína N, 3CL e *spike* como antígenos. O método foi desenvolvido, publicado⁷⁷ e a tecnologia transferida para a BiotecAmazonia (Belém, PA) e para o Instituto Dante Pazzanese de Cardiologia (São Paulo, SP). Além das cooperações MMV, BiotecAmazonia, Instituto Dante Pazzanese de Cardiologia, foram também firmadas cooperações com a Universidade de Viçosa e Universidade de Dundee (Escócia).

No total, 16 bolsistas e mais de 70 funcionários do CNPEM participaram da força-tarefa. Esta equipe contribuiu muito para os resultados alcançados, ao mesmo tempo que o CNPEM também contribuiu para a formação destes profissionais, nos diferentes níveis e especialidades. A força-tarefa também ajudou a aproximar os grupos de pesquisa dos diferentes Laboratórios Nacionais reforçando o espírito de equipe e trabalho em torno de um objetivo comum.

Através da infraestrutura e *know-how* do CNPEM também foi possível contribuir com outras iniciativas no Brasil em COVID-19, como no desenvolvimento de duas vacinas brasileiras, e em outras forças-tarefas de base científica.

Além disso, estes esforços serviram para nuclear a Plataforma de Combate a Vírus Emergentes (PCVE) que reuniu e fortaleceu plataformas de Biologia Estrutural, Descoberta e Desenvolvimento de Fármacos e Biofármacos, avaliação da resposta imune e métodos

⁷⁵ de Oliveira, RR. et al (2020) Protein Data Bank 2020. <https://doi.org/10.2210/pdb7JR3/pdb>.

⁷⁶ Nascimento, AFZ. et al (2020) Protein Data Bank 2020. <https://doi.org/10.2210/pdb7JR4/pdb>.

⁷⁷ Peroni, LA. et al (2021) Front. Immunol. 2021, 12. <https://doi.org/10.3389/fimmu.2021.635701>.

diagnóstico direcionadas para infecções virais, além da criação do biobanco do CNPEM. Resultados desta iniciativa estão na seção Projeto Estruturante - Plataforma de Combate a Virose Emergentes (PCVE).

Projetos de Futuro

Plataforma de Combate a Víruses Emergentes (PCVE)

Laboratório de nível de biossegurança 3 (NB3) e estruturação de laboratórios

Em 2022 avanços significativos foram obtidos no âmbito do Projeto de Plataformas de Combate a Víruses Emergentes (PCVE). Os recursos orçamentários destinados a esta ação foram contratados por meio da Ação de Enfrentamento da Emergência de Saúde Pública de Importância Internacional Decorrente do Coronavírus (Ação 21C0), do Governo Federal.

Diante da crescente demanda nacional por pesquisas com microrganismos patogênicos e do destaque internacional que vem recebendo pelas pesquisas desenvolvidas pela equipe de cientistas, o LNBio passará por reformas de *retrofit* e ampliação para melhor acomodar seu desenvolvimento em pesquisa, assim como a Instalação de Laboratórios de nível de Biossegurança 2 e 3.

Dessa forma, foram realizados os projetos conceituais de acordo com o programa de necessidades por ambiente, no qual a Engenharia e Tecnologia teve grande interação com LNBIO, a fim de estabelecer os *layouts* dos ambientes para dar andamento a execução dos projetos.



Figura 274 - Modelo conceitual do Laboratório NB3 como expansão do LNBio - Setor E (em verde)

Durante os anos de 2021/2022, a empresa MSE, contratada pelo CNPEM, elaborou e revisou os projetos básicos e executivos (PDR e FDR) da expansão do LNBio (Setor E) e da reforma de suas áreas existentes. Os projetos encontram-se liberados para execução de obra, com algumas pendências geradas pela implantação do Centro de Tecnologia para Saúde, como a locação da subestação e movimentações de infraestruturas enterradas.



Figura 275 - Plantas dos pavimentos térreo e primeiro, do Setor E.

No caso da expansão do LNBio (Setor E), podemos destacar que no primeiro semestre de 2022 foi realizada a contratação e execução de todo o escopo de supressão vegetal, permitindo a contratação da construtora e início das obras no segundo semestre deste ano. A obra foi iniciada em agosto de 2022 e segue em execução, com previsão de conclusão em março de 2023.



Figura 276 – Andamento da obra do laboratório NB3 como expansão do LNBio (Setor E)

Em um espaço de aproximadamente 100m², localizado no térreo do Setor E, está em implantação o primeiro Laboratório NB3 do CNPEM. O projeto deste laboratório teve sua fase conceitual desenvolvida internamente pelo CNPEM, com apoio de consultoria internacional contratada (World BioHazTec). Foram gerados “room data sheets”, com todos os requisitos técnicos e equipamentos necessários em cada ambiente.

Para as fases básica e executiva do projeto, foi contratada uma empresa especializada em laboratórios deste tipo, Solufarma. Esta empresa fará os projetos, sob supervisão e

orientação do CNPEM, e a obra do laboratório (interna), com previsão de entrega para junho de 2023.

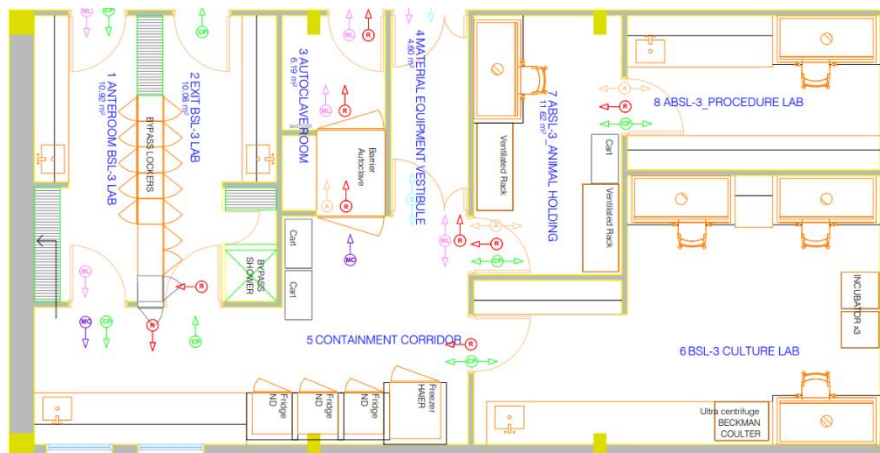


Figura 277 - Planta conceitual do laboratório NB3

Resultados científicos das Plataformas PCVE

Apesar de ser considerado um Projeto de adequação e comissionamento de plataformas destinadas ao combate de viroses emergentes, elas vêm contribuindo de maneira substancial em atividades científicas na área de virologia. A seguir são listadas as Plataformas que constituem o Projeto PCVE e os principais resultados alcançados no decorrer de 2022.

Plataforma de Virologia Molecular e Estrutural (PVME)

Inúmeras ações foram realizadas ao longo de 2022 associadas à pesquisa dedicada ao estudo de viroses emergentes. Além da conclusão das metas científicas do projeto intitulado “Reposicionamento de fármacos para o tratamento da COVID-19”, iniciado em 2020, e que envolveu ainda a caracterização biofísica e estrutural de várias proteínas do vírus SARS-Cov-2 (cujos resultados estão descritos na sessão Força Tarefa COVID-19), o laboratório realizou importantes avanços na pesquisa sobre os vírus emergentes Mayaro (MAYV), Oropouche (OROV), Saint Louis (SLEV) e Rocio (ROCV), causadores da “Febre do Mayaro”, “Febre Oropouche” e “Encefalite Saint Louis” e “Rocio”, respectivamente.

Com respeito à caracterização estrutural de proteína virais e sua utilização como alvos para a identificação de inibidores antivirais, destaca-se a otimização de protocolos de expressão e purificação da proteína do capsídeo de MAYV e da proteína não-estrutural NS1 de ROCV. A resolução da estrutura cristalográfica do domínio C-terminal da proteína capsídeo de MAYV a 1.1 Angstrom de resolução (

Figura 278) permitiu identificar resíduos de amino ácidos próximos ao sítio catalítico que bloqueiam a atividade proteolítica da proteína. A modificação desses resíduos, tarefa em andamento, deverá restaurar a atividade proteolítica da proteína afim de que a mesma possa ser explorada na triagem de bibliotecas químicas na busca por inibidores.

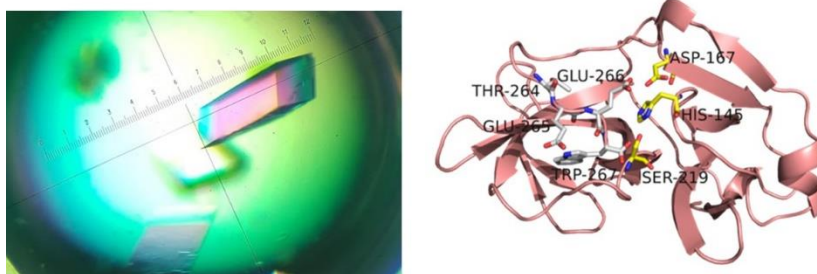


Figura 278. Cristais do domínio C-terminal da proteína capsídeo de MAYV e sua estrutura atômica resolvida por cristalografia de raios-X a 1.1 Angstrom de resolução, mostrando os resíduos de amino ácidos do sítio catalítico.

Para maior entendimento da biologia básica das infecções por arbovírus e descobrimento de novos alvos terapêuticos específicos, a resolução de estruturas virais intactas se mostra uma ferramenta importante. Nesse sentido, uma das linhas investigativas do grupo de Virologia do LNBio é justamente elucidar as estruturas dos arbovírus MAYV, OROV, SLEV e YFV (vírus da febre amarela) a partir da purificação de partículas virais infecciosas e geração de imagens por crio-microscopia eletrônica seguida da resolução das estruturas atômicas. Ao longo de 2022, ajustes nos protocolos de purificação de partículas virais foram feitos para cada um dos vírus em estudo. Em estágio mais avançado de conclusão, destaca-se a resolução da estrutura do vírus SLEV no estágio maduro (Figura 279), trabalho esse realizado em colaboração com a equipe de microscopia do LNNano. Além disso, esforços estão sendo realizados com o objetivo de resolver a estrutura do SLEV no estágio imaturo, o que permitirá entender as mudanças estruturais que ocorrem na partícula viral afim de torná-la infecciosa.

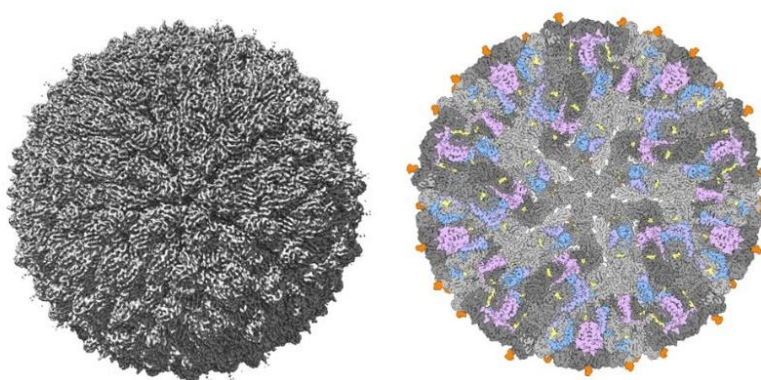


Figura 279. Estrutura atômica do vírus SLEV determinada por crio-microscopia eletrônica a 4.0 Angstrom de resolução, mostrando a simetria icosaédrica e proteínas e carboidratos de superfície (em cores).

No âmbito do projeto intitulado “Triagem de alta performance na busca de antivirais contra arboviroses negligenciadas”, vários avanços foram realizados no período deste relatório. Em função da re-emergência de várias arboviroses nos últimos anos, incluindo MAYV, SLEV e

OROV, consideradas viroses negligenciadas, mas que podem causar infecções graves como dores articulares incapacitantes e encefalites, a busca por novas moléculas com atividade antiviral é de suma importância, uma vez que para a maioria das arboviroses não há tratamento ou vacinas disponíveis. Assim, buscando identificar compostos com atividade antiviral contra MAYV, OROV e SLEV em células derivadas de hepatócitos humanos (Huh-7), utilizou-se a metodologia de triagem de alta performance para triar uma biblioteca customizada (TargetMol) com cerca de 7800 compostos quanto a capacidade de inibição do efeito citopático (InCPE) desses vírus. Após padronização e estabelecimento do ensaio celular, os compostos foram testados a uma concentração de 10 μ M e os que apresentaram uma InCPE maior que 50% foram selecionados para análises posteriores. No total, foram identificados 70 compostos candidatos para MAYV, 9 para SLEV e 5 para OROV (Figura 280), um resultado muito promissor. Tais compostos serão em breve avaliados em ensaios confirmatórios de atividade antiviral em diferentes tipos celulares.

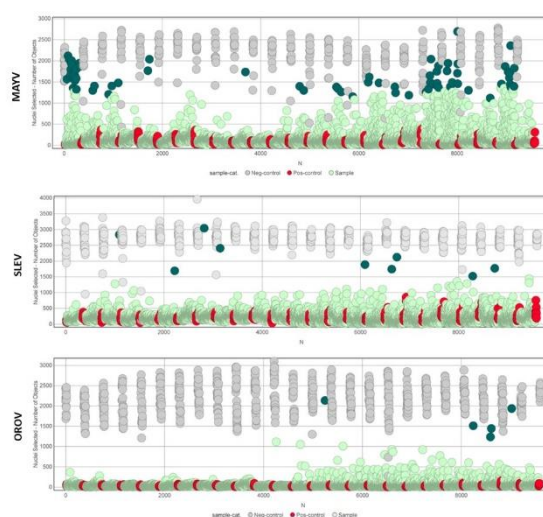


Figura 280. Triagem de moléculas da TargetMol por ensaio InCPE, mostrando a contagem de núcleos de células Huh-7 infectadas com MAYV, SLEV ou OROV. Controle negativo (cinza), controle positivo (vermelho), compostos com InCPE > 50% (verde escuro) ou < 50% (verde).

Plataforma de Nanobiologia e Dispositivos Diagnósticos (PNDD)

A plataforma de Nanobiologia e Dispositivos Diagnósticos se concentrou em três atividades principais: (i) o cultivo de modelos celulares 3D e de tecidos, (ii) desenvolvimento e montagem do Biobanco do LNBio, e (iii) o desenvolvimento de teste de diagnóstico *point of care* para COVID-19.

Com relação aos cultivos celulares 3D e de tecidos, foram fabricados epitélio pulmonar e esferóides de fígado. Todos os modelos foram caracterizados e apresentaram-se bastante reprodutivos com relação aos tecidos originais. Os modelos de epitélio pulmonar serão aplicados em ensaios específicos de infecção bacteriana. Os esferóides de fígado foram aplicados em ensaios de infecção com vírus da febre amarela para caracterização de vias e modulações que estes vírus podem modificar no fígado. Em nossos testes de infecção por 7 dias,

as multiplicidades de infecções, ou MOIs virais foram definidos e a toxicidade e modificações nos tamanhos das culturas foram avaliados. Observou-se que a morte celular, a variação dos tamanhos e disruptura dos esferóides ocorre entre 3 e 5 dias após a infecção dependendo da carga viral utilizada (Figura 281). Após estes testes pilotos, o tipo de esferóide utilizado no ensaio foi alterado por outro mais complexo. Experimentos de infecção estão em andamento, visando posterior caracterização das vias modificadas por estes vírus em fígado.

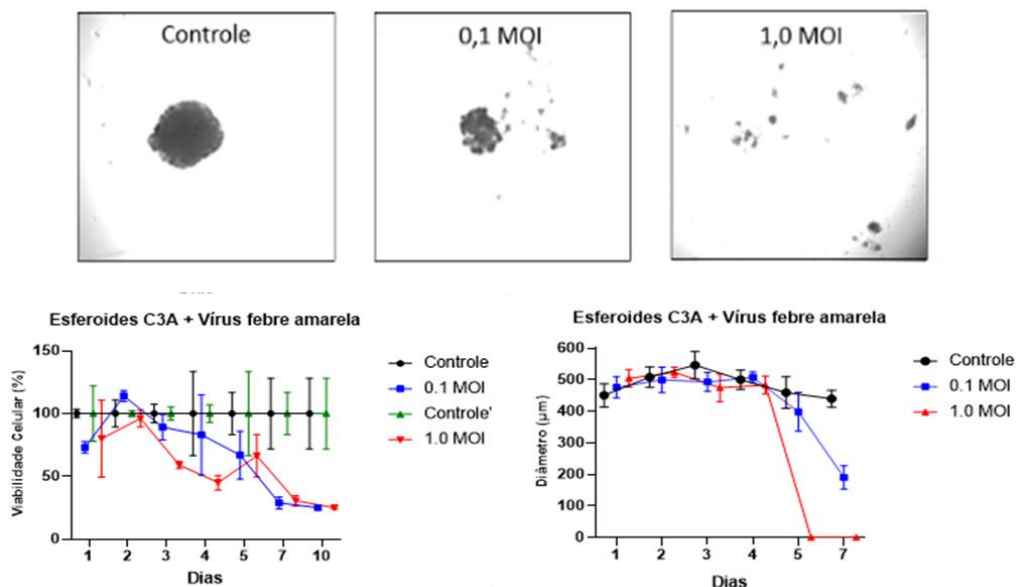


Figura 281. Redução do tamanho dos esferóides e sua disruptura dependendo da carga viral utilizada durante a infecção (MOI 0,1 e 1, figura acima). Variação da viabilidade celular encontrada durante 10 dias de infecção viral dependente da carga viral (abaixo, à esquerda) e variação encontrada nos tamanhos dos esferóides durante 7 dias de infecção em diferentes cargas virais (abaixo, à direita).

Referente a parte estrutural, o Biobanco do LNBio foi alocado em nova sala, aumentando seu espaço físico. Em termos de melhorias foi adquirido um refrigerador (Electrolux) para armazenamento de suplementos e kits diversos para o laboratório; uma cabine de segurança biológica classe II tipo A2 (ASCO) para a manipulação de materiais biológicos; e um ultrafreezer -80°C da marca PHCbi para armazenamento de diferentes amostras biológicas (Figura 282). Um computador foi alocado para uso exclusivo, além de implementar um banco de dados dedicado ao seu uso na plataforma RedCap. Com relação às amostras, foi realizado o armazenamento sistemático de 4943 amostras de soro sanguíneo provenientes de dois biorrepositórios cedidos ao biobanco. Por fim, foram coletadas e armazenadas 127 amostras de saliva humana de pessoas com suspeita de COVID-19 que realizaram teste de diagnóstico para a doença.



Figura 282. Estrutura montada para o Laboratório do Biobanco e Diagnóstico.

No desenvolvimento de testes de diagnóstico, foi desenvolvido um protótipo de teste do tipo *point of care* para detecção de antígenos de SARS-CoV-2 em saliva, considerado menos invasivo que os testes de *swab* nasal comumente encontrado em farmácias. Para tanto, os anticorpos monoclonais anti-proteína N produzidos na PIMEA (Plataforma de Imunologia Molecular e Engenharia de Anticorpos) foram marcados com ouro coloidal e caracterizados em nossas instalações, e os anticorpos policlonais foram aplicados em cassetes de teste. Após a coleta de amostras de saliva e padronizações de quantidades de anticorpos, sensibilidade de detecção de antígeno e tampões utilizados, os testes dos protótipos foram realizados e os resultados foram comparados aos obtidos em teste comercial (Figura 283). Das amostras testadas, obteve-se especificidade de 79,5% e sensibilidade de 38,8% no protótipo desenvolvido em comparação com o teste comercial da marca Eco Diagnóstica (COVID Ag Oral ECO Detect – TR.088). No momento, a equipe está trabalhando para melhorar os parâmetros e a validação do protótipo desenvolvido.

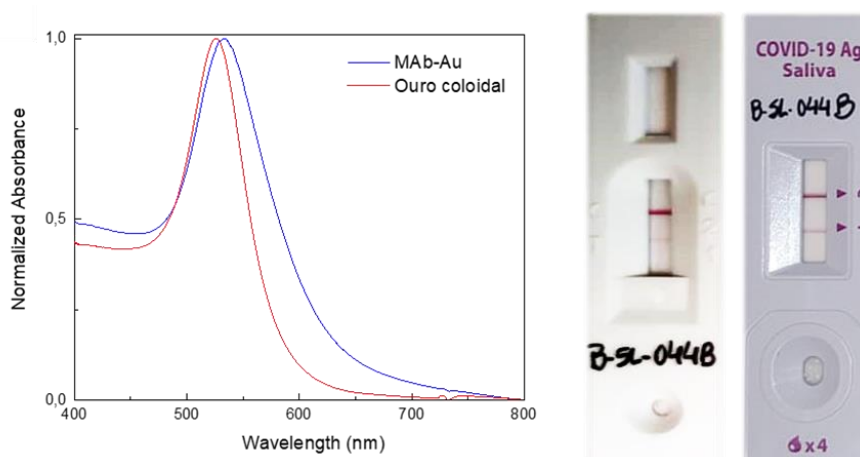


Figura 283. Espectro de absorvância normalizado comparando o comportamento de amostra de ouro coloidal (vermelho) e de anticorpo monoclonal conjugado (azul), evidenciando deslocamento do máximo de absorvância para comprimentos de onda menos energéticos (de 530 nm para 537 nm, à esquerda). Foto representativa comparando amostra de saliva congelada (B-SL-044B) no protótipo desenvolvido e em teste referência (ECO-Detect), apresentando resultado reagente em ambos os testes.

Com relação a melhorias estruturais, foram adquiridos o Bead Ruptor Elite do fabricante OMNI Internacional e o agitador de placas do fabricante Fisherbrand. O disruptor de células foi uma importante aquisição para auxiliar na caracterização dos cultivos 3D e tecidos produzidos no laboratório. Este equipamento conta com ciclos muito potentes capazes de dissociar as células em segundos, poupando o material de exposição desnecessária a outros fatores, possibilitando uma extração de RNA mais eficiente e de um material íntegro. Já a aquisição do agitador de placas foi importante para os diversos ensaios que são necessárias incubações com agitação. Estas aquisições, com os equipamentos dedicados exclusivamente ao uso do laboratório permitiu, além da otimização de ensaios uma menor taxa de contaminação das culturas produzidas.

Plataforma de Farmacologia Molecular e Desenvolvimento de Fármacos (PFMDF)

As atividades da PFMDF contemplaram o desenvolvimento, teste e implementação de métodos direcionados a Descoberta de Fármacos. Estas implementações foram essenciais para a estruturação da Plataforma de Descoberta de Fármacos e execução dos Projetos de *drug discovery*(DD) de forma fluida e eficaz. As atividades se concentraram em 5 áreas, conforme descrito brevemente a seguir.

Implementação de base de dados integrada para gestão de compostos e projetos de drug discovery(DD)

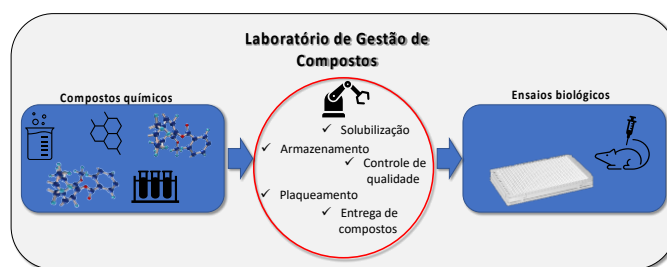
Foi realizada a elaboração, teste e implementação das rotinas e ferramentas para gestão de dados e projetos DD, facilitando a interação com a equipe interna e colaboradores externos, garantindo a qualidade, rastreamento e acesso aos dados dos projetos.

Foi realizado treinamento e customização da plataforma CDD *Vault* como base de dados integrada para atender as necessidades do Programa DD. Templates e rotinas de inserção de dados foram implementados e encontram-se em pleno uso pela equipe DD.

Automação de gestão de compostos e bioensaios

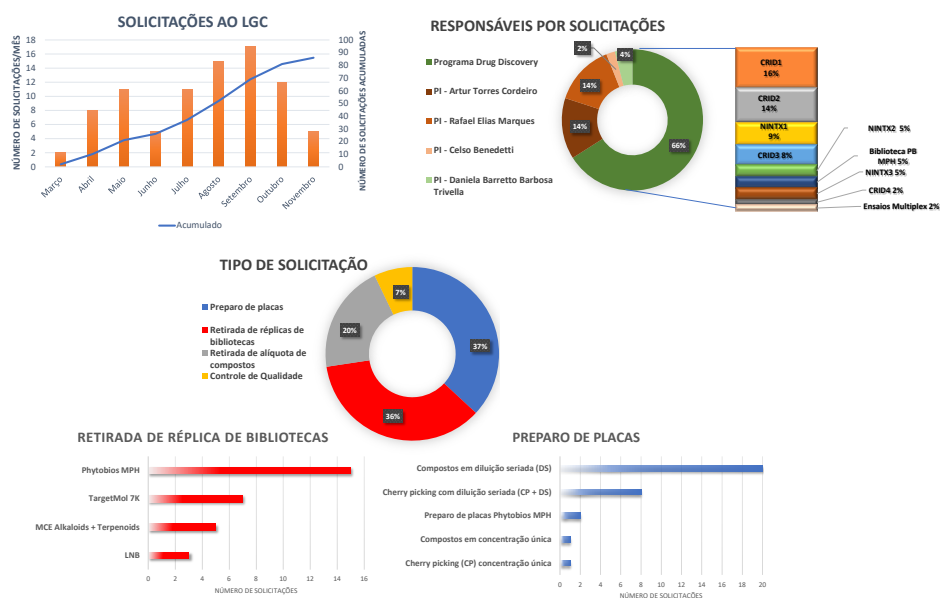
Foi realizada reestruturação do Laboratório de Gestão de Compostos (LGC) (Figura 284), o qual gerencia o uso de cerca de 80.000 compostos do LNBio, além de garantir a entrega e a qualidade destes compostos, seguindo os padrões internacionais de excelência. No ano de 2022, foram estabelecidos 8 procedimentos padrão para o LGC, visando atendimento aos Projetos DD em andamento. Além disto, foram implementadas rotinas para gestão de dados dos compostos via plataforma CDD *Vault* e controle de qualidade das amostras químicas. Com estas implementações, o LGC atendeu 86 solicitações de usuários entre março-novembro de 2022, sendo 66% d estes referentes a projetos de Drug Discovery (DD) em execução pelo LNBio.

A



Tipo de solicitação	Categoria	Descrição
Preparo de placas	Preparo de placas em diluição seriada (DS)	Plaqueamento e preparo de curvas de diluição seriada de amostras que são fornecidas pelo usuário ou que não fazem parte de uma biblioteca específica
	Compostos em concentração única	Plaqueamento de até 320 amostras em concentração única que são fornecidas pelo usuário ou que não fazem parte de uma biblioteca específica
	Cherry picking com diluição seriada (CP+DS)	Plaqueamento de amostras originárias de bibliotecas específicas por meio de <i>cherry picking</i> automatizado e posterior preparo de curvas de diluição seriada
	Cherry picking (CP) concentração única	Plaqueamento de amostras originárias de bibliotecas específicas por meio de <i>cherry picking</i> automatizado e posterior preparo de curvas de diluição seriada
	Preparo de placas de biblioteca	Transferência de amostras de tubos para placas para a montagem de bibliotecas internas
Retirada de réplica de biblioteca	-	Entrega de réplicas de bibliotecas geridas pelo LGC à usuários
Retirada de alíquota de compostos	-	Entrega de alíquotas de compostos geridos pelo LGC à usuários
Controle de qualidade	-	Verificação da pureza e/ou presença de contaminantes em amostras geridas pelo LGC

B



C

Figura 284. Laboratório de Gestão de Compostos (LGC). A) Representação esquemática das rotinas do LGC. B) Descrição das rotinas disponíveis. C) Atendimento a projetos do CNPEM entre março e novembro de 2022.

Implementação de cascata biofísica e celular para validação e caracterização de HITS

Foi implementada uma cascata biofísica visando a validação de HITs encontrados em campanhas de triagem. Destaca-se a avaliação da interferência de luz e geração de espécies reativas de oxigênio nos ensaios bioquímicos, além da validação da real ligação dos HITs às proteínas alvo por ensaio de deslocamento térmico e agregação por DLS, e ligação por STD. Estas implementações estão sendo diretamente aplicadas nos projetos em execução, incluindo os estudos realizados no âmbito da força-tarefa COVID-19⁵⁸.

Foram também implementados 3 ensaios multiparamétricos que monitoram 7 parâmetros celulares, incluindo vias relacionadas à citotoxicidade de compostos (como dano a membrana e estresse oxidativo) e vias que apontam o mecanismo de ação direto ou indireto dos mesmos (como apoptose e estresse de retículo), como mostra a figura Figura 285.

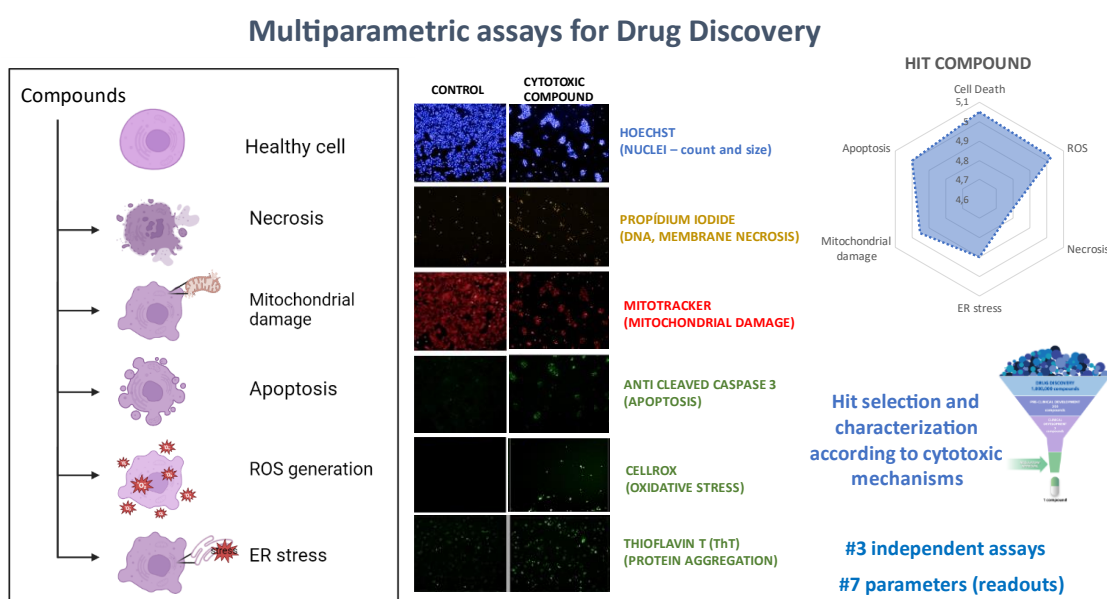


Figura 285. Ensaios multiparamétricos implementados para avaliação do mecanismo de ação e citotoxicidade de compostos nos Projetos DD do LNBio/CNPEM.

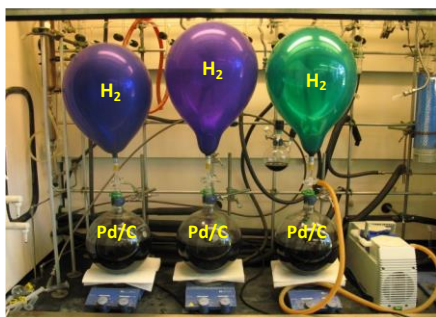
Escalonamento da produção de moléculas sintéticas e produtos naturais

Foi adquirido e implementado um equipamento para hidrogenação em fluxo, H-Cube® Pro (ThalesNano), ideal para a geração rápida de moléculas em projetos de química medicinal. Este sistema já foi empregado nos projetos em execução, força tarefa COVID-19 e projetos da PVME (Plataforma de Virologia Molecular e Estrutural) (Figura 286).

Foram também revisados e executados os procedimentos para obtenção de bibliotecas químicas de produtos naturais oriundos de plantas e bactérias da biodiversidade, gerando mais de mil novas amostras químicas para acesso aos projetos de *drug discovery*.

ANTES

- ❖ H₂ é um gás inflamável
- ❖ Catalizadores são pirofóricos e tóxicos
- ❖ Controle de parâmetros é reduzido
- ❖ Não ideal para reações em pequena escala
- ✓ Escalonamento é viável
- ❖ Processo leva pelo menos 24 horas



Conventional hydrogenation set-up
(batch hydrogenation)

ATUAL

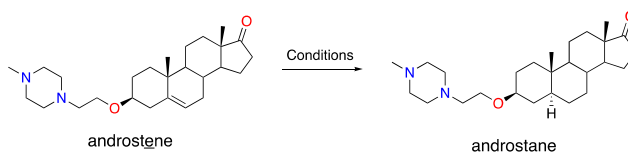
- ✓ Gás H₂ é gerado *in situ* por eletrólise de H₂O
- ✓ Catalizadores não são expostos ao ar (encapsulados/CatCart)
- ✓ Controle fino de diversos parâmetros (fluxo, pressão, T °C)
- ✓ Ideal para pequena escala (projetos MedChem)
- Scale-up limitada à capacidade dos CatCart
- ✓ Produto obtido em minutos!



H-Cube Pro (ThalesNano)
(In-flow hydrogenation)

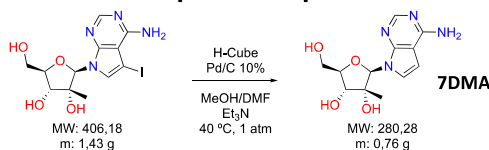
A

Redução de um core androstene a core androstane em <10 min e altos rendimentos



Condition	Method	Catalyst (reagent)	Solvent	Flow (mL/min)	Pressure (bar)	H ₂ mode	Temp. (°C)	Reaction scale (mg)	[C] (mM)	Conversion (%)	Yield (%)
1	Batch	Pd/C	EA	n.a.	atm.	"full"	r.t.	100	100	0	0
2	Flow	Pd/C	EtOAc/MeOH	1.0	60	"full"	60	20	20	>99	>99

Reação de deiodinação redutiva em escala > 1g em ~1 h com rendimento superior ao processo em batelada



Condition	Method	Catalyst (reagent)	Solvent	Additive (1.0 eq.)	Flow (mL/min)	Pressure (bar)	H ₂ mode	Temp. (°C)	Reaction scale (mg)	[C] (mM)	Conversion (%)	Yield (%)
1	Flow	10% Pd/C	MeOH/DMF	Et ₃ N	1,0	1-10	"full"	40	50	50	>99	-
2	Flow	10% Pd/C	MeOH/DMF	Et ₃ N	1,0	1-10	"full"	40	1400	50	>98	77
3	Batch	10% Pd/C	MeOH/DMF	Et ₃ N	n.a.	1	"full"	t.a.	346	100	>99	50
4	Batch	10% Pd/C	MeOH/DMF	Et ₃ N	n.a.	1	"full"	t.a.	728	100	>99	66

B

Figura 286. Implementação de reações por hidrogenação em fluxo para geração de moléculas nas etapas hit2lead de Projetos DD do LNBio/CNPem. A) Reator H-Cube®Pro e comparação com método clássico de hidrogenação. B) exemplo de reações conduzidas com o método clássico (Batch) e com o reator em fluxo (Flow).

Obs.: 7DMA – sintetizado 760 mg, custo na Sigma-Aldrich = 25MG/R\$3.660,00.

Implementação de ensaios ADME (Absorção, Distribuição, Metabolismo e Excreção) *in vitro* e PK/DMT *in vivo*

Por fim, foram realizados avanços na implementação de métodos *in silico*, *in vitro* e *in vivo* para avaliação de parâmetros de fármacos de compostos em desenvolvimento na Plataforma DD. Em particular, métodos *in vitro* para avaliação de parâmetros ADME (Absorção, Distribuição, Metabolismo e Excreção) foram avaliados e implementados na Fase I (metabolismo, permeabilidade e ligação a proteínas plasmáticas) – Figura 287. Estas implementações são essenciais para avançar moléculas HIT e guiar a etapa de *hit2lead* nos projetos de *drug discovery*.

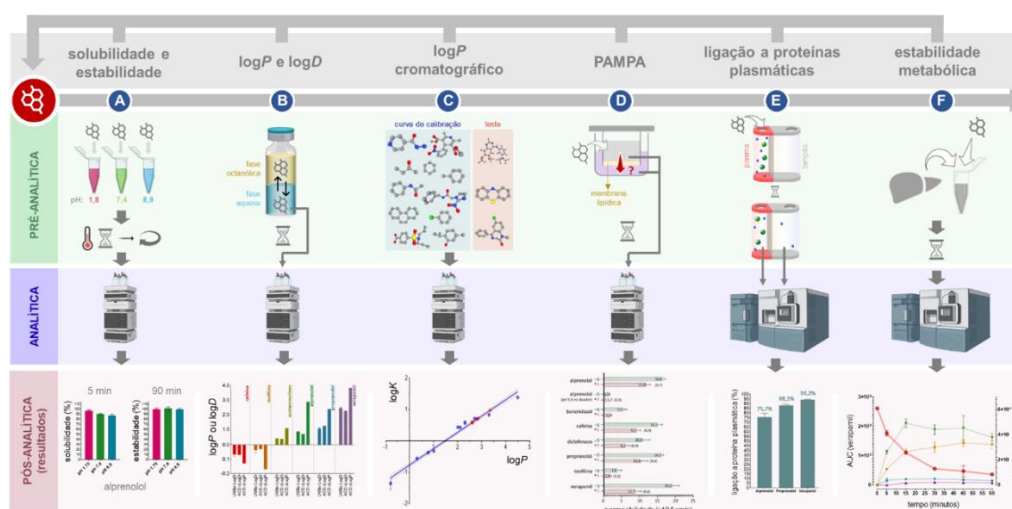


Figura 287. Ensaios *in vitro* para determinação de propriedades de ADME para caracterização de HITS e otimizações nas etapas *hit2lead*. As etapas pré-analíticas compreenderam a validação de implementação de protocolos para A) estimativa da solubilidade e estabilidade do composto em diversos pHs fisiológicos, B/C) determinação da lipofilicidade ($\log P$ e $\log D$) através de particionamento octanol:solução aquosa (B) ou cromatográficos (C), D) avaliação da permeabilidade através de ensaio de permeabilidade em membrana artificial paralela (PAMPA), E) ensaio de ligação à proteínas plasmáticas e determinação da fração livre através de microdiálise em equilíbrio e F) avaliação do metabolismo hepático utilizando-se microsomas com determinação da taxa de metabolismo e identificação dos metabólitos produzidos; as metodologias analíticas para identificação e quantificação dos compostos compreenderam HPLC (Waters Alliance série 2695) ou espectrometria de massas. Os ensaios foram realizados com moléculas comercialmente disponíveis e os resultados encontrados foram comparados e estão de acordo com aqueles descritos na literatura. Os ensaios de solubilidade e estabilidade (A) foram realizados com alprenolol. Os ensaios de $\log P$ ou $\log D$ por partição (B) foram realizados com cafeína, teofilina, acetaminofeno, alprenolol, propranolol e verapamil com o $\log D$ @ pH 7,4 variando de -0,07 até 2,46. Já o $\log P$ cromatográfico (C) foi realizado com fenotiazina, diazepam e uma molécula sintetizada no LNBio. Os ensaios de PAMPA (D) foram conduzidos adicionando-se o composto teste na placa superior ou inferior, com pH 7,4 tanto na placa doadora quanto receptora (exceto em 1 teste com alprenolol, cujo pH do poço doador foi ajustado para 5,5). Neste ensaio, testou-se os seguintes compostos: alprenolol, benznidazol, cafeína, diclofenaco, propranolol, teofilina e verapamil. Alprenolol, propranolol e verapamil foram testados nos ensaios de ligação a proteínas plasmáticas (E). Já a estabilidade metabólica (F) foi avaliada no composto verapamil, cujo consumo pelas enzimas hepáticas pode ser observado na linha vermelha, originando quatro metabólitos passíveis de identificação (linhas em outras cores).

Plataforma de Imunologia Molecular e Engenharia de Anticorpos (PIMEA)

A plataforma PIMEA tem como objetivo desenvolver anticorpos e ensaios *in vitro* associados a pesquisa em virologia. Conforme descrito em relatórios anteriores, foram estruturadas metodologias para geração de anticorpos policlonais e monoclonais, ensaios sorológicos e

ensaios de soroneutralização viral. No ano de 2022 ensaios de soroneutralização com pseudovírus foram aprimorados, utilizando variantes de SARS-CoV-2, além da variante Wuhan anteriormente estudada. Deu-se continuidade às colaborações com a Universidade de Brasília, Unicamp e Instituto Dante Pazzanese. Alguns dos trabalhos relacionados a plataforma PIMEA foram publicados neste ano de 2022 ^{78 79 80}. Além da pesquisa com SARS-CoV-2, o grupo se dedicou à novos trabalhos com o vírus Mayaro, objeto de estudo do grupo de virologia do LNBio. Foram produzidos anticorpos policlonais, e hibridomas estão sendo estabelecidos. Ensaio com novas tecnologias de imunização, para geração de anticorpos, sem a necessidade de obtenção de proteína recombinante, utilizando vetores plasmidiais e *virus-like particles* encontram-se em andamento.

Plataforma de Biologia Sintética e Engenharia Genética (PBSEG)

Com a finalidade de tornar as solicitações de sínteses padronizadas, eficientes e automatizadas, foi desenvolvido junto à SAU uma plataforma de acesso online disponível para todo o campus. Agora, o usuário poderá encontrar na página do SAU Online o laboratório LSB e submeter uma proposta para a síntese de oligonucleotídeos e peptídeos. A página foi desenvolvida como uma interface de fácil interação, na qual os usuários podem escolher entre as diferentes opções de serviços disponíveis, bem como, obter as informações necessárias para a escolha da escala de síntese e tipo de purificação adequado ao experimento. No final, os usuários recebem um descritivo completo das moléculas solicitadas, semelhante a pedidos online às empresas comerciais de síntese. Também, na entrega do produto, foram desenvolvidos formulários contendo informações técnicas das moléculas sintetizadas. A finalidade das fichas técnicas é apresentar na entrega do produto todo o sistema de qualidade implementado pelo laboratório durante o processo da produção das biomoléculas. Para oligonucleotídeos, a ficha técnica da síntese conta com informações sobre a escala nominal (nmol), tipo de purificação, D.O.260, relação 260/230, massa (μg e nmol), %GC, temperatura de melt (TM) e o volume para ressuspender os oligos com todas as instruções necessárias para o processo, garantindo a qualidade do produto no momento da utilização. A ficha técnica dos peptídeos traz as mesmas informações básicas, com o acréscimo do valor em porcentagem da pureza dos peptídeos, importante informação relacionada à aplicação final da molécula. Também acompanha a ficha técnica, o espectro de massas de alta resolução e o cromatograma RP-HPLC do produto. Desde julho com a implantação do sistema de pedidos online, foram processados 62 pedidos via SAU, tanto para usuários do LNBio quanto do LNBr. Foram realizados a síntese de 06 peptídeos padrões (5 a 25 aminoácidos), 05 peptídeos com marcações Rodamina 110 (sondas) para ensaios enzimáticos de proteases, e 06 peptídeos de 25 aminoácidos contendo marcação de biotina na porção N'-terminal. Também no período, o LSB sintetizou 368 primers variando de 20 a 80 para de bases, 9 fitas de RNA com média de 32 pares de base, além de oligos (DNA e RNA) marcados com o fluoróforo FAM.

Plataforma de Biologia Computacional e Inteligência Artificial (PBCIA)

⁷⁸ Ribeiro-Filho HV, et al (2022) *PLoS Comput Biol* **18**(5):e1010121 doi:10.1371/journal.pcbi.1010121

⁷⁹ Palameta S, et al (2022) *Mol Ther Oncolytics* **24**:650-62. doi: 10.1016/j.omto.2022.02.010

⁸⁰ Lin-Wang HT, et al (2022) *J Med Virol* **94**(8):3714-21. doi: 10.1002/jmv.27782

Instalação de infraestrutura para computação de alto desempenho para execução dos pipelines e análises propostas

O equipamento de HPCC (High Performance Computing Cluster) da empresa Bull-Atos foi entregue ao CNPEM em 04/2022. A instalação física foi realizada nas dependências do Sirius durante o mês de maio/2022 (Figura 288). A instalação lógica que envolve instalação de sistema operacional, *softwares* de gerenciamento e *softwares* científicos está em fase de conclusão. Próximas etapas envolvem treinamento e liberação aos usuários.

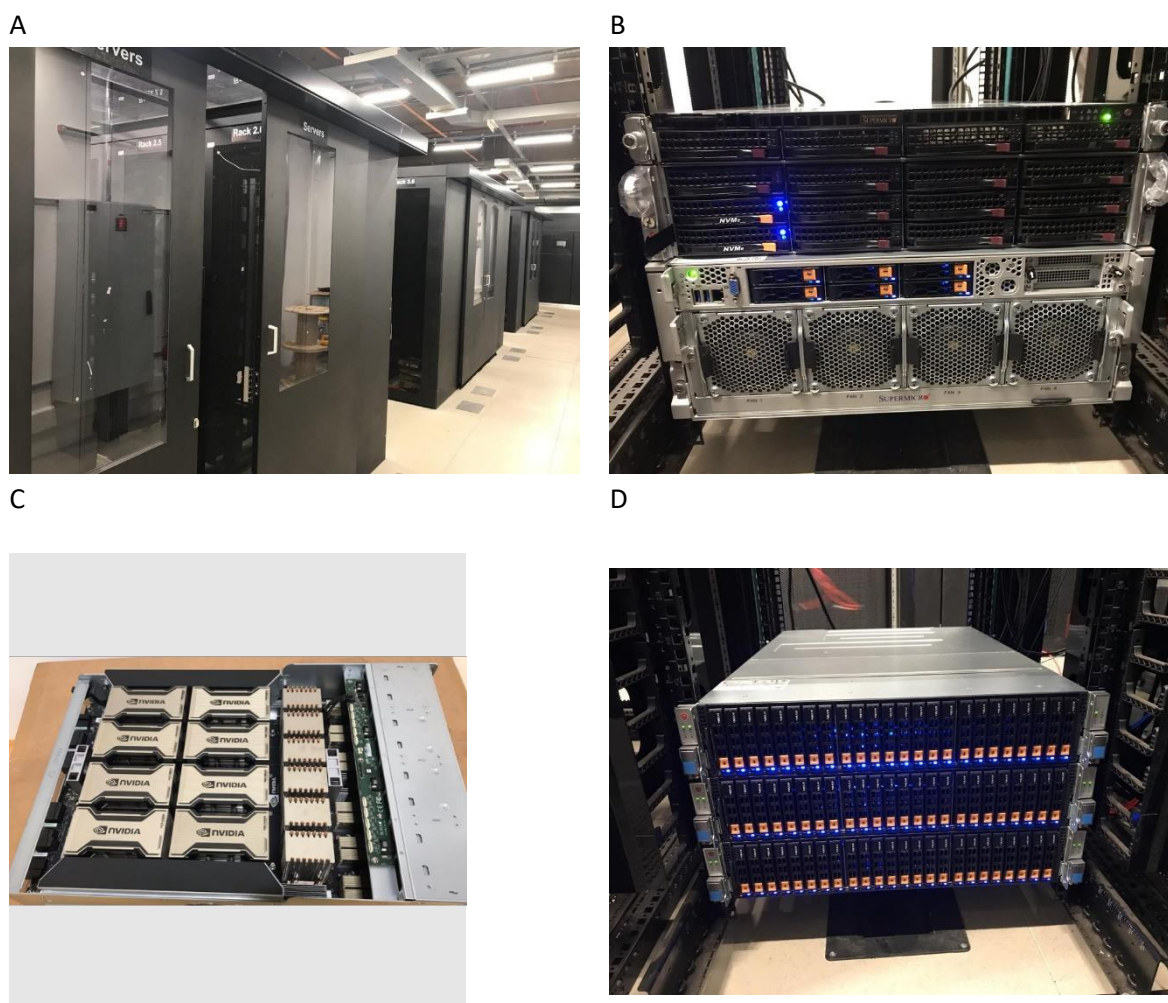


Figura 288. A) Data Center Sirius/CNPEM onde estão montados os racks do HPCC do LNBio; B) Nós de Computação com múltiplos processadores do HPCC do LNBio; C) Nó de Computação com oito GPU Nvidia A100; D) Servidor de armazenamento de alto desempenho (“Storage”).

Para facilitar a adoção por usuários com os mais variados níveis de intimidade com sistemas computacionais, o grupo está escrevendo instruções dos principais processos em uma *wiki* interna.

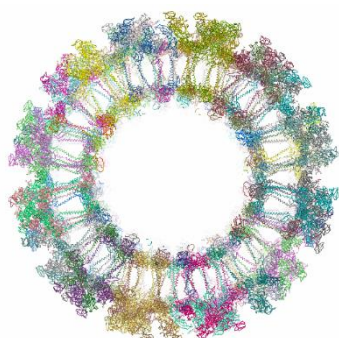
Resolução de estruturas de macromoléculas a partir de dados de imagens de microscopia eletrônica

Nesse ano de 2022 foram realizadas configurações e atualizações, assim como manutenções, no ambiente de instalação do *framework* Scipion na estação de trabalho de alta performance dedicada a processamento de imagens com 48 núcleos, 256 G de memória RAM e 48 T de armazenamento. O *framework* Scipion inclui programas como Relion, Cryosparc e Xmipp que são direcionados para processamento de imagens de criomicroscopia eletrônica. Essa estação de trabalho está disponível para os usuários internos do LNBio e foi utilizada para processamento de dados de imagens de microscopia da Proteína N do SARS-CoV-2. Atualmente está sendo utilizada no processamento de imagens para determinação de estrutura inédita de um novo vírus. Essa estação também foi configurada para utilização dos programas Chimera e ChimeraX para visualização de mapas de densidade obtidos em microscopia eletrônica, e permitiu a geração de imagens e vídeos da estrutura do vírus Mayaro, obtida no CNPEM.

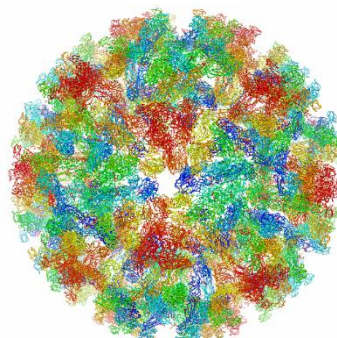
Ainda nesse ano de 2022, o *framework* Scipion também foi instalado e configurado através de um container *singularity* no HPCC do LNBio. O framework está atualmente disponibilizado para usuários do LNBio em fase de testes. A execução desse framework no HPCC do LNBio permitirá processamento de dados de microscopia eletrônica de forma mais rápida e possibilitará também processamento de conjuntos de dados de grande volume.

Simulações de dinâmica molecular do Vírus Mayaro

A fim de avaliar a capacidade de modelagem molecular conferida pelo novo equipamento de computação de alto desempenho, o capsídeo e envelope completos do vírus Mayaro foram modelados (Figura 289) e simulados usando todas as placas de processamento gráfico (GPUs) e os núcleos de processamento (CPUs) do equipamento de computação de alto desempenho (HPC) recém adquirido. O sistema molecular tem 720 cadeias proteicas do vírus, água e íons, totalizando quase 23 milhões de átomos. Essas simulações mostraram que agora a equipe possui a capacidade de simular sistemas moleculares altamente complexos para investigar processos moleculares de interesse biotecnológico.



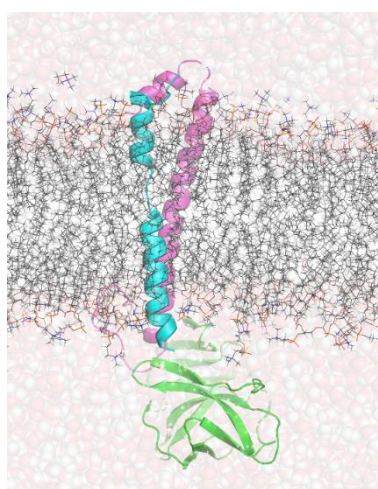
A)



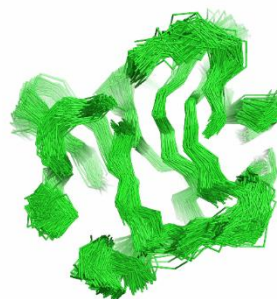
B)

Figura 289. Sistema modelado contendo o capsídeo e o envelope do vírus Mayaro completos. As cadeias estão mostradas em ribbons coloridos. a) Visão em "corte" mostrando o capsídeo internamente, as hélices transmembrana e o envelope externamente. b) Visão externa do envelope completo.

Simulações de dinâmica foram usadas para explicar resultados experimentais inesperados sobre a capacidade de um peptídeo-candidato sintetizado por outros grupos do LNBio interagir com a proteína do capsídeo do vírus Mayaro e guiar futuros experimentos sobre o desenho de peptídeos com maior potencial de interação com a proteína-alvo. Além disso, foi investigada a dinâmica conformacional da proteína do capsídeo viral na presença do envelope viral e da bicamada lipídica (modelo de condição fisiológica) (Figura 290A) ou isoladamente (modelo de condição experimental) (Figura 290B) com o objetivo de entender qual é a melhor estratégia experimental para desenho de inibidores da montagem viral.



A)



B)

Figura 290. A) Sistema contendo a proteína do capsídeo do Mayaro (cartoon verde), proteína do envelope viral (cartoons ciano e magenta) e bicamada lipídica (linhas cinzas). Água e ions estão mostrados como esferas transparentes. B) Flexibilidade estrutural da proteína do capsídeo viral isolada mostrada como traço de carbonos-alfa e frames de uma simulação sobrepostos.

Desenvolvimento e aplicação de técnicas de IA, como métodos de aprendizado de máquina (machine learning) e aprendizado profundo (deep learning)

Configuração de ambiente e instalação, assim como disponibilização para usuários do LNBio, do AlphaFold2 (assim como seus bancos de dados) e do OpenFold (versão reproduzível em pytorch do AlphaFold2) nos servidores do Laboratório de Biologia Computacional e no novo HPC do LNBio para modelagem "de novo". A utilização do AlphaFold2 em nossa estrutura de alto desempenho está permitindo a modelagem e entendimento estrutural de proteínas de interesse do LNBio.

DiabNet - predisposição genética à diabetes tipo 2

Nesse cenário, foi desenvolvido um modelo baseado em redes neurais artificiais para prever a probabilidade de um indivíduo desenvolver diabetes tipo 2 em diversas faixas etárias. Assim, utilizando 1000 polimorfismos do genoma (SNPs) selecionados por nossos colaboradores da University of Texas Rio Grande Valley, o presente modelo tem sido capaz de estimar a predisposição genética. Na fase atual do projeto, a equipe está em busca de dados de pessoas de outras etnias para avaliar a aplicabilidade geral do modelo e, assim, sua utilidade no contexto clínico e de saúde pública.

Associação entre metabólitos e HFpEF

O LNBio tem atuado junto ao Instituto Dante Pazzanese de Cardiologia (IDPC) na implementação de um Biobanco. Um dos primeiros trabalhos, fruto dessa parceria, tem sido a análise dos dados de metabolômica de 215 pacientes dos quais aproximadamente 1/3 foram diagnosticados com insuficiência cardíaca com fração de ejeção preservada (HFpEF). Outro terço são pacientes que não apresentam HFpEF e o terço restante, o qual atendia parcialmente os critérios para o diagnóstico, foi classificado como pré-HFpEF.

Além dos dados de metabolômica coletados no LNBio, o IDPC forneceu dados de exames laboratoriais, ecocardiograma, resultados de questionário de qualidade de vida, entre outros. Tais dados possibilitaram que fossem realizados experimentos com modelos de ML/DL para buscar biomarcadores com potencial para diagnóstico e com modelos estatísticos para avaliar a associação entre os metabólitos e a doença. A associação observada entre alguns metabólitos e HFpEF tem contribuído para o estudo dos mecanismos biológicos envolvidos no desenvolvimento da doença.

Centro de Tecnologias para Saúde (CT Saúde)

Em apoio a iniciativas do MCTI, o CNPEM por meio do LNBio estabeleceu um conjunto de ações integradas sob a denominação de Centro de Tecnologias para Saúde cujo objetivo amplo é desenvolver novas tecnologias para atender demandas em saúde humana.

Neste sentido, foi iniciada a implantação de novas infraestruturas e competências, complementares a outras já existentes no CNPEM, que, em conjunto desenvolverão pesquisa estratégica, relevante para o desenvolvimento de biofármacos, fármacos, terapia gênica/celular e medicina regenerativa por meio de engenharia de tecidos. A expectativa é de que esta iniciativa ofereça alternativas que beneficiem indivíduos, a sociedade e a economia.

Fase I - Projeto executivo dos laboratórios de Biofármacos e Engenharia de Tecidos

O projeto do Centro de Tecnologias para Saúde representa uma expansão das áreas de tecnologias do LNBio. Desta forma, duas ações foram realizadas. Primeiramente, o desenvolvimento do conceito da expansão da infraestrutura predial das novas instalações. Para elaboração conceitual foi contratada uma empresa gerenciadora que coordenará as ações e o tempo de elaboração dos projetos e será responsável pelo levantamento e avaliações de empresas de arquitetura no mercado que reconhecidamente atuaram em projetos voltados para a área de biotecnologia. Por sua vez, a empresa de arquitetura contratada será responsável pela elaboração dos layouts e dos projetos executivos destas novas áreas. Na segunda ação,

segundo o planejamento científico estabelecido nos programas, estão sendo avaliadas as necessidades de aquisições de diferentes equipamentos, principalmente os que representarão avanços técnicos aos laboratórios do CNPEM. A expansão da infraestrutura predial do LNBio está sendo executada em fases, atendendo às necessidades laboratoriais de cada Programa. Neste primeiro momento foi finalizado o *Projeto Executivo do Setor A1 (antiga Biblioteca)* (Figura 291) onde, após a reforma, serão contempladas as áreas para *Biofármacos e Engenharia de Tecidos*. O projeto prevê laboratórios NB1 e NB2 focados em processos analíticos, de cultura, expressão gênica, cultura 3D, IPS, Biobanco, além de sala limpa onde acomodará a Plataforma Hamilton. A execução da obra encontra-se em fase de contratação, com previsão de ser finalizada em janeiro de 2023. Seguindo o cronograma estabelecido, a conclusão da obra dos dois laboratórios está prevista para julho de 2023.

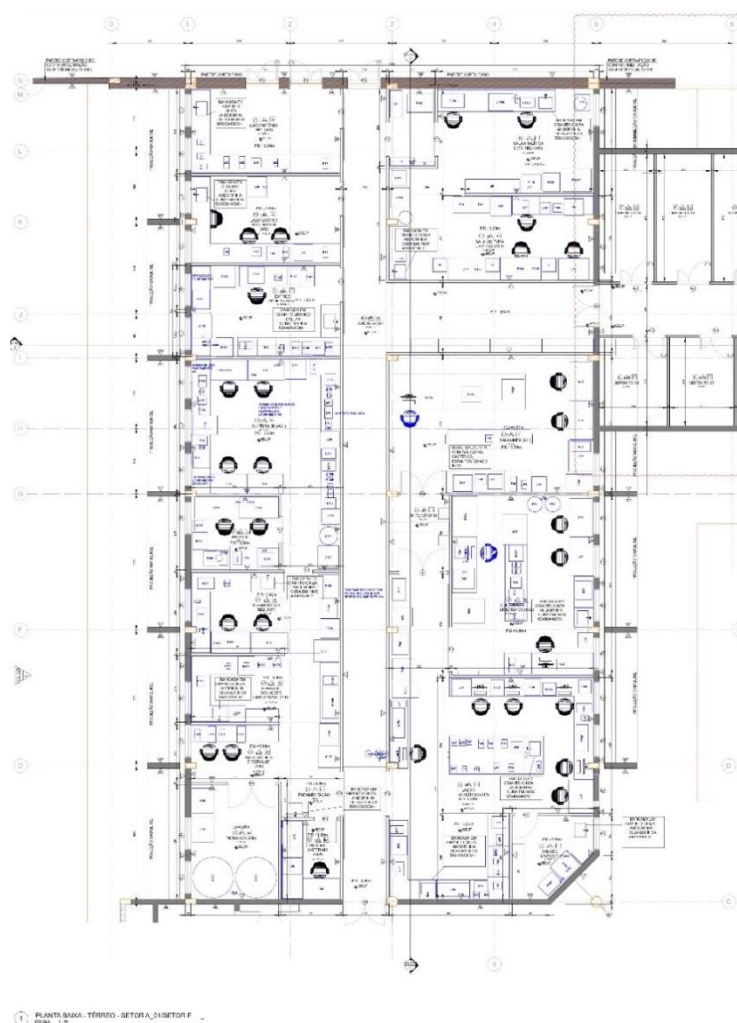


Figura 291 Projeto Executivo dos laboratórios de Biofármacos e Engenharia de Tecidos - Planta Setor A1

Fase II – Estudos Preliminares dos demais laboratórios que compõem o CT Saúde

No primeiro semestre de 2022, a Engenharia e Tecnologia do CNPEM desenvolveu a especificação técnica para a contratação da gerenciadora do projeto, responsável pela contratação da equipe de arquitetura para elaboração dos Estudos Preliminares, Projeto Básico

e Executivo da segunda fase do CT Saúde. Esta infraestrutura está sendo projetada para atender projetos de Terapia Gênica e Celular, além de um Laboratório de Experimentação Animal, Ômicas Avançadas e Biologia Computacional. A partir disso, foram solicitadas propostas e realizadas duas rodadas de cotação com as proponentes, que foram compatibilizadas para escolha da fornecedora. A contratação da gerenciadora e a reunião de *kickoff* com a empresa projetista ocorreram em maio de 2022.



Figura 292 - Volumetria do Centro de Tecnologias para Saúde – Estudo Preliminar

Após a reunião, a gerenciadora desenvolveu o processo de contratação da equipe de arquitetura responsável pela elaboração dos projetos, que foi efetivada em maio de 2022, quando também foi feita a contratação da equipe de projetos complementares. Entre os meses de junho e julho de 2022, seguindo a demanda da gerenciadora, o grupo do Engenharia Civil e Arquitetura realizou a contratação do levantamento topográfico cadastral da área de intervenção.

Nesse sentido, para o desenvolvimento do projeto e atendimento das demandas, foram realizadas reuniões envolvendo a equipe de Engenharia e Arquitetura, a gerenciadora, a equipe de arquitetura contratada e os pesquisadores do LNBio, com o objetivo de consolidar o plano de necessidades e entender as demandas a serem incorporadas nesta segunda fase do projeto do Centro de Tecnologia para Saúde. Além disso, durante toda a fase de Estudo Preliminar, iniciada no mês de julho de 2022 e finalizada no mês de novembro deste mesmo ano, foram realizadas reuniões semanais, para acompanhamento da evolução do projeto, além de reuniões pontuais com pesquisadores para alinhamento entre os protocolos utilizados nos laboratórios e a arquitetura.

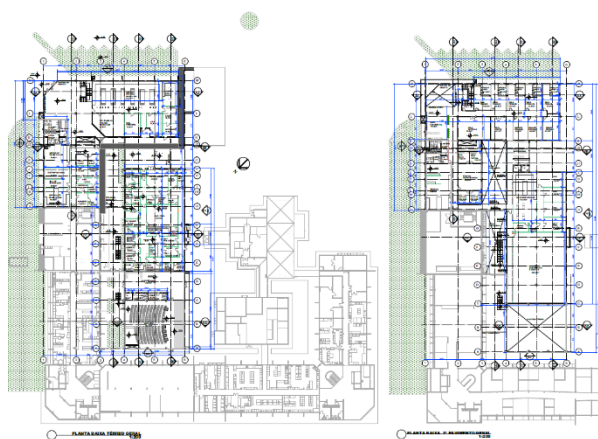


Figura 293 – Plantas gerais do Centro de Tecnologia para Saúde – Estudo Preliminar

Entre os meses de novembro e dezembro de 2022 também foram apresentados os projetos de instalações (climatização, combate ao incêndio, elétrica, hidráulica, acústica, automação e usina solar) em nível de Estudo Preliminar e, no momento desse relatório, está sendo finalizada a etapa de anteprojeto de arquitetura.

A partir disso, serão desenvolvidas as demais etapas de projeto, com previsão de finalização do Projeto Executivo em abril de 2023, a ser seguido pela finalização do processo de contratação de uma construtora para a execução da obra.

Estabelecimento do programa científico do CT Saúde

A construção e implantação desta infraestrutura de P&D atuará na interface entre os avanços científicos e o amadurecimento de tecnologias que atendam demandas do sistema de saúde. Para que estas ações pudessem ser implantadas, houve uma readequação da estrutura programática do LNBio, incorporando a nova Divisão de Tecnologias para Saúde (Figura 294). Esta Divisão contempla os subprogramas de *Biofármacos e Desenvolvimento de Fármacos*, *Engenharia de Tecidos e Terapia Gênica e Celular*.

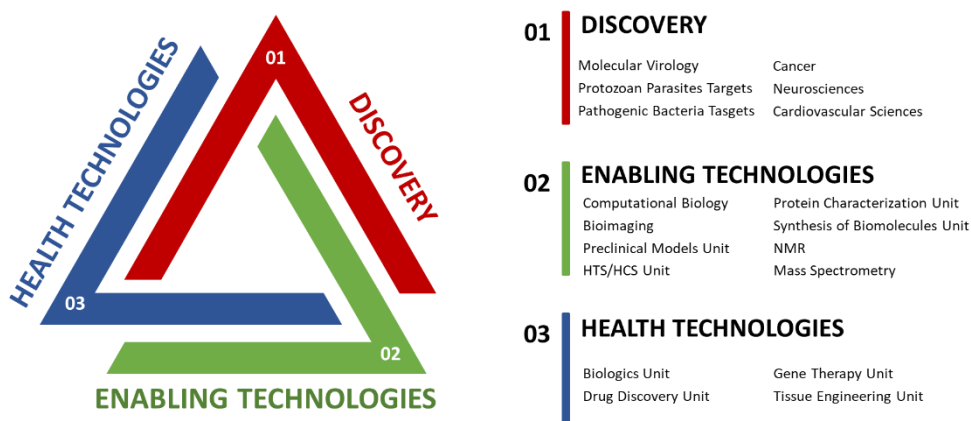


Figura 294. Esquema da atual estrutura programática do LNBio, composto por três Divisões: 01 Descoberta (alvos e marcadores moleculares), 02 Tecnologias habilitadoras e 03 Tecnologias para Saúde, foco desta seção.

Abaixo encontra-se um breve descritivo dos principais objetivos destes subprogramas. Seus resultados científicos foram explanados acima, na seção Pesquisa e Desenvolvimento *in house*.

SUBPROGRAMA DE BIOFÁRMACOS

O subprograma de pesquisa em Biofármacos tem como objetivo final o desenvolvimento nacional de medicamentos inovadores e biossimilares, que possam beneficiar o sistema público de saúde. Visa estabelecer novas competências científicas e tecnológicas que possibilitem a geração de linhagens produtoras de proteínas recombinantes e a manufatura de lotes piloto de insumos farmacologicamente ativos para utilização em ensaios clínicos. Com a implantação de novas estruturas do Centro de Tecnologias para Saúde, poderá alcançar a etapa de ensaios clínicos, numa estrutura de manufatura clínica, possibilitando integração com programas de pesquisa em desenvolvimento no CNPEM nas áreas de terapias avançadas, como terapia gênica e terapia celular.

SUBPROGRAMA DE DESCOBERTA E DESENVOLVIMENTO DE FÁRMACOS

A iniciativa do subprograma de Descoberta e Desenvolvimento de Fármacos, em operação no LNBio desde 2018, tem como meta principal a entrega de protótipos de moléculas, que podem progredir para o desenvolvimento clínico. O programa visa impulsionar a inovação farmacêutica no Brasil unindo ciência e alta tecnologia, com o potencial único de inovação química da biodiversidade brasileira. O mesmo será beneficiado pelo conjunto de ações reunidas sob a denominação de Centro de Tecnologias para Saúde, tais como a instalação de uma nova infraestrutura destinada à testes pré-clínicos, atingindo uma nova etapa no processo de validação de fármacos.

SUBPROGRAMA DE ENGENHARIA DE TECIDOS

O subprograma de Engenharia de Tecidos do LNBio visa o desenvolvimento de culturas de tecidos fabricados por bioimpressão 3D que atuem na regeneração tecidual, gerando produtos de terapia avançada. Vislumbra procurar alternativas a transplantes, baseando-se no fundamento de desenvolver materiais aptos a substituir, reparar ou regenerar tecidos defeituosos e restaurar suas funções normais. As principais entregas previstas para este subprograma são o desenvolvimento de terapias utilizando tecidos biofabricados para a utilização em curativos cardíacos e dermatológicos. Também visa desenvolver modelos celulares 3D aplicados não somente em terapias regenerativas, mas também em ensaios de *screening* e validação de fármacos e de ADMETox, em modelos de *organs-on-chip* e sistemas microfluídicos.

SUBPROGRAMA DE TERAPIA GÊNICA E CELULAR

O subprograma de Terapia Gênica e Celular do LNBio-CNPEM visa o estabelecimento de terapias avançadas baseadas em métodos modernos de edição gênica, como CRISPR/Cas9, para o tratamento de doenças humanas de origem genética ainda sem cura, ou para as quais os tratamentos tradicionais são pouco eficazes e/ou apresentam diversos efeitos colaterais associados. Durante o processo de elaboração da terapia gênica, extensos desenvolvimentos pré-clínicos em modelos de células e animais, bem como controles de qualidade dos produtos são essenciais para se comprovar a segurança e eficácia, e permitir o avanço para as fases iniciais de testes clínicos em pacientes. No Brasil, essa categoria ainda é incipiente, mas já temos legislações que regulam a cadeia produtiva e estudos clínicos em pacientes. Em conjunto, os dados de estudos pré-clínicos, de manufatura clínica e controle de qualidade devem atender aos requisitos vigentes de agências regulatórias do país, como da ANVISA no Brasil, para a aprovação e liberação dos testes clínicos.

Um dos objetivos das ações que compõem o Centro de Tecnologias para Saúde é fornecer à ligação entre a pesquisa básica e o desenvolvimento clínico, para permitir que todos os nossos colaboradores e usuários avancem rapidamente nos ensaios clínicos.

Apoio à geração de inovação

Em 2022, o LNBio apoiou os esforços de inovação do setor produtivo através de quatro novas parcerias com empresas para desenvolvimento de tecnologias com potencial aplicação industrial, das quais três foram firmadas com uma mesma *startup* inovadora da área de saúde e a outra colaboração foi um novo projeto com uma empresa farmacêutica para avanço do processo de *drug discovery* que foi iniciado em projeto anterior, e obteve resultados bastante promissores. Ainda, a parceria com uma startup que atua com bioimpressão 3D resultou na transferência de tecnologia de modelos de fígado, barreira intestinal e de pele, que serão comercializados pela *startup*.

Em relação à contribuição do LNBio para geração de nova propriedade intelectual, foi depositado um novo pedido de patente intitulado “Método para triagem de composto antiviral, kit para triagem de composto antiviral e sonda de RNA”, protegido junto ao Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI) sob o número de depósito BR102022017388-5 e uma extensão de proteção internacional, via Tratado de Cooperação de Patentes (do inglês Patent Cooperation Treaty - PCT), da tecnologia previamente depositada, em parceria com o LNNano, que recebeu o número PCT/BR2022/050033, chamada “Biossensor sem marcação baseado em estrutura de imidazolato zeolítico, processo de fabricação do mesmo e processo de detecção de interações”.

Nos próximos parágrafos, serão descritos os projetos realizados em colaboração com empresas no ano de 2022, além dos que foram destacados na Parte I do Relatório e Atividades de 2022.

Desenvolvimento e Caracterização de Culturas 3D Bioimpressas para Comercialização

O projeto “Desenvolvimento e Caracterização de Culturas 3D Bioimpressas para Comercialização” teve como objetivo o intercâmbio de tecnologias e *know-how* entre o LNBio e a 3DBS para a confecção de modelos de fígado, barreira intestinal e de pele. Estes modelos foram biofabricados, após a transferência de tecnologia e treinamentos realizados nos dois laboratórios e foi feita a caracterização, em termos de viabilidade e funcionalidade. Este ano, a empresa firmou um acordo de transferência de tecnologia com o CNPEM para exploração comercial dos melhores modelos, e iniciou a oferta em seu site. As atividades que estão atualmente em realização no âmbito da colaboração são a avaliação e validação dos protocolos para transporte e controle de qualidade do material.

Desenvolvimento de novo teste de diagnóstico para SARS-CoV-2

A parceria entre o LNBio com a *startup* Advagen tem como objetivo o desenvolvimento de um teste *point-of-care* para diagnóstico de antígenos de SARS-CoV-2 em saliva, utilizando um método menos invasivo de coleta de amostras e buscando-se um diagnóstico de alta sensibilidade e especificidade, que pode ser realizado em poucos minutos, sem a necessidade de instrumentação específica.

Neste ano, foram produzidos e caracterizados os anticorpos anti-antígenos de SARS-CoV-2, necessários para o desenvolvimento do teste, os quais foram enviados à empresa, que providenciou a montagem dos cassetes de testes contendo os anticorpos. De posse dos cassetes e dispositivos montados, foram realizados nos laboratórios do CNPEM os testes de detecção do

antígeno anti-SARS-CoV-2, com amostras reais de salivas de pessoas contaminadas e não contaminadas com o vírus. Com isso foi possível gerar um protótipo do teste, que foi comparado com outro teste já disponível no mercado, e apresentou sensibilidade e especificidades equivalentes.

Desenvolvimento de nova geração de moléculas com ação anticâncer a partir de produtos naturais

Em parceria com o Aché e a Phytobios e com cofinanciamento da EMBRAPA/BNDES, foi iniciado em 2022 o segundo projeto com o Aché voltado à pesquisa de moléculas com ação anticâncer a partir da biodiversidade, marcando uma nova fase no desenvolvimento, usando como base as moléculas e dados biológicos e estruturais obtidos no projeto inicial que foi concluído nesse ano, e tecnologias inovadoras desenvolvidas no CNPEM para descoberta de fármacos a partir de produtos naturais. A parceria, que iniciou em 2018, obteve com sucesso novas moléculas e mecanismos de interação com uma proteína alvo validada contra diferentes tipos de câncer. As moléculas têm origem na biodiversidade brasileira, validando a premissa que a biodiversidade pode oferecer novos esqueletos químicos para o desenvolvimento de fármacos e que as tecnologias inovadoras implementadas no CNPEM viabilizam estas novas descobertas. Estes achados devem possibilitar a obtenção de uma nova geração de fármacos para o tratamento de cânceres de difícil intervenção farmacológica. O novo projeto, com foco na etapa *hit2lead* e conclusão com prova de conceito em modelo animal, iniciou em dezembro/22 e tem previsão de execução em 30 meses.

Desenvolvimento de dermocosmético a partir de produtos naturais

Concluído em 2022, este projeto completou a fase inicial de descoberta de um dermocosmético para tratamento e regeneração de pele, com efeitos antienvelhecimento, a partir de extratos vegetais oriundos da flora brasileira, e a fase de padronização e avaliação será continuada pela Aché. Esta colaboração contou com cofinanciamento EMBRAPA e foi realizada pelo CNPEM/LNBio em conjunto com as empresas Aché e Phytobios.

Das quase 5000 frações de extratos testadas inicialmente no projeto, foram selecionados 3 extratos com potencial eficácia para melhoria de condição de pele e cicatrização, frente ao alvo inicial testado. O primeiro extrato apresentou potenciais efeitos de ativação de barreira, hidratação cutânea e cicatrização. No entanto, foram identificadas incertezas quanto à reprodutibilidade entre os lotes produzidos e, por este motivo, esse extrato não foi testado em modelos de pele reconstituída, mas suas propriedades serão melhor investigadas na próxima etapa do projeto. O segundo extrato apresentou resultados bem promissores quanto à regeneração e remodelação de pele, e foi testado tanto em células quanto em modelo de pele, apresentando efeitos de hidratação e de formação de barreira cutânea, potencial inflamatório, antioxidante, de reparo e anti-envelhecimento, e não evidenciou potencial genotóxico. Ele foi também bastante reprodutível entre os lotes estudados e apresentou moléculas interessantes como potenciais marcadores de atividades, as quais ainda deverão ser comprovadas em uma etapa futura do projeto, bem como a viabilidade da obtenção do extrato. Contudo, o terceiro extrato foi o que apresentou o melhor resultado, com comportamento altamente reprodutível entre lotes, possuindo ativo quantificável e responsável pela maior parte dos seus efeitos em

células e em modelos de pele reconstituída. Dos efeitos encontrados, verificou-se que este extrato possui potencial de aumento de produção de colágeno, remodelamento de derme, aumento de hidratação, formação de barreira de pele, redução de efeitos de envelhecimento, com ação antioxidante e anti-inflamatória. Em relação aos testes de segurança, este extrato não apresentou potencial de genotoxicidade ou sensibilização dérmica, exercendo também um potencial protetivo em cultivos de fígado. A viabilidade da produção do extrato e de sua aplicação em produto será avaliada na etapa posterior do projeto.

Desenvolvimento de novo método alternativo ao uso de animais para avaliação de toxicologia sistêmica em cosméticos, dermocosméticos e suplementos orais

Concluído em 2022, este projeto foi iniciado em 2019 e realizado pelo LNBio em parceria com a empresa Natura, com cofinanciamento da Embrapii. Seu objetivo principal foi desenvolver uma metodologia alternativa ao uso de animais para ensaios de toxicologia, utilizando a tecnologia de sistemas microfisiológicos humanos, através do cultivo simultâneo de 3 modelos de culturas tridimensionais (pele, fígado e barreira intestinal) em um *chip*. Uma das atividades centrais foi a avaliação da toxicidade de tratamentos tópicos, com a meta de desenvolver a metodologia para ser incorporada ao processo de controle de qualidade e segurança de produtos na empresa.

Para tanto, foram desenvolvidos e caracterizados modelos tridimensionais de fígado e barreiras intestinais e utilizados o modelo de pele produzido pela Natura. Estes modelos foram integrados em um *chip* e testados através dos tratamentos com substâncias que provocam toxicidade sistêmica, carcinogênese e disrupção endócrina. Após os tratamentos, avaliou-se a viabilidade celular e expressão genica dos cultivos, comprovando o potencial preditivo da metodologia desenvolvida. Por fim, avaliou-se o potencial de uma substância proprietária da Natura de causar qualquer um dos desfechos estabelecidos no projeto, como prova de conceito. No momento, a Natura está definindo a implantação deste teste em seu sistema de controle de qualidade de novas substâncias. A metodologia deste trabalho foi apresentada em forma de poster no 22º CBTox (Congresso Brasileiro de Toxicologia) em maio deste ano, recebendo menção honrosa como o melhor trabalho apresentado na área de metodologias alternativas ao uso de animais.

Avaliação de luz no espectro de UVC distante como agente virucida de SARS-CoV-2

Em parceria com a Vale e o Instituto Tecnológico Vale (ITV), o LNBIO iniciou em 2020 o projeto de P&D para avaliação do uso da radiação UVC-distante para inativação do vírus SARS-CoV-2. Contando com cofinanciamento Embrapii, o projeto representa uma oportunidade para o desenvolvimento de equipamentos futuro para descontaminação do ar e de superfícies em ambientes com a presença de seres humanos, sem a necessidade de uso de equipamentos de proteção individual adicionais. A utilização de radiação ultravioleta (UV) para inativação de diferentes tipos de vírus já é um processo bastante conhecido, no entanto, as lâmpadas germicidas tradicionais apresentam riscos à saúde humana. Uma janela de comprimento de onda no espectro UV-C distante tem mostrado grande poder antiviral e antimicrobiano em causar danos, sendo avaliada para construção de equipamentos.

O projeto foi concluído em 2022, mostrando-se que o espectro em estudo é eficaz em inativar o vírus, com o benefício de não gerar lesões com potencial mutagênico em modelos de co-cultivo de queratinócitos e fibroblastos em 3D, pele reconstituída *in vitro* e pele de modelo animal. Contudo, a eficácia de inativação é mais baixa em meio líquido, onde o vírus se encontra, mostrando ser menos eficiente em vírus diluído em saliva humana. O estudo avaliou pela primeira vez as alterações do proteoma e da via celular induzidas pela irradiação UV 222nm em um modelo de pele artificial, e identificou que esse tipo de radiação altera minimamente os processos relacionados às espécies reativas de oxigênio e a resposta inflamatória em comparação com a lâmpada germicida UV 254nm. Pela primeira vez, também foi realizado um ensaio de exposição *in vivo* de 40 dias em camundongos sem pelos, usando o valor do limiar ocupacional de UV 222nm e observou-se que esse comprimento de onda causou danos menores à pele dos camundongos expostos. No entanto, alterações das vias relacionadas à regeneração da pele levantam preocupações sobre a possibilidade de envelhecimento prematuro após exposição direta e prolongada ao UV 222nm, e necessitam de posterior aprofundamento.

Cristalização de Proteínas no Espaço

Um acordo de cooperação em pesquisa, desenvolvimento científico e tecnológico foi assinado em 2021 entre o CNPEM/LNBio e as empresas AIRVANTIS INC e CIMED INDÚSTRIA DE MEDICAMENTOS LTDA. O objetivo desse acordo é realizar experimentos de cristalização de proteínas na Estação Espacial Internacional, através da produção e envio, por parte do CNPEM, de amostras de proteínas de interesse para serem cristalizadas em condições de microgravidade na Estação Espacial Internacional. Os cristais de proteína que eventualmente se formarem nas condições especiais de microgravidade serão enviados de volta ao CNPEM para serem analisados na linha de luz Manacá de difração de raios X, do Sirius. No presente acordo, o CNPEM terá a possibilidade de enviar até seis amostras de proteínas em estudo no LNBio à Estação Espacial Internacional por um período de até dois anos. Essa parceria poderá, portanto, viabilizar futuros experimentos de cristalização de proteína no espaço envolvidos em projetos importantes do LNBio. Inicialmente, o CNPEM enviou 3 amostras de proteínas do vírus SARS-CoV-2 ainda não elucidadas que partiram do Cabo Canaveral (Falcon 9 - SpaceX), porém os experimentos de cristalização não tiveram sucesso. Em 2022, o CNPEM enviou mais 3 proteínas, as quais estão envolvidas na biossíntese de moléculas de interesse farmacêutico. Essas amostras ficarão em torno de 4 meses no espaço e depois voltarão para o CNPEM para serem analisadas no Sirius.

Treinamento, Educação e Extensão

Executar tecnologia de fronteira requer uma constante atualização científica e tecnológica de nossos pesquisadores. Por isso, os pesquisadores do LNBio participaram de diversos eventos e cursos de relevância científica, além de oferecerem cursos de capacitação de profissionais e pesquisadores de diversas instituições. Além disso, os pesquisadores orientam estudantes de iniciação científica, de dissertações de mestrado e teses de doutorado, e participam frequentemente de bancas de qualificação e defesa de mestrado e doutorado. A seguir os principais destaques deste ano em treinamento, educação e extensão.

Seminários e Palestras

Os pesquisadores do Centro são incentivados a serem atuantes na comunidade científica, contribuindo com a disseminação de conhecimento e técnicas que beneficiem as respectivas áreas de estudo. Seguindo esse princípio, no decorrer de 2022, os pesquisadores do LNBio participaram como palestrantes nos seguintes eventos científicos de destaque na área de biociências:

Palestrante: Rafael Elias

‘The structure of Mayaro virus’. Seminário Pós-Graduação UFRJ e USP.

‘Mesa Redonda: Microbiologia Básica e Interação microrganismo-hospedeiro’. Palestra no IX Simpósio de Microbiologia da UFMG. Setembro de 2022.

‘Multidisciplinary research with arboviruses at the Brazilian Synchrotron source – Section Brazil in the Science Edge’. Plenária no XXXIII Congresso Brasileiro de Virologia. Outubro de 2022

Palestrante: Daniela Trivella

‘Drug discovery from natural products: omics, structural biology and beyond to unveil Nature’s hidden chemical space’. Seminário Pós Graduação UFRGS. Maio de 2022.

‘Descoberta de Fármacos’. Ciclo de Palestras - Ilum Escola de Ciência. LNNano, Campinas-SP. Junho de 2022.

‘Combining omics and structural biology to unveil Nature’s hidden druggable space’. Seminário Scripps Institute of Oceanography, São Diego, Califórnia. Março de 2022.

Palestrante: Ana Carolina Figueira

‘Desenvolvimento da Plataforma de Engenharia de Tecidos do LNBio, dos modelos celulares 3D aos produtos de terapias avançadas’. Seminários do Departamento de Fisiologia e Biofísica da USP – SP. Outubro de 2022.

Palestrante: Ângela Saito

‘Tecnologia de edição genômica CRISPR: expectativa e realidade’. Palestra no Congresso Brasileiro de Hematologia, Hemoterapia e Terapia Celular, São Paulo. Outubro de 2022

‘Edição do genoma para estudo de mecanismos moleculares de doenças neuronais e desenvolvimento de novas terapias para doenças genéticas humanas’. - Plenária no IV Congresso de Estudantes do CNPEM (CEC), Campinas – SP. Novembro de 2022.

Palestrante: Sandra Dias

Forum: ‘Organóides: desafios no uso em pesquisa científica e inovação no desenvolvimento de produtos’. XXI Congress of the Brazilian Society for Cell Biology. Julho de 2022.

‘The metabolic tug-of-war in the tumor immune microenvironment’. VIII International Symposium on Translational Oncology. Hospital de Câncer de Barretos. Setembro de 2022.

Ações de Capacitação

A pesquisadora Daniela Trivella participou do curso ‘WCSC Practical Aspects of Drug Discovery: At the Interface of Biology, Chemistry and Pharmacology’, ministrado no Institut Pasteur de Montevideo, Montevideo, Uruguai. 14 a 18 de Novembro 2022.

Neste ano de 2022, o Laboratório de Culturas 3D e Microfluídica, sob gestão da pesquisadora Ana Carolina Figueira, realizou dois eventos relacionados à Plataforma Regional de Métodos Alternativos ao Uso de Animais de Experimentação do Mercosul (PReMASUL) e à Rede de Métodos Alternativos ao uso de Animais (RENAMA), com apoio do Ministério da Ciência Tecnologia e Inovações (MCTI). O 23º evento PReMASUL: ‘Sistemas microfisiológicos aplicados a testes de absorção de substâncias *in vitro* como estratégia alternativa ao uso de animais’ foi realizado na forma de workshop *on line*, com 3 horas de duração, e apresentou uma tecnologia para ensaios toxicológicos em sistemas microfisiológicos de órgãos em *chip*, abordando também a importância e conceitos de cultivos celulares tridimensionais. O evento contou com mais de 80 pessoas de diferentes regiões do Brasil e da América do Sul.

O 24º evento de capacitação PReMASUL: ‘Sistemas microfisiológicos humanos – fundamentos e perspectivas’ com apoio da Natura, foi realizado presencialmente nas dependências do LNBio, contando com a presença de mais de 20 pessoas de todas as regiões do país, entre palestrantes, monitores e participantes. Com 40 horas de duração, o evento apresentou treinamento em ensaios de cultivos celulares em 3D em sistemas microfisiológicos de órgãos em *chip*, abordando também a importância e conceitos de verificação de expressão gênica neste tipo de ensaio.



Figura 295- Participantes da 24ª PREMAsUL, realizado nas instalações do LNBio em setembro de 2022

Neste ano tivemos a edição XI do Proteomics Workshop, realizado entre os dias 16 e 18 de novembro de 2022, por meio da plataforma Zoom. Onze convidados nacionais e internacionais ministraram palestras apresentando diversos métodos e aplicações da proteômica baseada em espectrometria de massas. Ainda, vinte e um participantes apresentaram seus trabalhos em formato de *flash-talks*. Em 2022, o site recebeu 2998 acessos entre 1 de julho e 29 de novembro, advindos de 30 países, são eles: Brasil, EUA, Reino Unido, Alemanha, Itália, França, Bélgica, Índia, Austrália, Chile, Espanha, Holanda, Colômbia, México, Argentina, Peru, Áustria, Dinamarca, China, Grécia, Hungria, Irlanda, Luxemburgo, Paquistão, Sérvia, Suécia, República Tcheca, Finlândia, Guatemala e Coreia do Sul. Se inscreveram no evento 370 pessoas de 16 países, enquanto os palestrantes convidados advinham de 7 países diferentes.

Eventos Científicos

Os pesquisadores do CNPEM são atuantes na comunidade científica e buscam recorrentemente se manterem atualizados em suas áreas de expertise. Em 2022, os pesquisadores do LNBio participaram em eventos de relevância, a seguir, destacamos algumas dessas participações:

A pesquisadora Daniela Trivella participou do Gordon Research Conference on Marine Natural Products, em Ventura, Califórnia, em Março de 2022. E a pesquisadora Sandra Dias participou de 4 eventos neste ano de 2022, sendo eles:

- XXI Congress of the Brazilian Society for Cell Biology. Evento pré-congresso, em Julho de 2022.
- VIII International Symposium on Translational Oncology. Hospital de Câncer de Barretos . Setembro de 2022.
- 18th Brazilian Meeting on Organic Synthesis. Tiradentes, MG. Outubro de 2022.

- Congresso de Bionanomanufatura Instituto de Pesquisas Tecnológicas do Estado de São Paulo, IPT. Novembro de 2022

Orientação e Supervisão

Nossos pesquisadores atuam amplamente na orientação de alunos, além de participar de bancas de qualificação e defesa de mestrado e doutorado. Citamos abaixo alunos que tiveram suas teses defendidas neste ano de 2022.

Três alunos de pós-graduação vinculados ao programa de Genética e Biologia Molecular da Universidade Estadual de Campinas (UNICAMP) concluíram seus projetos e obtiveram seus títulos, sendo dois mestrados e um doutorado, sob orientação do professor Dr. Rafael Elias Marques Pereira. A primeira defesa de mestrado ocorreu no dia 23 de fevereiro, a qual foi apresentada pelo aluno Alexandre Borin Pereira, cujo título do projeto foi “Triagem de compostos esteroides com potencial atividade antiviral contra a infecção por SARS-CoV-2”. A banca examinadora foi constituída pelo Dr. Marcelo Alves da Silva Mori e pela Dra. Paula Rahal.

No dia 29 de março, a aluna Giuliana Eboli Sotorilli defendeu seu trabalho de mestrado intitulado “Desenvolvimento de um ensaio fenotípico para triagem de alta performance de compostos protetores contra infecção pelo vírus da encefalite de St. Louis”, o qual foi avaliado pelos doutores Mauricio Lacerda Nogueira e Stephen Hyslop.

A última defesa do referido ano ocorreu no dia 16 de novembro, quando a aluna Rebeca de Paiva Fróes Rocha defendeu seu trabalho de doutorado sob o título “Estudo da encefalite causada por Usutu virus: estabelecimento de um modelo de infecção em camundongos e estudo da doença grave”. A aluna foi arguida pela Dra. Luciana Barros de Arruda e pelos doutores José Luiz Proença Módena, Mauro Martins Teixeira e Murilo de Carvalho.

Sob orientação da pesquisadora Daniela Trivella, a aluna Cristina Freitas Bazzano defendeu seu trabalho de Mestrado no Instituto de Computação da UNICAMP, intitulado ‘Modelagem e reconstrução da estrutura molecular de um ligante a partir da interpretação da densidade eletrônica residual’.

A pesquisadora Ana Carolina Figueira orientou a aluna Maiara Ferreira Terra, que teve sua tese de doutorado defendida pelo Programa de Pós-Graduação em Biologia Funcional e Molecular da UNICAMP, intitulada “Análise molecular e funcional da modulação da fosforilação do PPAR γ em camundongos alimentados com dieta hiperlipídica”. A pesquisadora também foi premiada como menção honrosa na apresentação do trabalho: “*In vitro oral and topic absorption toxicity test standardization using 3D cell cultures and microfluidic systems*”, no XXII Congresso Brasileiro de Toxicologia (CBTox), 25 a 28 de maio, Camboriu, SC.

Sob orientação da pesquisadora Ângela Saito, a estagiária PUE/CNPEM 2022, Estefanny Guimarães de Abreu, estudante de Ciência Biológicas na UNICAMP, recebeu um prêmio por apresentar o poster “Estudos dos mecanismos moleculares associados à deficiência da atividade neuronal da enzima conjugadora de ubiquitina UBE2A” no IV Congresso de Estudantes do CNPEM (CEC), realizado no período de 22 a 24 de novembro de 2022 em Campinas.

3. Laboratório Nacional de Biorrenováveis

Programa de Usuários Externos

O LNBR disponibilizou este ano cinco instalações abertas à usuários externos visando atender as principais demandas nas áreas correlatas ao desenvolvimento de biorrenováveis. As instalações abertas do LNBR são fundamentais para os projetos de pesquisa e desenvolvimento dos Programas do LNBR de forma integrada com outros Laboratórios Nacionais do CNPEM, além da destinação ao apoio a inovação e treinamento e capacitação. Devido a situação da pandemia o atendimento nas instalações sofreu algumas restrições neste ano. Também, houve restrições em atendimentos no fim do ano devido a reestruturações físicas do LNBR necessárias para a implantação da Plataforma de Biotecnologia Industrial. A seguir os principais destaques de propostas atendidas.

Instalação de Caracterização de Macromoléculas (MAC)

Instalação dedicada à caracterização bioquímica e biofísica de macromoléculas como proteínas e enzimas, e nanopolímeros, como a nanocelulose e derivados de lignina. Nesta instalação é possível proceder com a caracterização funcional de uma proteína purificada até o passo anterior a obtenção de dados estruturais, para aplicação na otimização de bioprocessos, como a produção de biocombustíveis e de outros produtos. A instalação tem o diferencial de permitir a realização, em um mesmo local, desde medidas espectroscópicas de absorvância, caracterização de fluorescência intrínseca e extrínseca, fosforescência, bio e quimioluminescência em espectrofluorímetros a investigação da homogeneidade estrutural de moléculas em solução, como uma forma de controle de qualidade para ensaios estruturais de cristalografia de proteínas, ressonância magnética nuclear, criomicroscopia eletrônica ou espalhamento de raios X a baixo ângulo. Uma das propostas atendidas pela instalação MAC no ano veio da USP de Lorena e teve como objetivo o desenvolvimento de enzimas β -glicosidases (BGLs) fúngicas recombinantes envolvidas na conversão de biomassa lignocelulósica da cana-de-açúcar como fonte promissora para a produção de etanol de segunda geração. As BGLs atuam na última etapa da sacarificação da celulose convertendo a celobiose em glicose, que seguirá sua rota para o processo de fermentação da produção do bioetanol. As análises de dicróismo circular realizadas no MAC mostraram diferenças na predominância de estrutura secundária de enzimas selvagens comparadas com mutantes. Esses dados serão indispensáveis para o estudo da estrutura dessas proteínas, bem como para a elaboração de estratégias de mutagênese sítio dirigida na construção de novos mutantes. Estas modificações estarão focadas em melhorar as BGLs e a sua inibição pelo produto. Espera-se então obter uma enzima mais robusta, que possa ser explorada e empregada na melhoria de um coquetel enzimático utilizado no processo de sacarificação da biomassa pré-tratada.

Instalação de Sequenciamento de Alta Performance (NGS)

A instalação Multiusuária de Sequenciamento de Segunda Geração (NGS) é uma unidade dedicada exclusivamente ao sequenciamento em larga escala de ácidos nucleicos (DNA/RNA), possibilitando a realização de estudos visando a avaliação da expressão gênica de diversos sistemas biológicos, sequenciamento de genomas, metagenomas, metatranscriptomas e

marcadores moleculares (16S *rDNA* e ITS). Atualmente a unidade comporta dois sequenciadores da plataforma illumina os quais utilizam tecnologia de segunda geração para o sequenciamento em larga escala de ácidos nucleicos. Dispõe também de uma equipe altamente qualificada que monitora e realiza o assessoramento dos usuários em suas atividades laboratoriais, acompanhando todas as etapas do processo que vão desde o design experimental, preparação das amostras até o sequenciamento. Destaca-se este ano a proposta do projeto de pesquisa da Universidade Federal do ABC que investigou e monitorou a diversidade taxonômica bacteriana e digestão da lignocelulose em cupins associada a resiliência alimentar causada por alterações do tipo de alimento. Os resultados obtidos neste projeto de pesquisa a partir do sequenciamento do gene 16S rRNA em conjunto com análises de metagenômica e metatranscriptômica, mostraram que esses insetos são capazes de manter inalterada a diversidade microbiana simbiote quando submetidos a diferentes tipos de alimento. Sendo os cupins organismos capazes de modular o balanço de carbono entre o solo e a atmosfera através da decomposição da lignocelulose de substratos vegetais, os resultados deste projeto permitirão futuramente promover a sustentabilidade ambiental, elucidando questões relacionadas ao papel desses insetos no contexto das alterações causadas pela atividade antrópica no meio ambiente.

Planta Piloto de Desenvolvimento de Processos (PPDP)

A Planta Piloto é utilizada para desenvolver em ambiente de relevância industrial tecnologias ligadas à aplicação de biorrenováveis e processos ligados à economia circular. Nesta instalação é possível desenvolver aparatos experimentais com o intuito de reproduzir condições industriais relevantes, trazendo assim a robustez industrial para a tecnologia a ser desenvolvida. Está equipada para validar indicadores tecno-econômicos e de sustentabilidade de processos possibilitando minimizar os riscos de aumento de escala, prever gargalos e otimizar processos e estimativas de investimento (capital e operacional). É uma estrutura singular no Brasil pela flexibilidade na sua concepção e capacidade de seus equipamentos. A Planta é composta por três grandes plataformas: Processamento de Biomassa, Processos Físico-Químicos e Bioprocessos. Destaca-se este ano proposta enviada por pesquisadores da UNESP onde foram exploradas condições e configurações de processo de pré-tratamento em reator de explosão a vapor utilizando palha de cana-de-açúcar. Espera-se que com os resultados obtidos a partir dos experimentos conduzidos na planta piloto sejam propostos configurações de pré-tratamento com grande potencial para aplicação industrial.

Programas de P&D em Áreas Estratégicas

O desenvolvimento sustentável baseado em recursos de origem biológica cria desafios e oportunidades de P&D. O Brasil pode assumir papel de protagonista nesse novo modelo global da indústria de transformação, se agregar valor à biomassa vegetal e à biodiversidade por meio de tecnologias habilitadoras como a biotecnologia. A transição para uma economia de baixo carbono com uso responsável de recursos naturais levam a pressões para mudar os modelos de produção e consumo de produtos industriais incluindo a implantação de uma economia circular, que promova reuso de matéria-prima e o aproveitamento de resíduos. O crescimento da população e a tendência de urbanização geram uma demanda crescente por energia e por produtos industrializados, sendo que atualmente as rotas principais de transformação industrial usam derivados do petróleo como matéria-prima. Há necessidade por soluções alternativas, renováveis e sustentáveis, por moléculas réplicas das derivadas de petróleo. Além disso, a expectativa de aumento do consumo de produtos industriais como plásticos, por exemplo, demanda alternativas apropriadas para lidar com os resíduos desses materiais. A biotecnologia pode criar oportunidades para novos modelos de produção industrial de base biológica, com menores impactos ambientais, uso racional de recursos naturais e que estimule a economia circular e promova a tecnologias de baixo carbono. Os esforços do CNPEM no emprego da biotecnologia para o avanço do desenvolvimento econômico sustentável são visualizados em suas linhas de pesquisa e projetos científicos associados. Além disso, a integração dos Laboratórios Nacionais do CNPEM é uma rota recorrente e orgânica para atingir maior profundidade e impacto científico em temas de grande relevância para a biotecnologia.

A atuação neste ano se concentra nos seguintes temas-chave: materiais renováveis (químicos renováveis e biomateriais), energias renováveis (biocombustíveis líquidos) e agroambiental. Estes temas se complementam e compartilham as principais competências adquiridas e desenvolvidas ao longo da existência deste Laboratório nas áreas de Biologia Sintética, Biologia Molecular Estrutural, Bioprocessos, incluindo escalonamento e Avaliações de Tecnologias e de Ecossistemas. Os artigos correspondentes aos trabalhos de pesquisa e desenvolvimento são apresentados nos anexos deste Relatório, ou apontados em notas de rodapé ao longo do texto.

Programa de Pesquisa e Desenvolvimento em Materiais Renováveis

Este programa tem como ponto central desafios científicos e tecnológicos que abrangem desde questões fundamentais da biologia sintética e biocatálise ao escalonamento de processos em planta piloto assistido por avaliações de sustentabilidade, para o desenvolvimento de (bio)tecnologias nacionais e competitivas visando agregar valor à biomassa brasileira. O CNPEM atua em questões fundamentais e complexas associadas à conversão de matérias-primas da biodiversidade, tipicamente resíduos agroindustriais, em moléculas de alto valor agregado.

Para endereçar esses temas, o CNPEM utiliza as competências de Biologia Sintética e Molecular como a engenharia genética, desenho e engenharia de proteínas, integração de abordagens ômicas, e prospecção e descoberta por métodos avançados de sequenciamento (como *“single-cell sequencing”* e sequenciamento de 3ª geração *“long-read sequencing”*), além do estado da arte em Biologia Estrutural com síncrotron de 4ª geração e experimentos resolvidos no tempo na escala de micro e milissegundos. Conjuntamente, esta abordagem interdisciplinar gera

conhecimentos mecanísticos e metabólicos que são instrumentais para guiar o desenvolvimento de macromoléculas e sistemas biológicos complexos de alto desempenho e customizados para a realidade brasileira.

A estratégia do CNPEM em Materiais Renováveis engloba duas principais iniciativas: (i) desenvolvimento de rotas de biotransformação e (ii) funcionalização de biopolímeros. O LNBR foca este ano nos resultados em (i) desenvolvimento de rotas de biotransformação.

Subprograma Biotransformação

Este subprograma visa desenvolver rotas de biotransformação de matérias-primas renováveis em produtos de importância para a sociedade por meio de abordagem multidisciplinar e integrada, da bancada à escala piloto. Materiais renováveis, que incluem resíduos agroindustriais, possuem grande quantidade de hexoses, pentoses e aromáticos, que podem ser convertidos em uma ampla diversidade de moléculas de interesse para a sociedade. Porém, a utilização dos resíduos agroindustriais deve ser viabilizada por soluções biotecnológicas de despolimerização da biomassa para utilização dos componentes da parede celular vegetal. O desenvolvimento de tecnologia nacional para este processo poderá aumentar o potencial competitivo do Brasil em biorrenováveis. A transição de uma economia baseada em matérias-primas fósseis para uma economia que privilegie matérias-primas renováveis e sustentáveis requer o desenvolvimento científico e tecnológico de processos de conversão em moléculas de maior valor agregado. A biotecnologia pode desempenhar um papel importante nesta transição, quando alicerçada por meio de abordagens multidisciplinares e integradas de técnicas no estado-da-arte como radiação síncrotron, simulações quânticas, multi-ômicas, inteligência artificial, engenharia metabólica de sistemas, engenharia enzimática, biologia molecular estrutural e escalonamento de processos em escala piloto.

A atuação do CNPEM este ano em biotransformação inclui: (i) publicação da *Nature Communications* demonstrando o potencial da microbiota da capivara, como fonte valiosa de microrganismos e enzimas para a biotecnologia; (ii) estudo de nova subfamília de enzimas envolvida na degradação de mananas; (iii) sistema de assimilação e bioconversão de pentoses e; (iv) estudos relacionados a valorização da lignina.

Como dito, um dos grandes desafios para utilização dos componentes da parede celular vegetal é a despolimerização da biomassa, processo ainda não totalmente consolidado e nem economicamente viável para diversas aplicações industriais. O projeto temático FAPESP⁸¹ **“Novas estratégias para a despolimerização de polissacarídeos da parede celular vegetal”** destacam-se na área de descoberta e desenvolvimento de enzimas e tem direcionado esforços na elucidação de novas enzimas ativas sobre carboidratos (CAZymes), importantes em processos despolimerização, e com potencial de aplicação em processos industriais de relevância nacional, como nas áreas de bioenergia, produção de alimentos e setores correlatos.

⁸¹ Temático FAPESP:2015/26982-0. Explorando novas estratégias para a despolimerização de polissacarídeos da parede celular vegetal: da estrutura, função e desenho racional de hidrolases glicosídicas às implicações biológicas e potenciais aplicações biotecnológicas.

A biodiversidade brasileira é uma fonte inestimável de para aplicações biotecnológicas. Pesquisadores do CNPEM levantaram a hipótese que os microrganismos que habitam o intestino das capivaras que vivem perto de canaviais tenham, ao longo da evolução, desenvolvido estratégias moleculares altamente eficazes para a degradação e utilização do bagaço da cana-de-açúcar. O estudo interdisciplinar publicado na *Nature Communications*, “**Gut microbiome of the largest living rodent harbors unprecedented enzymatic systems to degrade plant polysaccharides**”⁸², conduzido pelo CNPEM em parceria com a Universidade de Marseille e a Universidade Técnica da Dinamarca, demonstrou o grande potencial da microbiota da capivara, como fonte de novos microrganismos celulolíticos e sistemas enzimáticos valiosos para a biotecnologia. A capivara é o maior roedor vivo do planeta e tem uma alta eficiência de conversão de materiais lignocelulósicos em energia, graças a sua microbiota intestinal. Apesar dessa incrível habilidade, os mecanismos empregados por essa microbiota se mantinham desconhecidos. Portanto, neste estudo abordagens multi-ômicas (metagenômica, metatranscriptômica e meta-metabolômica) associadas com técnicas de biologia molecular, enzimologia, espectrometria de massas e síncrotron foram integradas para não apenas identificar a composição e estrutura da comunidade microbiana, mas também determinar as rotas bioquímicas na conversão de lignocelulose em açúcares simples. As análises dessa comunidade revelaram um sinergismo entre bactérias conhecidas como *Bacteroidetes* e *Fibrobacteres* para a completa desconstrução de biomassa lignocelulósica, que não dependia de sistemas oxidativos, nem de complexos multi-enzimáticos, conhecidos como celulosomas. Além disso, neste estudo foi explorado a “matéria escura” metagenômica dessa microbiota, que são os genes codificadores de proteínas hipotéticas, ou melhor, proteínas sem função determinada. Após a reconstrução de genomas de alta qualidade a partir de dados metagenômicos, essas proteínas hipotéticas foram selecionadas pela combinação de múltiplos critérios, tanto *in silico* como experimentais, que resultou na descoberta de duas novas famílias de enzimas denominadas como GH173 e CBM89. A família GH173 exibiu uma atividade que pode auxiliar na redução da recalcitrância de componentes hemicelulósicos da parede celular vegetal bem como na indústria alimentícia. Por outro lado, a família CBM89, não é cataliticamente ativa, mas tem um papel chave em direcionar enzimas associadas a ela para um substrato específico, tipicamente aumentando a eficiência de despolimerização. Este estudo se destaca tanto pelas inúmeras abordagens, desde a escala populacional até a atômica, como pelas diversas descobertas e contribuições no campo da glicobiologia industrial, o que vai servir como modelo para futuros estudos da biodiversidade brasileira.

As hidrolases glicosídicas (do inglês *glycoside hydrolases*, GH) constituem a principal classe de enzimas responsáveis pela despolimerização da parede celular vegetal. A investigação de uma nova GH, identificada inicialmente a partir do estudo relatado anteriormente sobre a microbiota da capivara, revelou uma nova enzima potencialmente envolvida na degradação de mananas. O estudo *Glycoside hydrolase subfamily GH5_57 features a highly redesigned catalytic interface to process complex hetero-β-mannans*⁸³ revela como a enzima organiza-se de maneira distinta das demais, revelando um sítio ativo totalmente redesenhado para o reconhecimento de um

⁸² • Nature Communications, 2022, Article. <https://doi.org/10.1038/s41467-022-28310-y>.

⁸³ • Acta Crystallographica Section D - Structural Biology, 2022, Article. <https://doi.org/10.1107/S2059798322009561>

carboidrato complexo, a hetero-manana. Para isso, a principal técnica utilizada foi a cristalografia de raios-X, com dados coletados na linha de luz MANACA (Sirius). A estrutura tridimensional da enzima, ensaios bioquímicos e análises filogenéticas culminaram com o estabelecimento de uma nova subfamília de GH, a GH5_57. Este estudo abre novas perspectivas para o processamento de um importante carboidrato por meio de mananases, enzimas que possuem diversas aplicações industriais.

Outra atuação relacionada a biotransformação está relacionada aos microrganismos e enzimas responsáveis pela fermentação das hexoses e pentoses. Com o crescimento do conceito de sustentabilidade, os esforços para substituir recursos baseados em matéria prima fóssil por renovável, como a biomassa lignocelulósica, tem sido fundamental. Para isso, a utilização tanto da fração celulósica quanto a fração hemicelulósica, composta majoritariamente de xilose, é crucial para aplicação desta biomassa. A D-xilose ainda é subaproveitada, principalmente decorrente da incapacidade das leveduras industriais (*Saccharomyces cerevisiae*) em metabolizar este açúcar. Assim, uma estratégia para ampliar o uso da fração hemicelulósica seria a isomerização da xilose em xilulose pelas xiloses isomerases. Entretanto, a maior parte destas enzimas atuam em condições incompatíveis com àquelas requeridas pela *S. cerevisiae*. Este ano em estudo relacionado a linha de pesquisa “**sistema de assimilação e bioconversão de pentoses**” novas enzimas xilose isomerases foram prospectadas, por meio de abordagem metagenômica e ferramentas *in-silico*, do mangue e do solo da Antártica, algumas possuem características compatíveis para serem aplicadas em processos fermentativos e *cell-free*⁸⁴, convertendo eficientemente pentoses. A Tabela 9 revela resultados de cinética enzimática para três diferentes xiloses isomerases em duas condições distintas. As enzimas descobertas tiveram valores de *K_{cat}* (uma importante medida da eficiência catalítica da enzima) comparáveis com a enzima modelo proveniente do fungo *Orpinomyces*, sendo, portanto, candidatos promissores para a integração genômica de *S. cerevisiae* visando aproveitamento da xilose.

Tabela 9: Parâmetros cinéticos calculados para todas as condições testadas. Três primeiras: condição ótima de cada enzima. Três últimas condições do citosol microbiano caso a enzima seja aplicada em rotas fermentativas.

Enzima	V_{max} ($\mu\text{mol min}^{-1} \text{mg}^{-1}$)	K_{cat} (s^{-1})	K_M (mM)	k_{cat}/K_M ($\text{mM}^{-1} s^{-1}$)
ORF1	29,61	25,19	12,3	2,04
ORF3	28,46	23,77	14,5	1,63
OrpXI	42,11	37,41	20,9	1,79
ORF1-Ferm	0,68	0,57	22,0	0,026
ORF3-Ferm	2,21	1,84	27,1	0,068
OrpXI-Ferm	1,10	1,04	46,5	0,022

A lignina é um dos três principais componentes macromoleculares da biomassa lignocelulósica e, nesse contexto, a principal fonte renovável de compostos aromáticos. Entretanto, nas biorrefinarias a lignina possui baixo valor agregado sendo queimada para a geração energia.

⁸⁴ Técnica que utiliza somente a maquinaria existente na célula e que é necessária para a produção de uma enzima específica, não utiliza a célula inteira e possui rendimento mais elevado.

Produtos como fragrâncias, solventes, plásticos, cosméticos e fármacos podem ser produzidos a partir de químicos obtidos de lignina, permitindo substituir por equivalentes renováveis os produtos químicos hoje derivados do petróleo, além de criar oportunidades para obtenção de novas moléculas com vantagens funcionais em relação aos petroquímicos atuais. Apesar das particularidades de cada bioquímico derivado da lignina, existem desafios comuns como a compreensão dos mecanismos de despolimerização da lignina macromolecular e a conversão da diversidade de fragmentos de lignina despolimerizada em um único composto alvo. O CNPEM emprega ferramentas de biologia sintética, química, modelagem computacional, radiação síncrotron e instrumentação de larga escala na planta piloto para o desenvolvimento de bioquímicos derivados de lignina. O foco atual visa a obtenção de ácidos orgânicos de alto valor econômico a partir dessa macromolécula. O primeiro passo visa despolimerizar a lignina gerando compostos aromáticos monoméricos (bio-óleos), aptos a sofrerem bioconversão para moléculas de maior valor agregado. Em seguida, é necessário criar plataformas biológicas capazes de realizar essa bioconversão para a obtenção dos compostos de interesse, que também envolve o desenvolvimento de bioprocessos e estratégias de recuperação, separação e purificação dos produtos. Neste contexto, destaca-se este ano o estudo *Exploring the compatibility between hydrothermal depolymerization of alkaline lignin from sugarcane bagasse and metabolization of the aromatics by bacteria*⁸⁵ que visou a obtenção de monômeros fenólicos a partir de diferentes ligninas do bagaço de cana-de-açúcar e avaliação do crescimento bacteriano de um conjunto diversificado de espécies de bactérias com potencial em metabolizar esses aromáticos. O resultado deste estudo é mostrado de forma resumida na Figura 296, onde é possível observar que a lignina extraída do bagaço da cana-de-açúcar passa pelo processo de despolimerização hidrotérmica onde são obtidos monômeros fenólicos no bio-óleo leve produzido. O próximo passo foi avaliar bactérias com potencial de consumo destes fenólicos para aplicação biotecnológica. Como resultado, as bactérias que se mostraram mais promissoras foram *Pseudomonas sp.* e *Burkholderia sp.*

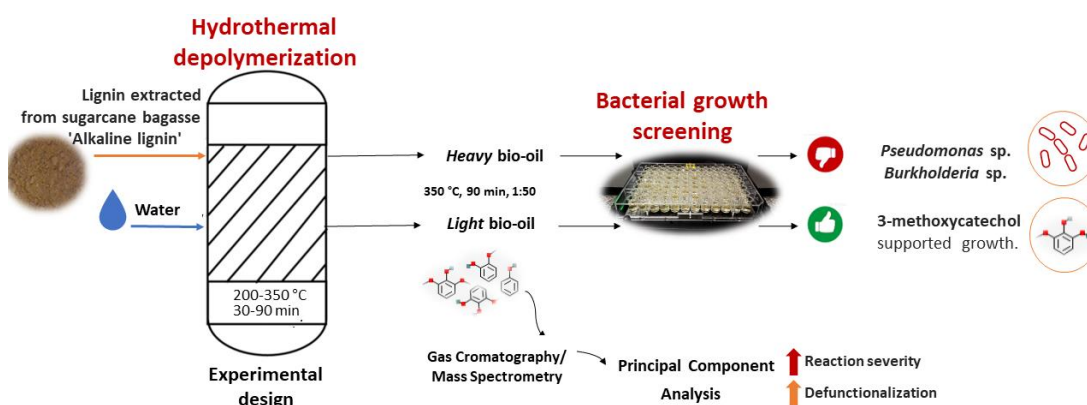


Figura 296. Ilustração da despolimerização hidrotérmica da lignina e avaliação do crescimento bacteriano.

Ainda no contexto de estratégias biológicas para valorização da lignina, destacam-se avanços na caracterização de novas vias de catabolismo de compostos aromáticos, dentro do contexto do projeto “Investigação das rotas metabólicas utilizadas por *Xanthomonas axonopodis pv.*

citri para a utilização de compostos aromáticos derivados da lignina, apoiado pela FAPESP⁸⁶. Nesse período, análises do transcriptoma global dessa bactéria em resposta a diferentes compostos aromáticos revelaram etapas enzimáticas até então desconhecidas para o catabolismo do monolignol álcool sinapílico, um dos principais precursores da síntese de lignina de biomassas de relevância nacional, como o bagaço da cana-de-açúcar. Além disso, esse trabalho também trouxe indícios da existência de uma via não convencional para o catabolismo do benzaldeído, cuja validação está em andamento. Ainda dentro dessa temática, destaca-se como resultado a descoberta de um novo transportador envolvido na assimilação de compostos aromáticos em bactérias e de novas vias metabólicas ainda não reportadas na literatura. Por meio de ensaios *in vivo* (nocauteamento gênico, análise de crescimento bacteriano) e *in vitro* (atividade enzimática de enzimas puras), mostrou-se que os genes xac0352-xac0353-xac0354 da bactéria *X. citri* codificam proteínas envolvidas num sistema de assimilação e bioconversão de diversos aromáticos relacionados a lignina, incluindo os três tipos principais de monolignóis. Os resultados fortalecem as bases de conhecimento importante no desenvolvimento de estratégias biotecnológicas de conversão de resíduos ricos em compostos aromáticos, tais como a lignina, em químicos de interesse industrial.

Outro trabalho relevante nos estudos na valorização da lignina trata das energias de solvatação de fragmentos obtidos da despolimerização de lignina. Essas energias de solvatação, em água e solventes orgânicos, são parâmetros termodinâmicos fundamentais para modelagem quantitativa dos processos de conversão de lignina. Nesse contexto foi realizado o estudo **Density Functional Theory with Implicit Solvents for Accurate Estimation of Aqueous and Organic Solvation Free Energies of Lignin Fragments**⁸⁷ ilustrado na Figura 297. Cálculos de energia de solvatação são desafiadores para fragmentos de lignina devido ao balanço de oxigenações hidrofílicas e anéis aromáticos hidrofóbicos com orbitais π . Os cálculos realizados neste estudo teórico obtiveram acurácia sem precedentes para energia de solvatação em água. De maneira mais geral, o conjunto de dados obtidos é um avanço importante para modelagem computacional do processamento de lignina em combustíveis e produtos químicos.

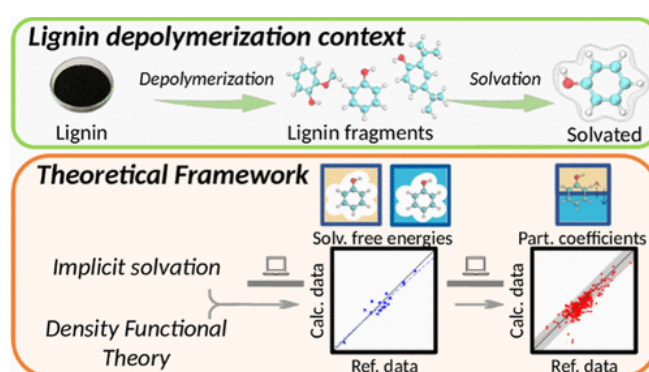


Figura 297. Ilustração da abordagem para determinação de energias livres de solvatação em água e solventes orgânicos para fragmentos de lignina.

⁸⁶ FAPESP: 2019/06921-7. Investigação das rotas metabólicas utilizadas por *Xanthomonas axonopodis* pv. *citri* para a utilização de compostos aromáticos derivados da lignina. 2019/08590-8: bolsa de doutorado.

⁸⁷ ACS Sustainable Chem. Eng., 2022, Article. <https://doi.org/10.1021/acssuschemeng.2c02462>

Finalizando os estudos relacionados a valorização da lignina destaca-se a colaboração com o LNNano intitulada *How lignin sticks to cellulose—insights from atomic force microscopy enhanced by machine-learning analysis and molecular dynamics simulations*⁸⁸. O estudo investigou as interações entre lignina e celulose em escala molecular e nanométrica, que é um importante tópico de pesquisa com impactos em diversas rotas de valorização da biomassa. Foram determinadas experimentalmente mais de sete mil curvas forças-distância com pontas de microscopia de força atômica recobertas com lignina em contato com filmes de celulose. Essa base experimental foi submetida à análise de dados com técnicas de aprendizado de máquina e os resultados obtidos foram interpretados a partir de resultados de simulação por dinâmica molecular. Essa combinação única de microscopia de força atômica, análises orientadas a dados e simulações moleculares abre uma nova abordagem de investigação e atualiza a compreensão das interações celulose-lignina na nanoescala (Figura 298).

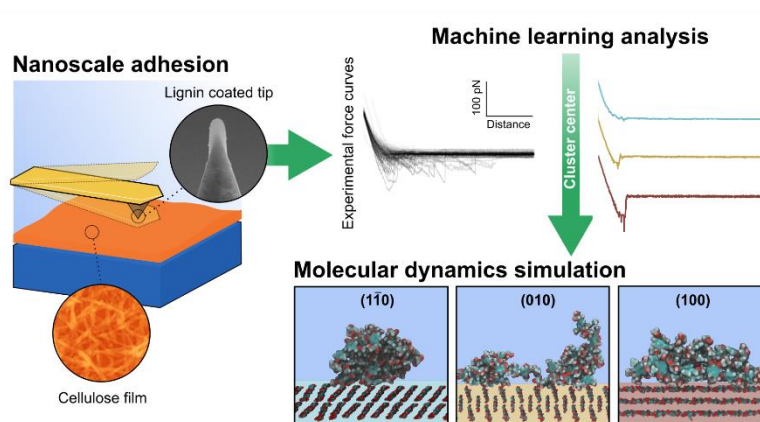


Figura 298. Ilustração esquemática das etapas experimental, de análises por aprendizado de máquina e simulações por dinâmica molecular das interações celulose-lignina.

Programa de Pesquisa e Desenvolvimento em Energia Renovável

Este programa tem por objetivo promover a descarbonização dos sistemas energéticos, por meio do desenvolvimento sustentável, da diversidade e uso racional dos recursos naturais e energéticos do Brasil, tendo como base nossos diferenciais de país. O CNPEM atua no desenvolvimento da biotecnologia para biocombustíveis sustentáveis e de baixo carbono, avaliações de ciclo de vida e escalonamento em planta piloto. Com o desenvolvimento dos setores de etanol e biodiesel, o setor de combustíveis líquidos no Brasil experimentou mudanças significativas ao longo das últimas décadas. Dentre as opções tecnológicas para aumento da produção de biocombustíveis que vêm sendo desenvolvidas no Brasil, destaca-se o etanol celulósico ou de segunda geração, que apresenta vantagem de poder ser produzido a partir de resíduos agroindustriais com baixos impactos ambientais. No entanto, ainda existem desafios tecnológicos que devem ser superados para o pleno sucesso da tecnologia, tais como as etapas de pré-tratamento, sacarificação e a fermentação de pentoses. O CNPEM tem apoiado o desenvolvimento dessa tecnologia, em especial por meio da construção de um coquetel enzimático competitivo e do desenvolvimento de cepas microbianas capazes de metabolizar de

⁸⁸ Nanoscale, 2022, Article. <https://doi.org/10.1039/D2NR05541D>. O trabalho foi selecionado para a capa desta edição do periódico.

forma integral os açúcares fermentescíveis provenientes da biomassa. Outras opções tecnológicas para o país baseiam-se no desenvolvimento de rotas de produção de biocombustíveis para transporte aéreo, marítimo e rodoviário para veículos pesados. Outro paradigma tecnológico que desponta como alternativa aos combustíveis fósseis é baseado em hidrogênio. A solução dos desafios relacionados ao desenvolvimento da plataforma energética baseada em hidrogênio é complexa e vai exigir um grande domínio dos processos científicos e de engenharia vinculada a materiais avançados.

A estratégia do CNPEM em Energia Renovável engloba duas principais iniciativas: (i) *Biocombustíveis Líquidos* - o uso da biotecnologia industrial para o desenvolvimento de biocombustíveis sustentáveis, desde a escala de bancada até o seu escalonamento de processo em planta piloto, assistido por avaliações de sustentabilidade; (ii) *Hidrogênio* - desenvolvimento de tecnologias para produção e uso do hidrogênio, incluindo o hidrogênio “verde” (oriundo da eletrólise da água). No âmbito do desenvolvimento de Energia Renovável o LNBR descreve este ano os esforços realizados no desenvolvimento de (i) *Biocombustíveis Líquidos*.

Subprograma de biocombustíveis líquidos

Este subprograma visa o desenvolvimento da biotecnologia para biocombustíveis sustentáveis e de baixo carbono, avaliações de ciclo de vida e escalonamento de processos em planta piloto. Objetiva o desenvolvimento de sistemas enzimáticos para a desconstrução das cadeias poliméricas constituintes da biomassa e conversão de óleos vegetais em hidrocarbonetos, bem como de chassis microbianos para conversão de açúcares avançados em biocombustíveis. Além disso, considerando que os biocombustíveis podem ser produzidos utilizando uma grande variedade de matérias-primas com inúmeras combinações de rotas tecnológicas para sua conversão industrial, é essencial que haja a total compreensão dos impactos de novas tecnologias antes que ela seja escalonada a um nível de produção industrial. Assim inclui neste subprograma avaliações de ciclo de vida e escalonamento em planta piloto. Outro ponto a analisar é que a expansão de área para plantio de matéria-prima para produção biocombustíveis deve ser feita de maneira sustentável para reduzir a possível competição com a produção de alimentos e mitigar os impactos causados pela mudança de uso da terra. Dentro desse contexto, estratégias sustentáveis podem se beneficiar da integração de cadeias produtivas. Etanol celulósico e biocombustíveis de aviação são no momento do foco de atuação do LNBR. No caso do etanol como biocombustível, a expectativa é que a demanda aumente em cerca de 50% na próxima década devido às leis de incentivo como o Renovabio, e o Brasil continuará se destacando como um dos maiores produtores mundiais. Em relação a bioquerosene de aviação, a partir de 2027 haverá um aumento considerável na demanda impulsionado por um acordo entre vários países no setor da aviação civil (CORSIA). Todavia, ainda há desafios de P&D para viabilizar estas tecnologias no País. Neste cenário, os resultados obtidos este ano estão associados a: (i) uso da biotecnologia industrial e escalonamento de processos para construção de um coquetel enzimático competitivo para obtenção de açúcares fermentescíveis; (ii) uso da biotecnologia industrial para o desenvolvimento de cepas microbianas capazes de metabolizar de forma integral os açúcares fermentescíveis provenientes da biomassa; (iii) avaliação de rotas de produção de etanol de segunda geração; (iv) estudos relacionados a avaliação de

sustentabilidade na produção de energia renováveis, incluindo avaliação espacializada de recursos naturais e; (v) integração de cadeias produtivas na produção de etanol.

Visando aprimorar a produção de enzimas para obtenção de açúcares fermentescíveis, foi concluído este ano a primeira parte do escalonamento de processos em 65 litros, que originou uma publicação associada ao “**desenvolvimento de coquetel enzimático para sacarificação de bagaço de cana-de-açúcar**” O artigo⁸⁹ descreve uma série de cultivos realizados em biorreatores de bancada e escala piloto tendo como objetivo otimizar os parâmetros operacionais mais importantes para o crescimento e produção enzimática pela cepa fúngica previamente desenvolvida pelo LNBR/CNPEM (*T. reesei* Br_TrR03). O uso das condições otimizadas de bioprocessos para a produção do coquetel enzimático resultou em um aumento de aproximadamente 2 vezes na produtividade proteica (associada ao crescimento do fungo), uma melhoria de 1,6 vezes na atividade FPase e uma redução de 4 dias no tempo de cultivo. Além disso, o processo de produção do coquetel enzimático foi escalonado para reatores de 65 Litros (Figura 299). O teor proteico obtido na escala piloto foi aproximadamente 85% do observado nos biorreatores de bancada, demonstrando a robustez e escalabilidade desta cepa fúngica e do bioprocessos desenvolvido. Avaliações técnico-econômica e de ciclo de vida mostram um custo competitivo do coquetel enzimático abaixo de 3 dólares o quilo e uma emissão de carbono inferior as tecnologias comercialmente empregadas.

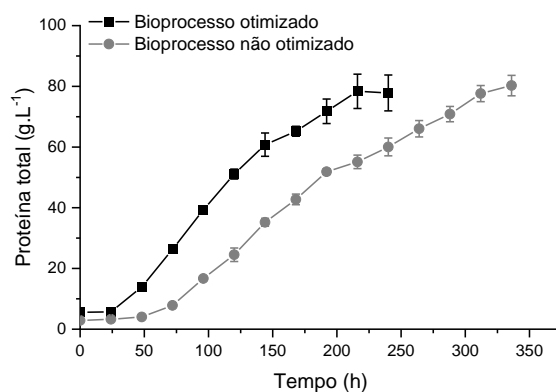


Figura 299. Comparação da produção de proteínas nos bioprocessos otimizado e não otimizado.

A biotecnologia industrial é utilizada também na pesquisa ainda em desenvolvimento, intitulada “**plataforma microbiana visando a fermentação de xilose proveniente da biomassa em etanol lignocelulósico com alto rendimento**” que avaliou neste ano as capacidades de crescimento e produção de etanol de sete linhagens da levedura *S. cerevisiae*. Essa levedura naturalmente consome somente açúcares de seis carbonos (glicose), logo a assimilação de açúcares de cinco carbonos (xilose) de forma eficiente é essencial para um melhor aproveitamento dos açúcares fermentescíveis das biomassas. Para tanto, faz-se necessário o desenvolvimento racional de plataformas microbianas. Neste ano um total de sete modificações genéticas foram realizadas na cepa selecionada (CEN.PK 113-7D), resultando em uma nova cepa C5.V1 LNBR. Esta cepa foi

⁸⁹ Bioresource Technology, 2022, Article. <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2022.128019>

capaz de crescer em xilose como única fonte de carbono, e em condições de co-fermentação, consumiu cerca de 50% da xilose fornecida, indicando ter potencial para futuras otimizações.

Em relação ao desenvolvimento de rotas de produção de etanol finalizou-se o estudo “**Avaliação técnico-econômica com dados atualizados de rotas de produção de etanol de segunda geração**”, que incorporou os avanços obtidos com o desenvolvimento do coquetel enzimático e aspectos de mercado e de sustentabilidade tais como o RenovaBio. Foram realizadas avaliações de viabilidade técnico-econômica e ambiental da produção integrada de enzimas e etanol de segunda-geração (2G) usando o coquetel enzimático desenvolvido pelo LNBR/CNPEM (*T. reesei*, cepa Br_TrR03). Considerou-se a produção de etanol 2G a partir de bagaço de cana-de-açúcar, um dos resíduos agroindustriais de maior volume no Brasil. A rota avaliada baseia-se na obtenção de açúcares a partir da fração lignocelulósica da biomassa, por meio das etapas de pré-tratamento e hidrólise enzimática, e subsequente fermentação, seguida das etapas de purificação para obtenção do etanol com especificação para uso como combustível. Adicionalmente, a produção do coquetel enzimático foi integrada ao processo, permitindo reduzir custos e impactos ambientais associados a purificação, estabilização, transporte e condicionamento das enzimas, além de aproveitar as sinergias existentes entre ambos os processos de produção, como infraestrutura, insumos e utilidades (Figura 300).

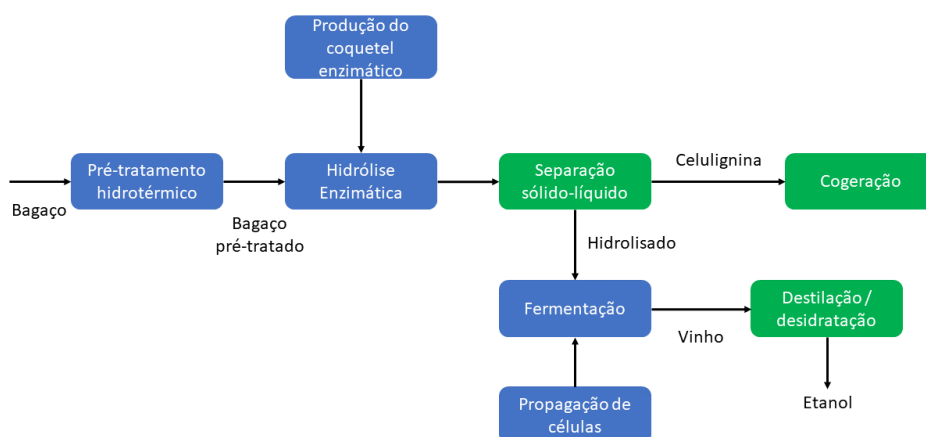


Figura 300. Fluxograma do processo de produção de etanol 2G com produção integrada de coquetel enzimático.

As avaliações mostraram que a fonte de carbono é o principal componente no processo, tanto no custo de produção quanto na intensidade de carbono do coquetel enzimático, contribuindo com cerca de 17% no custo total de produção (2,69 R\$.L⁻¹) e 36% na intensidade de carbono (21,3 g CO₂.MJ⁻¹) do etanol produzido. Também foi avaliada a receita de créditos de descarbonização (CBios). No contexto da nova política nacional de biocombustíveis, o RenovaBio⁹⁰, a geração de CBios pode ser associada à produção de etanol combustível. Um CBio corresponde à emissão evitada de uma tonelada de dióxido de carbono equivalente (CO₂ eq), calculada em função da diferença entre a intensidade de carbono do combustível fóssil substituído (no caso gasolina) e a intensidade de carbono do biocombustível. Para o cálculo da estimativa de CBios foi realizada uma análise do berço ao túmulo, ou seja, incluindo as etapas

⁹⁰ Lei Nº 13.576, de 26 de dezembro de 2017.

de distribuição e uso final segundo informações da ferramenta de cálculo da intensidade de carbono dos biocombustíveis do programa RenovaBio, a RenovaCalc⁹¹. A receita com CBios contribuiu para uma redução entre 5 e 15% do custo de produção do etanol, dependendo da variação do preço de comercialização do CBio.

Uma série de estudos relacionados a avaliação da sustentabilidade da produção de energias renováveis foram destaques neste ano. Destaca-se resultados do estudo **“Implications of regional agricultural land use dynamics and deforestation associated with sugarcane expansion for soil carbon stocks in Brazil”⁹²** relacionado ao entendimento de estratégias sustentáveis para expansão da produção de etanol. Por meio da análise e processamento de imagens de satélites foi possível quantificar o desmatamento direto desencadeado pela expansão da cana-de-açúcar nos biomas Mata Atlântica e Cerrado (2002-2016), e também avaliar os efeitos diretos sobre o desmatamento, os estoques de carbono no solo, e as emissões de GEE em duas bacias hidrográficas devido às mudanças do uso da terra associadas a essa expansão. As principais contribuições foram quantificar que o impacto no desmatamento direto e na expansão além do limite estabelecido pelo programa de Zoneamento Agroecológico da Cana-de-Açúcar, foi da ordem de apenas 3% e que resultou em impactos negligenciáveis nas bacias hidrográficas no que tange ao balanço global de carbono no solo.

A produção estratégica de energia renovável deve priorizar a mitigação de emissão de gases de efeito estufa ao mesmo tempo em que diminui outros impactos ambientais no atendimento de demandas futuras no país. Por consequência, é possível aumentar a receita desse setor no mercado de energia renovável por meio dos Créditos de Descarbonização (CBIOS). O estudo **Integrating carbon footprint to spatialized modeling: The mitigation potential of sugarcane ethanol production in the Brazilian Center-South**⁹³ demonstrou o uso da plataforma de avaliação de impactos econômicos e ambientais, desenvolvida no CNPEM, que considera aspectos regionais na produção de etanol, revelando potencial sinérgico de ganhos ambientais e de receita com CBIOS. Além de contribuir significativamente com o cumprimento das metas de redução de emissões, as condições avaliadas no estudo projetam aumento das receitas do setor, com ganhos anuais estimados em até 880 milhões de dólares com CBIOS negociados no mercado (Tabela 10). Além disso, a estrutura georreferenciada proposta no estudo mostrou variações espaciais significativas que devem ser contabilizadas em futuras avaliações, com intuito de garantir a produção de biorrenováveis de forma sustentável. Este estudo foi destacado como “editor’s choice” do periódico *Resources, Conservation & Recycling*.

⁹¹ Disponível em: <https://www.gov.br/anp/pt-br/assuntos/renovabio/renovacalc>.

⁹² Regional Environmental Change volume, 2022, Article. <https://doi.org/10.1007/s10113-022-01907-1>

⁹³ Resources, Conservation & Recycling, 2022, Article. <https://doi.org/10.1016/j.resconrec.2022.106725>

Tabela 10: Demandas atuais e projetadas de etanol no Brasil, receita potencial dos CBIOS e contribuição relativa para o setor em diferentes cenários de pegada de carbono.

	Melhor		Intermediário		Pior	
	Mton Co ₂ e ⁹⁴	Créditos (bi US\$)	Mton Co ₂ e	Créditos (bi US\$)	Mton Co ₂ e	Créditos (bi US\$)
Atual (A)	47,75	0,94	45,07	0,88	34,73	0,68
RenovaBio (B)	31,71	0,62	29,93	0,59	23,07	0,45
SSP1 2030 (C)	66,22	1,30	62,51	1,23	48,17	0,94

A -Produção atual de etanol de cana de 29,75 bi L, para a safra 20/21; **B** - Demanda marginal de etanol projetada pelo RenovaBio para 2030, de 19,5 bi L; **C** - Demanda marginal projetada de etanol para o Brasil em 2030, considerando as premissas da SSP1, de 41,25 bi L.

A avaliação da sustentabilidade da produção de energias renováveis deve levar em conta ainda contribuir com o atingimento das metas dos Objetivos de Desenvolvimento Sustentável (ODS). O estudo *Addressing the contributions of electricity from biomass in Brazil in the context of the Sustainable Development Goals using life cycle assessment methods*⁹⁵ propôs uma metodologia e a utilizou para comparar os impactos nos ODS advindos da produção de eletricidade por meio da biomassa de cana-de-açúcar com outras opções tecnológicas da matriz elétrica brasileira. Os resultados indicaram, por exemplo, que a eletricidade de biomassa de cana-de-açúcar tem um desempenho melhor nos ODS em comparação com a eletricidade produzida a partir do carvão e do petróleo. O estudo também demonstrou as áreas-chave na produção de eletricidade de biomassa de cana-de-açúcar que precisam ser melhoradas para contribuir no alcance das metas dos ODS, como participação feminina na força de trabalho e melhores salários.

Dentro dos esforços associados ao Programa Combustível do Futuro, lançado pelo MME - Ministério de Minas e Energia em 2021, o CNPEM subsidiou o grupo de trabalho “**Etanol de 2ª geração (E2G)**”, propondo e reavaliando rotas tecnológicas⁹⁶, considerando os avanços recentes no Brasil para auxiliar no mapeamento do estado da arte, bem como identificar oportunidades de aperfeiçoamento de políticas públicas para aumentar a competitividade do E2G.

⁹⁴ Considerando o preço de mercado da C BIO 100,16 R\$ por tonelada CO₂e, em 17 de março de 2022.

⁹⁵ Journal of Industrial Ecology, 2022, Article. <https://doi.org/10.1111/jiec.13242>

⁹⁶ Tais contribuições foram incorporadas à Nota Técnica “Condições técnicas e econômicas para produção em larga escala do etanol de 2ª geração”, submetida ao MME.

A expansão da produção de biocombustíveis com base em culturas de alimentos e seus impactos no uso da terra originaram o debate "alimentos versus biocombustíveis". Ao mesmo tempo, a pecuária é a atividade humana com maior território ocupado no planeta, com pastagens e áreas agrícolas dedicadas à produção de alimentos para gado. A pecuária nacional apresenta baixa produtividade média devido ao manejo extensivo, ao baixo uso de insumos e à baixa tecnificação. Neste contexto, a integração da produção de etanol com a pecuária pode melhorar o uso de terra, pois sistemas mais intensivos podem manter ou mesmo aumentar a produção de alimentos enquanto reduzem o uso da terra. É possível, portanto, expandir a área destinada à produção de biocombustíveis sem deslocar o cultivo de alimentos ou a pecuária, que, por sua vez, poderiam avançar em áreas de vegetação natural. O projeto temático FAPESP⁹⁷ "**Avaliação da Integração Cana-pecuária: Modelagem e Otimização**" é realizado em colaboração com 16 instituições parceiras⁹⁸ – integrando universidades nacionais e internacionais, instituições de ciência e tecnologia e empresas. Esse estudo visa explorar as sinergias entre as cadeias produtivas sucroenergética e agropecuária, avaliando seus aspectos logísticos e de sustentabilidade. Neste ano houve avanços significativos na obtenção de dados experimentais para construção dos metamodelos representativos das diversas etapas que compõem os cenários de integração cana-de-açúcar / pecuária, buscando a sua otimização. Com a retomada das atividades laboratoriais, pós pandemia, os múltiplos grupos de pesquisa envolvidos no projeto focaram no aprofundamento dos seguintes processos: (1) pré-tratamento dos resíduos lignocelulósicos da cana-de-açúcar; (2) aproveitamento da vinhaça para produção de proteína e co-digestão com dejetos bovinos; (3) estudos do metabolismo de diversos ingredientes de rações a serem introduzidos nos sistemas integrados; (4) estudos da otimização econômica e ambiental de diversas rações para bovinos confinados; (5) estudos dos sistemas produtivos de cana-de-açúcar, milho e outras culturas agrícolas a serem empregadas nos sistemas integrados; (6) construção dos metamodelos representativos das biorrefinarias; (7) integração dos grupos de pesquisa do projeto para construção dos metamodelos para as avaliações técnica e da sustentabilidade econômica, ambiental e social dos sistemas integrados; (8) estabelecimento das rotinas de otimização dos cenários de integração cana-de-açúcar / pecuária.

A integração de cadeias produtivas na produção de etanol, é outra estratégia sustentável de expansão do etanol. Neste caso, o estudo **Techno-economic and environmental assessment of bioenergy and livestock integrated systems in Brazil**⁹⁹, desenvolvido no CNPEM, quantificou os impactos da integração da pecuária com as principais culturas do Brasil (cana-de-açúcar, milho e soja), visando promover sinergias, tais como intensificação de pastagens e uso de subprodutos de biocombustíveis como suplemento alimentar animal para liberar área de pastagem para produção adicional de biomassa. Como resultado, estimou-se que o potencial de mitigação de emissões de GEE por hectare (em substituição aos combustíveis fósseis) é cerca de duas vezes maior no sistema integrado do que no sistema convencional, que o etanol de cana-de-açúcar produzido em sistemas integrados também foi mais vantajoso em oito dos nove Objetivos de

⁹⁷ Temático FAPESP: 2017/11523-5. Avaliação da Integração Cana-pecuária: Modelagem e Otimização.

⁹⁸ Participam também as seguintes instituições brasileiras: EMBRAPA (CNPMA, CNPTIA, CNPSE, CNPGC e CPAP), Unicamp (NIPE, FEQ, FCA, IE e FEAGRI) e USP (EESC e CEPEA). Instituições internacionais: Michigan State University, Texas A&M University e University of Edinburgh.

⁹⁹ Sustainable Production and Consumption, 2022, Article. <https://doi.org/10.1016/j.spc.2022.05.013>

Desenvolvimento Sustentável (ODS) considerados e que os sistemas integrados podem ser técnica e economicamente viáveis.

Programa de Pesquisa e Desenvolvimento Agroambiental

Este programa atua em três linhas de pesquisa que visam o desenvolvimento sustentável da agricultura. A agricultura é uma atividade essencial e historicamente baseada no uso de insumos não renováveis, tais como os fertilizantes oriundos de reservas finitas e defensivos sintéticos. Entretanto, o Brasil é dependente da importação destes insumos, que além do alto custo, representa uma fragilidade ao agronegócio brasileiro. Adicionalmente, o uso destes agroquímicos pode acarretar diversos impactos ambientais, como emissões de gases do efeito estufa. Neste cenário, pesquisas são necessárias para auxiliar o País a ter maior independência em relação ao uso destes insumos, bem como reduzir os impactos ocasionados por eles. Outro desafio do desenvolvimento sustentável a ser enfrentado está relacionado ao controle da poluição e o monitoramento de estresses ambientais. Dado o potencial de ampla utilização de novos e nano materiais, é necessário o monitoramento da segurança por meio da realização de estudos dos efeitos dos mesmos sobre organismos vivos e dinâmica nos ecossistemas.

A estratégia do CNPEM no tema Agroambiental engloba três principais iniciativas: (i) Microbiota, Nutrientes e Emissões do Solo; (ii) Remediação Ambiental; e (iii) Ecotoxicidade. Neste ano o LNBR atuou de forma protagonista na primeira iniciativa.

Subprograma Microbiota, Nutrientes e Emissões do Solo

Este subprograma visa compreender os principais mecanismos e processos que regulam o papel da microbiota do solo na disponibilidade de nutrientes, no controle de doenças, na estocagem do carbono e a emissão de N_2O de solos agrícolas, visando fornecer subsídios para o desenvolvimento de microrganismos ou moléculas bioativas com potencial de serem utilizadas na agricultura. Novas estratégias biotecnológicas podem ser desenvolvidas e aplicadas nas áreas agrícolas visando a substituição dos agroquímicos convencionais e a descarbonização. Estas iniciativas estão alinhadas com o Programa Nacional de Bioinsumos, do Ministério da Agricultura, Pecuária e Abastecimento (MAPA), que tem como objetivo estimular a pesquisa, a produção e o uso de produtos biológicos, como bioinsumos agrícolas, para uma agricultura mais sustentável no país. Neste cenário, os resultados obtidos este ano estão associados a: (i) identificação de bactérias com o potencial de promover o crescimento radicular e melhor utilização dos nutrientes disponíveis; (ii) identificação de bactérias com potencial de substituir a aplicação de pesticidas químicos; (iii) identificação dos principais grupos microbianos responsáveis pela produção de N_2O em solos cultivados com cana-de-açúcar; (iv) demonstração do efeito dos resíduos agrícolas na labilidade e proteção do carbono em solos tropicais; e (v) abordagem metodológica baseada em tomografia síncrotron para visualização tridimensional do carbono particulado em agregados de solo.

Em relação ao estudo de **identificação de bactérias com o potencial de promover o crescimento radicular e melhor utilização dos nutrientes disponíveis** foi prospectado no banco de microrganismos do LNBR microrganismos capazes de promover o crescimento da planta modelo *Arabidopsis thaliana* através de compostos orgânicos voláteis (COVs). COVs são pequenas

moléculas gasosas sinalizadoras que podem induzem o crescimento vegetal. Isto é relevante já os microrganismos e seus metabólitos têm sido utilizados na agricultura como uma alternativa ambientalmente amigável para a substituição de insumos químicos, e o aumento da produtividade de culturas agrícolas de importância econômica. Foram obtidas cinco bactérias que promoveram o crescimento de biomassa seca da parte aérea de *A. thaliana* em 244 a 288% em comparação ao controle sem inóculo. Com exceção de um isolado, todos os demais também foram capazes de aumentar a biomassa seca do sistema radicular de 184 a 423% comparado ao controle, o que pode auxiliar no melhor uso de nutrientes disponíveis.

Embora os resultados acima sejam promissores, *A. thaliana* é uma planta modelo, sem importância agrícola. Assim, um dos destaques deste ano foi o estudo de **bactérias relevantes para o crescimento do arroz**, uma das culturas mundialmente mais importante. Em trabalhos anteriores o CNPEM selecionou bactérias capazes de promover o aumento da biomassa seca do arroz em até 70%¹⁰⁰. Neste ano, o foco se deu no entendimento dos mecanismos moleculares envolvidos nesta promoção do aumento de biomassa. Utilizando metabolômica como uma abordagem de biologia de sistemas, foram identificados vários metabólitos presentes em concentrações significativamente diferentes no arroz quando crescido em contato com COVs bacterianos. Foi verificado também, que metabolomas¹⁰¹ de plantas tratadas e não tratadas com os COVs de diferentes bactérias promotoras de crescimento são distintos entre si. Este resultado mostra que cada bactéria ocasiona alterações específicas no arroz. A partir destes dados foi possível verificar diversas vias metabólicas que se destacaram na promoção do crescimento. Todos estes resultados foram submetidos para publicação científica e este será o primeiro relato de moléculas sinalizadoras promovendo o crescimento do arroz.

Já o estudo de **identificação de bactérias com potencial de substituir a aplicação de pesticidas químicos** também envolveu a prospecção no banco de microrganismos do LNBR microrganismos capazes de inibir o crescimento do patógeno de milho *Cercospora zeina* através de COVs. Em relação ao potencial de isolados bacterianos em produzir COVs capazes de inibir o crescimento do fungo *C. zeina*, identificou-se os dois melhores produtores de COVs bioativos que o inibiram em 47,1 % e 38,2%, respectivamente. Foram realizados sequenciamento e análises filogenéticas, e um dos isolados apresentou maior identidade com as espécies *Pseudomonas glyciniae* e *P. kribbensis*, e o segundo com *Bacillus fungorum*. Espécies de *Pseudomonas* possuem um grande potencial de uso na agricultura. Recentemente, um trabalho publicado¹⁰² pelo grupo de pesquisa do LNBR, em colaboração com pesquisadores do LNLS e outras instituições de pesquisa foi pioneiro em apresentar os efeitos causados pelos COVs de *Pseudomonas* no material genético do fungo *Thielaviopsis ethacetica* (patógeno da cana-de-açúcar) e relacionar os efeitos antagônicos à deficiência fúngica ao metabolismo de carboidratos. Mais estudos devem ser feitos para investigar se a inibição do crescimento de *C. zeina* envolve estes processos.

No que tange ao estudo da **identificação dos principais grupos microbianos responsáveis pela produção de N₂O em solos cultivados com cana-de-açúcar**, o foco se deu no entendimento dos

¹⁰⁰ CNPEM, Relatório Anual do Contrato de Gestão 2021.

¹⁰¹ Metabolomas: pode ser definido como a composição de todas os metabólitos (pequenas moléculas) presentes em um dado organismo.

¹⁰² Environmental Microbiology, 2022, Article. <https://doi.org/10.1111/1462-2920.15876>

principais grupos microbianos associados à produção de N_2O em solos e na elucidação da labilidade e proteção do carbono em solos tropicais. As emissões de N_2O do solo representa a principal fonte de emissão de gases do efeito estufa do etanol e outros biorrenováveis à base de cana-de-açúcar. Estas emissões são resultantes sobretudo da aplicação de fertilizantes nitrogenados e vinhaça em solos agrícolas. O estudo conduzido no LNBR evidenciou que a aplicação de vinhaça, por meio da adição de água, nutrientes, carbono e nitrogênio orgânico, além de microrganismos oriundos da fermentação, estimula a atividade microbiana do solo e consequentemente resulta em condições ideais para a produção e emissão de N_2O . A aplicação de vinhaça acarreta uma rápida modificação nos principais grupos microbianos predominantes no solo, e as bactérias pertencentes ao filo Firmicutes evidenciam esta mudança (Figura 301) e tiveram alta correlação com as emissões de N_2O . Em adição, os resultados evidenciam que a adoção de práticas inovadoras de uso da vinhaça, tais como a concentração térmica e biodigestão anaeróbica, resultam em reduções significativas (variando de 32% a 46%) das emissões de N_2O e alterações na composição da comunidade microbiana. Ainda de acordo com o estudo, os diferentes tipos de vinhaça não afetaram a produção de biomassa e as alterações induzidas pela aplicação de vinhaças na comunidade de microbiana do solo são transitórias (menos de 60 dias) e após este período tendem a retornarem ao equilíbrio inicial.

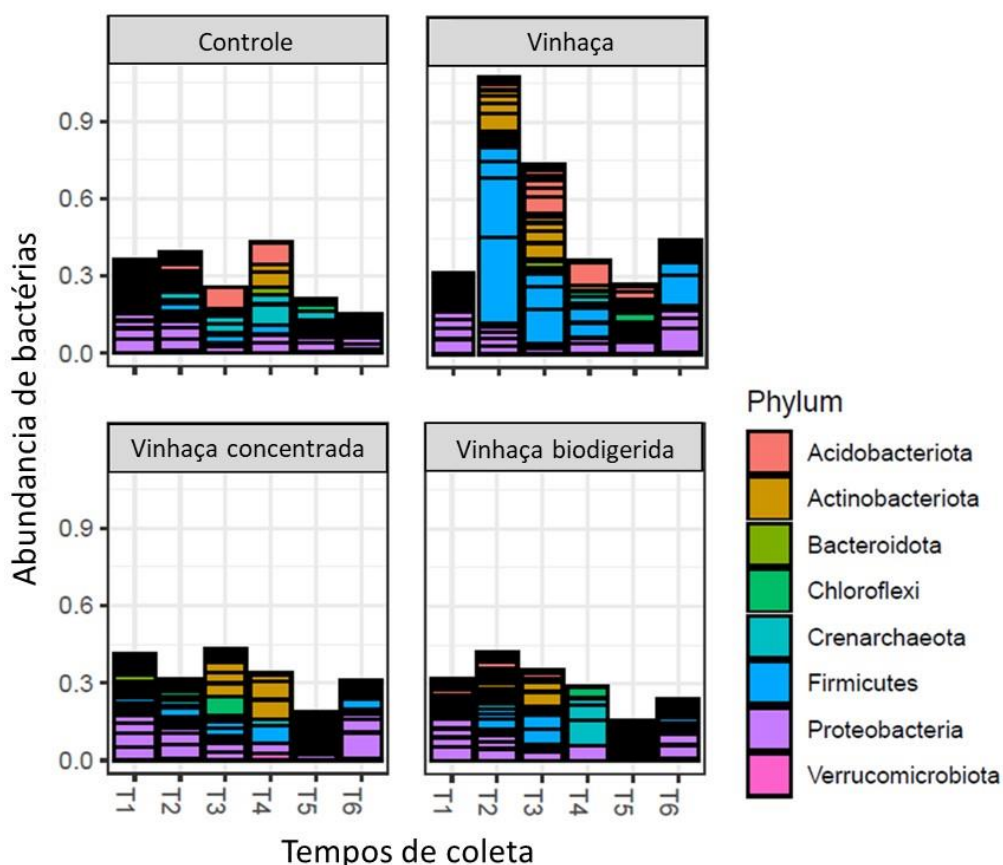


Figura 301. Abundância de filós de bactérias em solos de cana-de-açúcar tratados com diferentes tipos de vinhaça, em diferentes tempos (T1 a T6). Controle = sem aplicação de vinhaça.

Em relação à demonstração do efeito dos resíduos agrícolas na labilidade e proteção do carbono em solos tropicais, o estudo ***Quantity, quality and physical protection of soil carbon associated with sugarcane straw removal in southern Brazil***¹⁰³ mostrou que 24% do carbono aportado via palha foi acumulado no solo, com taxas de acúmulo de carbono de 1,4 t ha⁻¹ ano⁻¹ ao longo de 6 anos. Além disso, a manutenção da palha no campo melhorou a agregação do solo, cuja formação de macroagregados resultou na maior capacidade de preservação do carbono no solo. O estudo demonstrou ainda que o resíduo cultural aumentou em até 46% do carbono orgânico particulado (fração mais lábil) e 12% do carbono associado aos minerais, reconhecido como a fração mais estável. Contextualizar os efeitos de resíduos agrícolas na formação das frações lábeis e estáveis do carbono é fundamental para decifrar os mecanismos que determinam a labilidade do carbono em solos tropicais. Ainda na temática de estocagem de carbono em solos, o estudo ***abordagem metodológica baseada em tomografia síncrotron***¹⁰⁴ **para visualização tridimensional do carbono particulado em agregados de solo** focou no entendimento da distribuição espacial da matéria orgânica particulada (MOP) em agregados de solo, visando decifrar os mecanismos que determinam a estocagem e estabilidade do carbono. Trata-se de uma abordagem metodológica baseada em tomografia síncrotron que tem proporcionado avanços em relação aos métodos convencionais, já que possibilita a investigação in situ dos mecanismos de proteção física da MOP. Porém, uma limitação atual para a análise da MOP consiste na sua separação das demais fases encontradas no solo, como a matriz sólida e os poros, devido à alta similaridade desses materiais nas imagens de microtomografia (Figura 302). Foram desenvolvidas abordagens computacionais para classificação das fases do solo e os resultados se mostram promissores, sobretudo quanto à diferenciação entre a MOP, matriz do solo e espaço poroso. Com a evolução deste estudo, espera-se que a segmentação da MOP se torne mais eficiente e precisa, buscando otimizar o esforço computacional para o processamento de imagens de tomografia visando decifrar o papel da estrutura do solo na estocagem e estabilização de carbono no solo.

¹⁰³ Submetido para publicação.

¹⁰⁴ Realizada na UVX-LNLS.

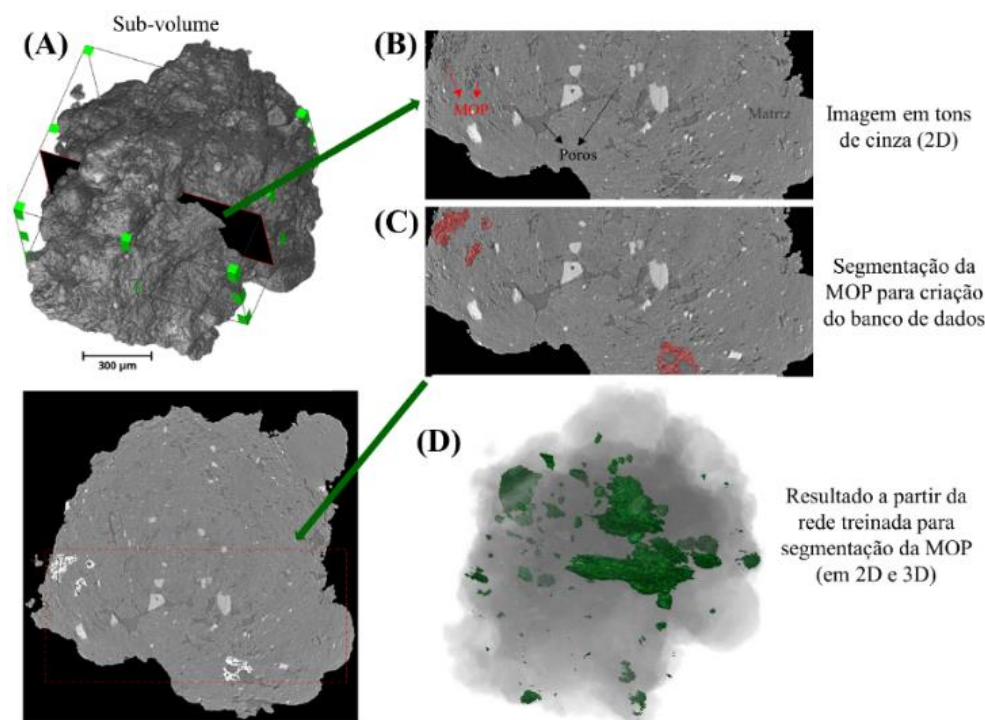


Figura 302. (A) Exemplo de um agregado de solo em 3D onde foi selecionado um sub-volume para segmentação da MOP; (B) fatia 2D do agregado em escala de cinza; (C) mesma fatia após a segmentação; (D) dados de entrada em 3D utilizados para o treinamento da rede via deep learning.

Projetos de Futuro

Plataforma de Biotecnologia Industrial

A infraestrutura de pesquisa e desenvolvimento (P&D) laboratorial existente no LNBR antes da Plataforma de Biotecnologia Industrial (PBI), era destinada ao desenvolvimento de etanol de segunda-geração, com limitações em abordagens de biologia sintética e com um foco estreito nos processos industriais relacionados ao etanol. A PBI vai permitir uma ampliação de escopo para além do etanol com o desenvolvimento de microrganismos tanto por evolução adaptativa como por desenho racional para várias aplicações industriais seja na indústria de transformação seja na indústria extrativa. Ela também permite uma abordagem multidisciplinar para o estudo de enzimas técnicas que podem ou não serem produzidas em quantidades relevantes por microrganismos desenvolvidos no LNBR. Para ambas as atividades a biologia sintética é central, bem como a caracterização precisa e monitoramento de sistemas biológicos em níveis atômicos e moleculares. As atividades de pesquisa e desenvolvimento devem ocorrer em vários tipos de microrganismos, como fungos filamentosos, leveduras e bactérias e no menor tempo possível, pois ciclos de desenvolvimento de biotecnologias envolvem de alguns anos até uma década. Portanto, há uma demanda clara de paralelização e de instrumentação de alto desempenho (*high-throughput*). A PBI também atende outro importante requisito para atingir relevância industrial, que é a capacidade de testar tais sistemas biológicos em biorreatores com monitoramento e controle dos processos sempre que possível em tempo real.

Em suma, a PBI prevê a implantação de infraestrutura de pesquisa voltada para a descoberta, desenho, engenharia de enzimas e microrganismos e o desenvolvimento de processos em níveis

de maturidade tecnológica (TRL) de 3 a 5. O foco central é na validação tecnológica, isto é, eliminar os gargalos tecnológicos e não na demonstração da cadeia completa de produção. A plataforma possui dois elementos centrais de implantação: uma infraestrutura de *high throughput*¹⁰⁵ para o desenvolvimento de enzimas e microrganismos de relevância industrial e uma infraestrutura de escalonamento.

O Desenho da Plataforma de Biotecnologia Industrial, que contém os requisitos principais utilizados para norteou a aquisição de equipamentos e o desenvolvimento de metodologias. Foram propostos dois itens para a meta de 2022 relacionados à implantação parcial da PBI: (i) processo de aquisição dos equipamentos laboratoriais e (ii) instalação e início do comissionamento técnico do sistema de sequenciamento e do espectrômetro de massas. A meta pactuada neste ano foi parcialmente atingida com os seguintes itens: a aquisição dos equipamentos relevantes para a PBI dado o financiamento disponível (Figura 303, Figura 304, Figura 305, Figura 306) a instalação e teste do sequenciador de segunda geração, e do espectrômetro de massas acoplados à um cromatógrafo líquido. O sequenciador de terceira geração iniciará a instalação e testes em janeiro de 2023 e o espectrômetro de massa acoplado à um cromatógrafo gasoso tem previsão de entrega no CNPEM para junho de 2023.



Figura 303. Sala de sequenciamento de alto desempenho antes da reforma, evidenciando o espaço limitado para operações e instalação de novos equipamentos.

¹⁰⁵ Infraestrutura de alto desempenho.



Figura 304. Sala de sequenciamento de alto desempenho ampliada após a reforma e com bancadas adicionais. A foto mostra o novo sequenciador de segunda-geração já instalado (primeiro equipamento na bancada esquerda da sala). O sequenciador de terceira geração será instalado ao lado das geladeiras (no lado direito da sala).



Figura 305. Sala de espectrometria de massas acoplada à cromatografia líquida **antes da reforma**, evidenciando o espaço limitado para operações e instalação de novos equipamentos.



Figura 306. Sala de espectrometria de massas à cromatografia líquida após a reforma, com melhorias no sistema de gases e de controle de temperatura e com o novo espectrômetro de massas já instalado (os dois equipamentos da direita no fundo da sala).

Apoio à geração de inovação

O CNPEM tem como uma de suas atribuições a realização de projetos de P&D que visam solucionar os problemas e desafios científicos e tecnológicos do desenvolvimento econômico sustentável, por meio do emprego da biotecnologia. Os projetos desenvolvidos pelo CNPEM em colaboração com empresas vão desde tecnologias em estágios iniciais e em escala piloto até ambientes operacionais semi-industriais. Além das parcerias com resultados importantes relatados a seguir, também foram depositados em 2022 três pedidos de patentes¹⁰⁶.

Projetos desenvolvidos em parceria com empresas

Avaliação de Ciclo de Vida do coprocessamento de cargas renováveis em refinarias de petróleo.

Com o objetivo de realizar a Avaliação de Ciclo de Vida (ACV) de rotas de coprocessamento de intermediários energéticos derivados da biomassa, como o bio-óleo de pirólise e os óleos vegetais e gorduras, em unidades de refino de petróleo juntamente com cargas fósseis, a Petrobras estabeleceu uma colaboração com o CNPEM em novembro de 2021. A ideia central das rotas de coprocessamento é que uma parte do carbono de origem biogênica da biomassa possa ser incorporada em alguns dos produtos da refinaria, acelerando a transição para uma economia de baixo carbono. No ano de 2022, foram definidas as bases metodológicas para a contabilidade da redução das emissões de gases do efeito estufa, dos combustíveis produzidos a partir do coprocessamento de cargas renováveis, em comparação com os combustíveis fósseis tradicionais. Essas avaliações, que seguem as premissas da Política Nacional de Biocombustíveis (RenovaBio), permitirão à empresa pleitear a inclusão de rotas no RenovaBio, contribuindo para a descarbonização do setor de transportes no Brasil.

Estratégias enzimáticas para combustíveis avançados.

O projeto realizado em parceria entre o CNPEM e a Sinochem Petróleo Brasil Ltda, cofinanciado pela EMBRAPPII, encerrado em março de 2022, foi uma iniciativa de destaque do Centro. Este projeto contribuiu com essa agenda por meio do desenvolvimento de estratégias enzimáticas para a produção de biocombustíveis avançados, com atividades que se dividiram em duas frentes principais.

A primeira envolveu o desenvolvimento de uma plataforma microbiana otimizada para a sacarificação do bagaço de cana-de-açúcar. Esta frente envolveu a realização de análises técnico-econômica após ensaios de escalabilidade em planta piloto. Foi possível proteger os resultados com potencial de inovação por meio de um pedido de patente¹⁰⁷. A segunda frente do projeto buscou desenvolver uma rota bioquímica para produção de hidrocarbonetos renováveis, que funcionam como combustíveis drop-in, sendo também precursores para a produção de químicos verdes. As atividades previstas foram concluídas com êxito, também foi

¹⁰⁶ Patente: INPI – BR 102022004882-7; INPI – BR 102022013095-7; INPI – BR 102022020916-2.

¹⁰⁷ Patente: INPI – BR 102022013095-7. Microrganismo transgênico, cassete de expressão, coquetel enzimático obtido pelo referido microrganismo transgênico, processo de hidrólise enzimática de material lignocelulósico e uso do referido microrganismo transgênico ou do referido coquetel enzimático.

possível proteger os resultados com potencial de inovação por meio de um pedido de patente¹⁰⁸ que contemplou as novas enzimas desenvolvidas, que promovem a descarboxilação de ácidos graxos à alcenos terminais.

Biorrefinaria agroindustrial: rotas tecnológicas para valorização de subprodutos via geração de açúcares avançados e produção de biocombustíveis e bioquímicos.

Uma biorrefinaria é uma planta industrial capaz de produzir uma variedade de produtos a partir da biomassa, como biocombustíveis, bioquímicos-plataforma, substituintes de petroquímicos e bioenergia. Com essa visão, o presente projeto visa resolver entraves para a produção de biocombustíveis (etanol, diesel verde e bioquerosene de aviação) e de bioquímicos (ácidos orgânicos e olefinas) a partir de subprodutos agroindustriais (materiais lignocelulósicos e materiais residuais lipídicos ácidos). Os desafios tecnológicos a serem abordados são: o desenvolvimento de rotas tecnológicas renováveis que permita a obtenção de ácidos orgânicos de alto valor agregado e hidrocarbonetos renováveis a partir de matérias-primas de baixo custo e de modo integrado à produção de biocombustíveis; e a conversão direta de subprodutos agroindustriais com alto teor de ácidos graxos livres em olefinas com aplicações promissoras. Destaca-se que esse projeto é decorrente de um projeto anterior bem-sucedido, executado em parceria entre o Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM) e a Sinochem Petróleo Brasil Ltda., cofinanciado pela Empresa Brasileira de Pesquisa e Inovação Industrial (EMBRAPPII).

Desenvolvimento de biorreagente seletivo para flotação reversa de minério de ferro.

Reagentes químicos sintéticos são utilizados no beneficiamento do minério de ferro para modificar a superfície mineral e facilitar a separação de contaminantes por flotação. Com a preocupação em aumentar a sustentabilidade deste processo, a empresa Vale e o Instituto Tecnológico da Vale (ITV) firmaram uma colaboração em P&D com o CNPEM, cofinanciada pela EMBRAPPII, que busca desenvolver um biorreagente coletor que apresente alta seletividade para o quartzo e baixo impacto no meio ambiente. A partir de resultados obtidos em ensaios de microflotação de quartzo, foram identificados alguns compostos com desempenho equivalente aos reagentes químicos comerciais e que poderiam ser produzidos de forma biológica. Durante o ano de 2022, foi realizada a prospecção de enzimas necessárias para a síntese destes compostos e o desenvolvimento de rotas biológicas in vitro e in vivo para a produção de dois compostos selecionados.

Rota biotecnológica para aproveitamento de subprodutos agroflorestais.

A agenda global para a sustentabilidade inclui ações em todos os setores econômicos com o objetivo de adotar alternativas renováveis para substituir ou complementar as matérias-primas fósseis já em uso, reduzindo assim as emissões atmosféricas e mitigando impactos socioambientais adversos. Este projeto atua nesta agenda, com o objetivo de enfrentar os desafios na produção microbiana de hidrocarbonetos que poderiam ser empregados como biocombustíveis *drop-in*, utilizando materiais lignocelulósicos agroflorestais para geração de substrato. Os desafios tecnológicos a serem enfrentados são: aumento da eficiência e redução

¹⁰⁸ Patente: INPI – BR 102022004882-7. Processo de produção de alcenos e microrganismo recombinante.

de custos na produção de coquetéis enzimáticos para sacarificação de biomassa lignocelulósica; produção microbiana de hidrocarbonetos renováveis isentos de oxigênio com propriedades equivalentes às de combustíveis fósseis ou petroquímicos. Para alcançar soluções sustentáveis para os desafios propostos, o projeto se concentrará em estratégias biológicas, incluindo a descoberta de novas enzimas e o desenvolvimento de plataformas microbianas e sistemas enzimáticos para a hidrólise de matérias-primas lignocelulósicas e a biotransformação desses açúcares avançados em hidrocarbonetos renováveis. O projeto é desenvolvido em parceria com o departamento de P,D&I da Equinor no Brasil e com o apoio da ANP.

BIOVALUE - Valorização da cadeia produtiva descentralizada de biomassa visando a produção de biocombustíveis avançados: desenvolvimento e avaliação de rotas termoquímicas integradas à produção de biomassas e a rotas bioquímicas.

O projeto iniciado em 2019, envolve um consórcio de 20¹⁰⁹ Instituições, incluindo universidades e centros de ciência e tecnologia, fundações de amparo e de apoio à pesquisa e empresas¹¹⁰. O objetivo é explorar as sinergias entre a produção de biomassas, diversificação e aspectos logísticos das cadeias de valor definidas para a produção de biocombustíveis avançados (com foco em biocombustíveis de aviação), através de rotas de conversão termoquímicas e bioquímicas integradas. As atividades do LNBR envolvem avaliação integrada da sustentabilidade técnica, econômica, ambiental e social, além da logística das cadeias de valor, considerando a produção e a comercialização dos biocombustíveis avançados. As principais atividades neste ano foram: (i) finalização do experimento de campo para avaliar o potencial produtivo de genótipos de cana energia; (ii) avaliação dos impactos da reciclagem de biochar de palha de cana-de-açúcar nas emissões de N₂O de solos agrícolas e na produção de biomassa; (iii) avaliações dos sistemas logísticos baseadas no custo-benefício e curvas de impacto ambiental, considerando os modais de comercialização; (iv) desenvolvimento e aplicação de métodos analíticos de caracterização das biomassas e de método para identificar fração de carbono renovável em combustíveis fósseis e biocombustíveis avançados; (v) simulação do processo de gaseificação em escala laboratorial (IPT) e piloto (UNIFEI) e conversão catalítica do gás de síntese via síntese de Fischer-Tropsch; (vi) testes em laboratório (IPT) e na planta piloto de pirólise rápida recém-reformada (UFU); (vii) estudos de modelagem e simulação do coprocessamento de bio-óleo em refinarias; (viii) estudos laboratoriais de pré-tratamento de biomassa residual de cana-de-açúcar para desmineralização da biomassa; (ix) modelagem, simulação e avaliações técnica, econômica e ambiental dos processos de pirólise, gaseificação de biomassa e de bio-óleo, limpeza e adequação de gás de síntese e síntese Fischer-Tropsch (LNBR/CNPEM); (x) simulações dos processos bioquímicos (UFPE e CNPEM) que incluem alternativas de pré-tratamento de biomassa, processos bioquímicos de conversão a etanol e outros produtos e conversão catalítica de etanol a bioquerosene de aviação (alcohol to jet fuel, ATJ); (xi) avaliação

¹⁰⁹ Empresas envolvidas: Petrobras, Embraer, Suzano (após fusão com a Fibria) e Klabin. Instituições de ciência e tecnologia envolvidas: IPT, FEI, UNICAMP, UFRJ, INT, UFU, UFV, UNIFEI, UFPE e UFSM, além do LNBR.

¹¹⁰ Inserido no Programa de Apoio à Pesquisa em Parceria para Inovação Tecnológica (PITE) da FAPESP, em convênio com programa Horizon 2020, da União Europeia, com o apoio da FAPEMIG, FACEPE e FAPERGS, além da FUNARBE no gerenciamento dos recursos das Empresas participantes do financiamento do projeto.

da conversão do CO_2 da fermentação e H_2 produzido por eletrólise para produção de biocombustíveis avançados.

Treinamento, Educação e Extensão

A atuação do LNBR em treinamento, educação e extensão envolve a participação em eventos com palestras orais e pôsteres onde se realizam divulgação científica e importantes interações com o meio científico e industrial. Outras atividades envolvem eventos promovidos pelo Laboratório, direcionados para a capacitação de pessoas e divulgação científica. Por fim, há a atuação na orientação de bolsistas e estagiários internos, assim como a participação em bancas em universidades. A seguir os principais destaques deste ano em treinamento, educação e extensão.

Seminários e Palestras

Neste ano, colaboradores, pesquisadores e pesquisadores voluntários (majoritariamente bolsistas) realizaram 24 apresentações orais em reuniões e eventos nacionais e internacionais.

1. Monitoramento das emissões de gases do efeito estufa no setor sucroenergético, Palestra ministrada aos discentes do Curso de Ciências Biológicas da Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias (FCAV/UNESP), como parte da disciplina "Controle e Monitoramento da Qualidade Ambiental", da Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias, Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" (FCAV/UNESP), Jaboticabal/SP, Brasil, fevereiro de 2022 (*online*).
2. Decifrando o papel de moléculas sinalizadoras microbianas no antagonismo a fitopatógenos, IV Encontro Paulista de Ciência do Solo – IV EPCiS, Esalq/USP, Piracicaba, Brasil, abril de 2022.
3. Mecanismos moleculares pelos quais moléculas sinalizadoras inibem fitopatógenos e promovem crescimento em plantas, Disciplina de Seminários Gerais do curso de Biotecnologia, da USP, São Paulo, Brasil, abril 2022 (*online*).
4. *Biorefining sugarcane lignocellulose: status and opportunities*, NREL Seminars, do National Renewable Energy Laboratory, Golden, Estados Unidos, maio de 2022.
5. *Eucalyptus forest residues potential to mitigate GHG emissions in Brazil: a case study for São Paulo and its interface with low-carbon policies*, European Biomass Conference and Exhibition, eta florence, maio de 2022 (*online*).
6. *Biotechnology to address scientific and technological challenges of sustainable economic development*, Visita da delegação do MCTI à Suécia, maio de 2022.
7. *Biotechnology to address scientific and technological challenges of sustainable economic development*, Seminário no Instituto de Biologia da UnB, Brasília-DF, junho de 2022.
8. *O Laboratório Nacional de Biorrenováveis*, Escola Sirius para professores de ensino médio, Campinas-SP, julho de 2022.
9. *Unravelling unprecedented genomes and enzymatic systems for plant glycans breakdown from capybara gut microbiome*, ISME 18, Lausanne, Suíça, agosto de 2022.
10. *Biological conversion of lignin aromatics for chemicals production: challenges and opportunities*, XXIII Simpósio Nacional de Bioprocessos - SINAFERM/ XIV Seminário de Hidrólise Enzimática de Biomassas - SHEB/ XIV Seminário Brasileiro de Tecnologia Enzimática - ENZITEC, Búzios, Brasil, agosto de 2022.
11. *Discovery of a CYP152 peroxygenase that efficiently decarboxylates medium-long chain fatty acids substrates to produce alkenes*, XXIII Simpósio Nacional de Bioprocessos - SINAFERM/

- XIV Seminário de Hidrólise Enzimática de Biomassas - SHEB/ XIV Seminário Brasileiro de Tecnologia Enzimática - ENZITEC, Búzios, Brasil, agosto de 2022.
12. *Microbiomics-based discovery of a novel glycosyl hydrolase family of β -galactosidases* XXIII Simpósio Nacional de Bioprocessos - SINAFERM/ XIV Seminário de Hidrólise Enzimática de Biomassas - SHEB/ XIV Seminário Brasileiro de Tecnologia Enzimática - ENZITEC, Búzios, Brasil, agosto de 2022.
 13. O que o mundo espera da biotecnologia? Uma visão do futuro, XXIII Simpósio Nacional de Bioprocessos - SINAFERM/ XIV Seminário de Hidrólise Enzimática de Biomassas - SHEB/ XIV Seminário Brasileiro de Tecnologia Enzimática - ENZITEC, Búzios, Brasil, agosto de 2022.
 14. *Transcriptional investigation to identify catabolic pathways for lignin-derived aromatic compounds in *Xanthomonas axonopodis* pv. *citri**, XXIII Simpósio Nacional de Bioprocessos - SINAFERM/ XIV Seminário de Hidrólise Enzimática de Biomassas - SHEB/ XIV Seminário Brasileiro de Tecnologia Enzimática - ENZITEC, Búzios, Brasil, agosto de 2022.
 15. *Unveiling the role of a novel operon in the uptake and bioconversion of lignin-related compounds in *Xanthomonas axonopodis* pv. *citri**, XXIII Simpósio Nacional de Bioprocessos - SINAFERM/ XIV Seminário de Hidrólise Enzimática de Biomassas - SHEB/ XIV Seminário Brasileiro de Tecnologia Enzimática - ENZITEC, Búzios, Brasil, agosto de 2022.
 16. *Discovery of novel bacterial CAZy families from Capybara gut microbiome analysis*, *SynBio Talks*, Brasil, setembro de 2022 (*online*).
 17. Biomédico: Uma jornada pela Biotecnologia Industrial, III Jornada de Biomedicina da UNIFESP, da Universidade Federal de São Paulo - UNIFESP, São Paulo, Brasil, outubro de 2022 (*online*).
 18. Etanol de segunda geração - E2G: uma realidade, escola Sirius para professores do ensino médio (ESPEM), realizado no CNPEM, Campinas, Brasil, outubro de 2022 (*online*).
 19. *Hydrocarbon-producing P450 enzymes: mechanisms and selectivity*, *Key Technologies in the Bioeconomy*, Technical University of Munich, Straubing, Alemanha, outubro de 2022.
 20. *A Biotecnologia Industrial e o Desenvolvimento Sustentável*, Semana de Biotecnologia EACH-USP, São Paulo-SP, outubro de 2022.
 21. *Bioeconomy as a Sustainability Thrust*, II International Workshop on Biomass Innovation, ISI Biomassa, Três-Lagoas-MS, outubro de 2022.
 22. *Opportunities for Collaboration in Industrial Biotechnology*, Workshop Netherlands-Brazil innovation in bio-based chemistry, novembro 2022 (*online*)
 23. *Life Cycle Greenhouse Gas Balance of Sugarcane Straw Removal for Bioenergy Production in Brazil*, 2022 ASA-CSSA-SSSA International Annual Meeting, "Communication and Public Engagement for Healthy People and a Healthy Planet", American Society of Agronomy (ASA), Crop Science Society of America (CSSA) and Soil Science Society of America (SSSA), Baltimore/MD, Estados Unidos (EUA), novembro de 2022.
 24. *Synthetic biology to address the major challenges in the valorization of lignocellulosic biomass in Brazil*, Symposium: Synthetic biology: scalability, implementation, and governance, The Pufendorf Institute for Advanced Studies, Lund University, Lund, Suécia, novembro de 2022.

Ações de Capacitação

Curso de Caracterização Química de Bagaço e Palha de Cana-de-Açúcar

Neste ano o LNBR/CNPEM promoveu uma edição do Curso de Caracterização Química de Bagaço e Palha de Cana-de-açúcar¹¹¹, no mês de outubro. O objetivo é apresentar a metodologia para caracterização físico-química de bagaço e palha de cana-de-açúcar visando disseminar a técnica entre alunos, professores e profissionais da área. A técnica torna possível a comparação entre distintos processos de conversão de biomassas a outros produtos, por meio da determinação de seus constituintes no início, meio e fim do processo.

Nos três dias de duração de cada edição são apresentados conceitos envolvendo a metodologia analítica, bem como os cálculos utilizados para balanço de massa no processo. Com intuito de promover o bom aproveitamento, o curso é normalmente limitado a um grupo de sete pessoas. O curso tem duração de 20 horas, divididas entre partes práticas e teóricas. Nesta edição o curso capacitou oito participantes.

Curso para Operação de Biorreatores de Bancada

Neste ano o LNBR/CNPEM promoveu uma edição do Curso para Operação de Biorreatores de Bancada¹¹², no mês de setembro. O curso apresenta conceitos teóricos envolvendo o tipo e a classificação dos biorreatores, com ênfase em biorreatores agitados mecanicamente (*Stirred Tank Reactor* – STR). Em sua dimensão prática, aborda calibração, configuração, montagem, monitoramento e operação de biorreatores. É um curso único no Brasil, com capacitação assistida por uma equipe altamente especializada abrangendo conteúdo prático e teórico.

O curso teve duração de cinco dias e com intuito de promover o bom aproveitamento do curso, as turmas são reduzidas e o treinamento é ministrado para grupos de até 10 pessoas, com carga horária de 40 horas. Participaram ao todo 10 pessoas (Figura 307).



Figura 307. Equipe e participantes das edições do Operação de Biorreatores de Bancada de 12 a 16 de setembro de 2022.

Orientação e Supervisão

O LNBR/CNPEM apresenta contínuo esforço na formação de pesquisadores e jovens cientistas. O apoio à formação de alunos de pós-graduação ocorre por meio do credenciamento de pesquisadores do LNBR/CNPEM como orientadores em Programas de Pós-graduação regulares de instituições de ensino e pesquisa. Os colaboradores também participaram de 30 bancas de

¹¹¹ <http://pages.cnpem.br/cursodecaracterizacao>

¹¹² <https://pages.cnpem.br/biorreatores>

avaliação de trabalhos acadêmicos, incluindo qualificações e defesas de mestrado e doutorado. A seguir, alguns destaques dessas ações, incluindo premiações recebidas:

1. Conclusão de estágio de Gabriel Luciano Borges de Carvalho no âmbito do Programa Unificado de Estágios (PUE/CNPEM), "Modelagem de alternativas de biorrefinaria no contexto da integração de alimentos e bioenergia: estudo de pré-tratamentos".
2. Conclusão de estágio de Gustavo Henrique Martins no âmbito do Programa Unificado de Estágios (PUE/CNPEM), "Estudo dos mecanismos para o reconhecimento do substrato em uma enzima GH2 através de simulações de dinâmica molecular".
3. Conclusão de estágio de Henrique Baeninger Pescarini no âmbito do Programa Unificado de Estágios (PUE/CNPEM), "Mapeamento de variáveis e georreferenciamento do Canasoft".
4. Conclusão de estágio de Lucas Bezerra Silva no âmbito do Programa Unificado de Estágios (PUE/CNPEM), "Construção de plataformas microbianas produtoras de ácido mucônico: Avaliação da produção e toxicidade ao ácido mucônico em *E. coli*".
5. Conclusão de estágio de Luísa Clemente Magalhães Gomes no âmbito do Programa Unificado de Estágios (PUE/CNPEM), "Avaliação de Ciclo de Vida de químicos biorrenováveis - desafios metodológicos para comparação com produtos convencionais e integração com ferramentas de simulação em Python".
6. Conclusão de estágio de Luiz de Martino Costa no âmbito do Programa Unificado de Estágios (PUE/CNPEM), "*Techno-economic analysis of a novel bio-based production route of sorbitol from sugarcane*".
7. Conclusão de estágio de Milena Barbosa Pimentel no âmbito do Programa Unificado de Estágios (PUE/CNPEM), "Expressão, purificação e caracterização de desidrogenases de *Pseudomonas* sp. HR199 aplicáveis na produção de vanilina a partir de matérias-primas renováveis".
8. Conclusão de estágio de Gustavo Henrique Barreto Gimenez no âmbito do Programa Unificado de Estágios (PUE/CNPEM), "Compreensão da degradação enzimática de glucanos revelada por simulações de dinâmica molecular".
9. Conclusão de estágio de pesquisa no exterior (BEPE/FAPESP) "Cascata enzimática para síntese de vitamina B6 através de uma rota baseada em xilose" do doutorando Renan Yuji Miyamoto, na Technical University of Munich (Alemanha).
10. Conclusão de período como pesquisadora visitante da pesquisadora Mariana Abrahão Bueno de Moraes no Instituto de Química Teórica e Computacional da Universidade de Barcelona a convite da Prof. Carme Rovira.
11. Conclusão do TCC de Daniel de Castro Souza, do Curso de Engenharia Física da Universidade de São Paulo, "Estudo *in silico* guiado por modelos metabólicos em escala genômica para otimização de uma plataforma microbiana para produção de ácido mucônico".
12. Defesa de dissertação de mestrado "Avaliação dos efeitos da remoção da palha de cana-de-açúcar para fins energéticos na disponibilidade hídrica de uma bacia hidrográfica" no Departamento de Energia, curso de pós-graduação em Planejamento de Sistemas Energéticos da Faculdade de Engenharia Mecânica, UNICAMP, da aluna Daniele de Souza Henzler.
13. Defesa de dissertação de mestrado "Quantidade, qualidade e proteção física do carbono do solo associado à remoção da palha de cana-de-açúcar no sudeste do Brasil" no Programa de Pós-Graduação em Agronomia (Ciência do Solo), Universidade Estadual Paulista Júlio de

- Mesquita Filho, Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias de Jaboticabal (FCAV/UNESP), do aluno Marcelo Laranjeira Pimentel.
14. Defesa de tese de doutorado " Estudos das bases moleculares dos sistemas de degradação e utilização de carboidratos do fitopatógeno *Xanthomonas citri* pv. *citri*" no Instituto de Biologia, UNICAMP, da aluna Isabela Mendes Bonfim.
 15. Defesa de tese de doutorado "Avaliação tecno-econômica e ambiental da intensificação de pastagens e etanol de cana-de-açúcar" no Programa de Bioenergia, UNICAMP, da aluna Nariê Rinke Dias de Souza.
 16. Defesa de tese de doutorado "*Enzymatic modes of action on soybean hulls and corn distiller's dried grains with solubles considering substrates' structures and variabilities*" no Programa de Doutorado em Bioenergia, Esalq/USP, do aluno Diogo Filipe Rosso.
 17. Prêmio 2º Prêmio 3M Mulheres na Ciência. Pesquisadora Thamy Correa foi uma das 25 laureadas por sua pesquisa com enzimas para degradação de plásticos PET
 18. Prêmio de melhor trabalho na 'EUBCE 2022'. European Biomass Conference and Exhibition realizada online. Guilherme Pessoa Nogueira.
 19. Prêmio de segundo melhor trabalho na 'GBMeeting 2022 conference'. Encontro da Pós-graduação em Genética e Biologia Molecular realizada em Campinas, Brasil. Carla Freitas.
 20. Prêmio melhor trabalho oral na parte de microbiologia no 'IV Encontro Paulista de Ciência do Solo – IV EPCiS'. Realizada em Piracicaba, Brasil. Aline Mulato.
 21. Prêmio NESP Destaque em Ciência do Solo, de melhor apresentação oral (Orientador), "Remoção da palha de cana-de-açúcar: implicações na preservação e distribuição do carbono nos agregados do solo", IV Encontro Paulista de Ciência do Solo (EPICS), Núcleo Estadual São Paulo (NESP-SBCS), Piracicaba/SP. Marcelo Laranjeira Pimentel.
 22. Prêmio NESP Destaque em Ciência do Solo, de melhor apresentação pôster (Orientador), "Machine learning e deep learning para segmentação da matéria orgânica particulada em imagens de microtomografia de raios-X de agregados de solo", IV Encontro Paulista de Ciência do Solo (EPICS), Núcleo Estadual São Paulo (NESP-SBCS), Piracicaba/SP. Aline Barbosa de Oliveira.
 23. Prêmio NESP Destaque em Ciência do Solo, de melhor apresentação oral, "Aplicação de biochar como estratégia de mitigação das emissões de N₂O em solos agrícolas" IV Encontro Paulista de Ciência do Solo (EPICS), Núcleo Estadual São Paulo (NESP-SBCS), Piracicaba/SP. Fernanda Gabetto.
 24. Prêmio melhor tese de doutorado 2021, Programa de pós-graduação Unicamp Biologia Funcional e Molecular, Marcele Pandelo Martins
 25. 1º lugar no Prêmio "João Pedro Mariz" do destaque do ano no artigo científico do Instituto de Biologia da Unicamp, na área Biotecnologia, Categoria Pós-graduação, Isabela Mendes Bonfim

4. Laboratório Nacional de Nanotecnologia

Programa de Usuários Externos

Espalhamento de Raios X e Espectroscopia

O espectrômetro de fotoelétrons excitados por raios X (XPS) Thermo K-alpha recebeu propostas de usuários externos, de diferentes regiões do país, durante o ano de 2022. Por ser uma técnica que não demanda acompanhamento presencial do usuário durante a análise, desde o início da pandemia COVID-19, as amostras são recebidas pela equipe do CNPEM e os resultados são enviados aos usuários externos por e-mail, o que aumentou a acessibilidade da técnica para usuários de todo Brasil. Adicionalmente, foram realizadas prestações de serviços tecnológicos para empresas do setor produtivo através das técnicas XPS envolvendo desde materiais fossilizados, metalúrgicos e de embalagens. A técnica de XPS possui uma grande importância para estudos de superfície de materiais e existe uma alta demanda de resultados de XPS para publicações científicas. Dessa forma, foi adquirido um novo equipamento de XPS da SPECS modelo ARPES SPECS System, no qual se destaca a capacidade para realização de espectroscopia de fotoelétrons resolvida com o ângulo (*Angle-resolved photoemission spectroscopy - ARPES*) e espectroscopia de fotoelétrons excitados por ultravioleta (*Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy - UPS*). Este novo equipamento já se encontra no CNPEM e será instalado e comissionado no primeiro semestre de 2023 para abertura para realização de experimentos para o segundo semestre de 2023, com destaque para estes novos métodos experimentais de UPS e ARPES, além da capacidade de realizar XPS em alta resolução.

Microscopia de Força Atômica

Atualmente as instalações abertas de microscopia varredura por sonda (SPM) operam com quatro microscópios, em diferentes plataformas experimentais, equipados com grande variedade de técnicas relacionadas às áreas de física, química e biologia. Buscando incrementar a diversificação dos recursos instrumentais oferecidos, são realizadas contínuas atualizações e desenvolvimento interno das instrumentações, além dos estudos que expandem as aplicações das técnicas de microscopia de varredura por sonda.

Destaca-se o comissionamento e a disponibilização para os usuários de dois lasers utilizados no AFM, acoplados à nanoespectroscopia e imageamento de infravermelho, utilizando a técnica de termo-expansão (AFM-IR). A faixa espectral foi assim expandida em mais de cinco vezes, abrangendo novos projetos da comunidade científica.

Desta maneira, com a total retomada das atividades presenciais dos grupos de pesquisas das universidades e centros de pesquisas, houve um considerável aumento da ocupação das agendas destas instalações pelos usuários externos. Por contar com uma infraestrutura única em microscopia de varredura por sonda, além da execução dos projetos de pesquisas, este laboratório atua no treinamento básico e avançado de usuários, colaborando na divulgação e disseminação das técnicas de microscopia de varredura por sonda no cenário nacional.

Microscopia Eletrônica de Transmissão

Em 2022, os usuários externos que utilizaram as instalações de microscopia eletrônica de transmissão do LNNano, dedicadas à ciência dos materiais, publicaram artigos científicos em revistas internacionais. Dentre essas publicações, duas são destaque pela qualidade da pesquisa realizada.

O primeiro artigo¹¹³, na área de catálise, Fabiano Bernardi (Professor da Universidade Federal do Rio Grande do Sul - UFRGS) e colaboradores mostram a existência de uma transformação 3D para 2D de nanopartículas de Cu suportadas em CeO₂ quando expostas a uma atmosfera de CO a 400 °C (Figura 308). A transformação altera a forma das nanopartículas de Cu e melhora a interação metal/óxido metálico. O aprimoramento da interação metal/óxido metálico é benéfico para uma ampla gama de aplicações em nanoescala. Além disso, em aplicações catalíticas, a forma das nanopartículas metálicas desempenha um papel fundamental no desempenho catalítico.

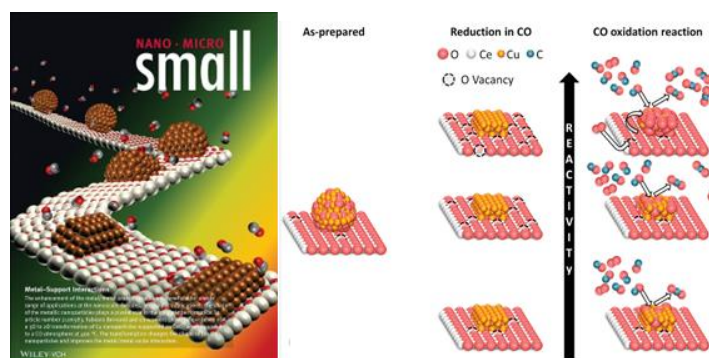


Figura 308 - Transformação 3D para 2D de nanopartículas de Cu suportadas em CeO₂ quando expostas a uma atmosfera de CO a 400 °C

No segundo artigo¹¹⁴, da área ambiental, Camila Rezende (Professora da Universidade Estadual de Campinas - Unicamp) e colaboradores mostram que nanocompósitos verdes combinando nanofibrilas de celulose (CNFs), nanocristais de celulose (CNCs) e nanopartículas de lignina (LNPs) foram projetados e aplicados pela primeira vez como revestimentos protetores ternários em materiais celulósicos, ou seja, substratos compostos principalmente de celulose. O uso de dispersões de nanopartículas à base de água como revestimentos protetores é uma alternativa fácil e mais ecológica aos vernizes sintéticos geralmente baseados em solventes orgânicos tóxicos. Este novo revestimento apresentou alta compatibilidade com madeira, papel e tecido; e preservou a rugosidade e a morfologia superficial dos substratos após a aplicação, sendo capazes de proteger os substratos celulósicos revestidos contra a degradação. Por fim, a aplicação do revestimento mostrou-se reversível, pois as camadas de nanocompósitos podem ser facilmente removidas por hidrogéis de limpeza carregados com água. Portanto, o revestimento protetor funcional introduzido representa uma abordagem ecológica e não tóxica

¹¹³ Matte, L.P., Thill, A.S., Lobato, F.O., Novôa, M.T., Muniz, A.R., Poletto, F. and Bernardi, F. (2022), Reduction-Driven 3D to 2D Transformation of Cu Nanoparticles (Small 7/2022). Small, 18: 2270032. <https://doi.org/10.1002/sml.202270032>

¹¹⁴ ACS Appl. Nano Mater. 2022, 5, 9, 13245–13259. Publication Date: August 29, 2022. <https://doi.org/10.1021/acsnm.2c02968>

para a conservação de artefatos celulósicos em geral, incluindo objetos de patrimônio cultural baseados em papel, madeira e tecido.

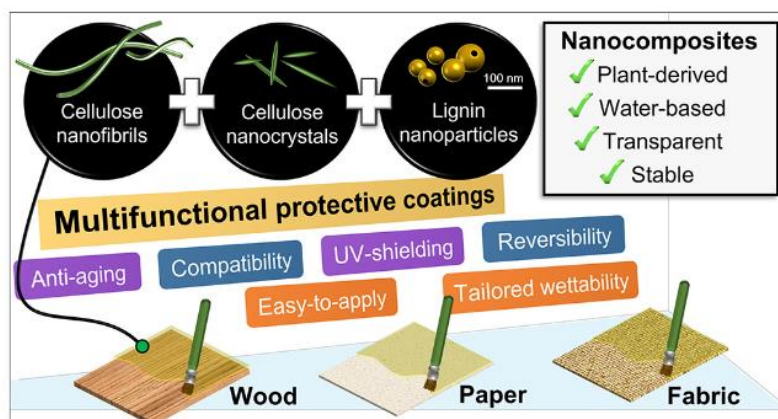


Figura 309 - Nanocompósitos verdes combinando nanofibrilas de celulose (CNFs), nanocristais de celulose (CNCs) e nanopartículas de lignina (LNPs) foram projetados e aplicados pela primeira vez como revestimentos protetores ternários em materiais celulósicos

Microscopia Eletrônica de Varredura e Duplo Feixe

Desenvolvimento de metodologia para extração de lamela fina superficial por FIB

No ano de 2021, além do atendimento de propostas de usuários externos, destacou-se a execução de uma proposta de pesquisa interna que exigiu o desenvolvimento de uma metodologia diferenciada para a extração, manipulação e preparação de uma lamela fina pela técnica de FIB (*Focused Ion Beam*). O pesquisador precisava extrair uma região com cerca de 20 x 15 μm da superfície de um filme fino com rosetas de PZT (Titanato Zirconato de Chumbo), sem que este fosse afetado por ação do feixe de gálio do equipamento. A lamela extraída também precisava ser soldada e devidamente preparada com cerca de 400 nanômetros de espessura na superfície de uma membrana de nitreto de silício, permitindo que medidas em modo de transmissão pudessem ser realizadas em experimentos de nanodifração e nanofluorescência nas instalações do laboratório síncrotron MAX IV na Suécia. A Figura 310 apresenta a região de interesse devidamente isolada por meio de cortes realizados com o feixe de gálio do FIB em (A) e a lamela já fixada no nano manipulador do equipamento no processo de transferência para a membrana de nitreto de silício (B).

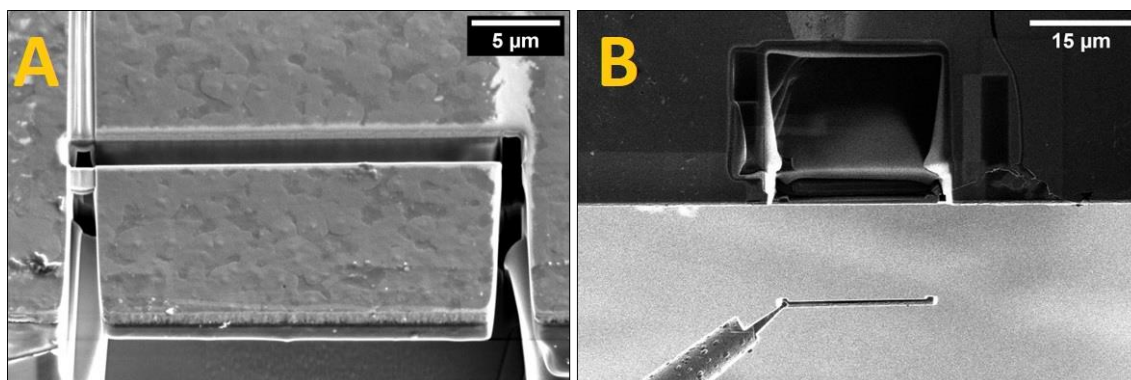


Figura 310. Superfície da região de interesse do filme de PZT já isolada e preparada para extração (A) e lamela superficial removida e em processo de transferência para a membrana de nitreto de silício (B).

A metodologia desenvolvida poderá ser utilizada em trabalhos futuros de novas propostas de pesquisa de usuários externos que exijam a remoção e preparo de lamelas planares por FIB, na qual a área de interesse se encontra na superfície da amostra.

Laboratório de Crescimento In Situ (LCIS)

O LCIS é um laboratório de apoio do Sirius aberto aos usuários em 2021. Este laboratório oferece ferramentas de última geração para o crescimento/deposição de filmes finos e heteroestruturas para estudos posteriores com as técnicas de radiação síncrotron. As técnicas de crescimento disponíveis são baseadas na deposição de vapor físico em dois modos: Deposição a laser pulsada (PLD) e Epitaxia de Feixe Molecular (MBE). Filmes finos de diferentes materiais podem ser produzidos a partir de metais de transição, seus óxidos e pequenas moléculas orgânicas. As câmaras de crescimento são acopladas através de um túnel de ultra-alto vácuo (UHV) e permitem que as amostras sejam transferidas entre as câmaras sem exposição ao ar. Em breve teremos a possibilidade de transportar as amostras em condições de ultra-alto vácuo do LCIS para algumas linhas de luz SIRIUS, a fim de estudar a superfície de filmes finos sem exposição ao ar.

Em 2022, a gestão do LCIS, que anteriormente estava sob responsabilidade do LNLS, foi transferida para o LNNano. Esta transição ocorreu devido à sinergia entre os diferentes Laboratórios Nacionais, que agora permitirá aos usuários a utilização da *facility* de crescimento do LCIS com auxílio do LNNano para produção de amostras desafiadoras para caracterização avançada tanto com técnicas de luz síncrotron como com microscopia de transmissão de elétrons (e futuramente microscopia de tunelamento).

Maleta de vácuo

O LCIS oferece a comunidade científica ferramentas de última geração para o crescimento/deposição de filmes finos e heteroestruturas. Alguns destes filmes possuem suas propriedades de interesse na superfície dos materiais e isto acarreta duas condições: (i) precisamos de técnicas sensíveis a superfície para investigar estas propriedades e (ii) precisamos nos preocupar com eventuais contaminações na superfície dos materiais. Algumas linhas de luz do SIRIUS possuem estas técnicas sensíveis a superfície e então foi desenvolvido pelo LCIS uma câmara para movimentação das amostras crescidas pelo LCIS a serem medidas nas linhas de luz do SIRIUS. Denominamos esta câmara maleta de vácuo.

Após o desenvolvimento do projeto da maleta de vácuo a mesma foi montada e já foram realizados testes de desempenho de vácuo. A maleta após processo de baking e condicionamento de vácuo manteve níveis de ultra-alto vácuo em intervalo desejado (chegou ao mínimo de $3e-10$ mbar). Na Figura 311 apresentamos a montagem da maleta na bancada de testes e dados de pressão e temperatura na maleta em função do tempo de baking.

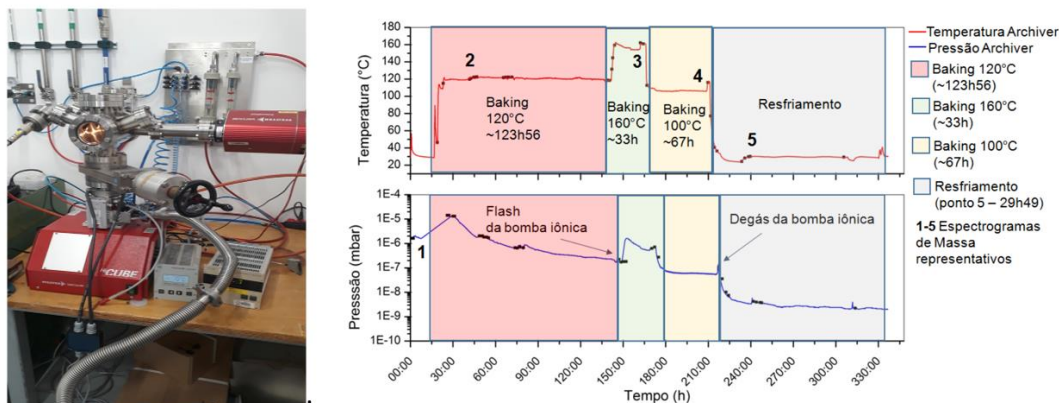


Figura 311. Maleta montada na bancada de testes e dados de temperatura e pressão durante o baking da maleta

Crescimento de óxidos complexos

O principal diferencial que o LCIS se propõe é o crescimento de filmes com elevada qualidade cristalina (filmes epitaxiais) e pureza química.

Uma das estações de crescimento do LCIS dedica-se então a produção de filmes finos de óxidos de metais de transição com estequiometria complexa através da técnica de deposição a laser pulsado. Óxidos de metais de transição de estrutura perovskita possuem a capacidade de apresentar diferentes propriedades macroscópicas desde ferromagnetismo, supercondutividade, ferroeletricidade, etc. A estrutura perovskita permite que diferentes átomos da tabela periódica sejam posicionados em diferentes sítios cristalográficos. Estes diferentes átomos em diferentes sítios cristalográficos podem dar origem a uma infinidade de ordem química/cristalina. Deste grande número de compostos possíveis surge a possibilidade de diferentes propriedades macroscópicas nestes compostos inclusive com a possibilidade do surgimento de novas propriedades emergentes quando dois materiais distintos interagem e a nova propriedade é diferente das propriedades de cada um dos materiais. Todas essas possibilidades de propriedades eletrônicas diversas podem ser exploradas para diversos fins como a compreensão de fenômenos na matéria condensada ou para geração de dispositivos com novas funcionalidades.

A técnica de deposição a laser pulsado se baseia na utilização de um laser de UV que incide em um alvo cerâmico de material a ser depositado. Este laser curto de UV de alta potência aquece localmente o alvo de maneira instantânea. Desta forma, o material do alvo evapora e é ionizado se dirigindo a um substrato colocado próximo ao alvo. Controlando-se o alvo, pressão de gás na câmara e parâmetros do laser (número de fótons e tamanho do feixe) podemos obter condições em que a estequiometria do alvo é transferida para os filmes crescidos.

O primeiro objetivo agora com o LCIS, na gestão do LNNano, é utilizar a infraestrutura de caracterização do LNNano para determinar as condições de crescimento de alguns filmes padrões (YBa₂Cu₃O_{7-d}, BaTiO₃, La_(2/3)Sr_(1/3)MnO₃.) para poder atender a comunidade científica em projetos mais arrojados.

Microfabricação e Microfluídica

O ano de 2022 foi marcado pelo retorno total as atividades presenciais. Usuários internos e externos voltaram a frequentar as instalações da Microfabricação e Microfluídica. Entretanto, o CNPEM manteve a opção de atendimento remoto de usuários através do envio de amostras para serem processadas pelo corpo técnico da instalação.

Dentro das principais áreas de atuação, destaca-se o expressivo aumento no número de propostas para uso da estrutura de manufatura aditiva. A impressão 3D foi utilizada em diversas aplicações, da área biomédica, passando pela engenharia de petróleo, até a fabricação de dispositivos e peças para uso nas linhas de luz do Sirius.

Como artigo publicado, destaca-se o trabalho multidisciplinar, envolvendo diversas instituições do Brasil, no periódico *Talanta*¹¹⁵. Neste trabalho, uma língua eletrônica impedimétrica foi utilizada para detecção de câncer sem a necessidade de biomarcadores específicos.

Nanofabricação

O ano de 2022 foi o primeiro ano efetivo de atendimento à usuários da instalação Nanofabricação, aberta oficialmente no portal de usuários (SAU) em março de 2022. Apesar de dificuldades encontradas no decorrer do ano, como problemas com o principal instrumento do laboratório, o e-line Plus Raith para litografia por feixe de elétrons (que está sendo reparado), foram executadas propostas de instituições como UNICAMP, UFSCar, Univ. Mackenzie, UFMG, e propostas internas do LNNano e LNILS. Além disso, neste ano foi criado o comitê externo de Nanofabricação que acompanhará as atividades da instalação e que eventualmente avaliará as propostas submetidas à medida que a demanda de uso da instalação aumentar.

Também foram executadas propostas de microfabricação de dispositivos originadas internamente no CNPEM ou de instituições externas como UNICAMP, USP, UFSCAR, UFABC, UFMG, INMETRO, Univ. Mackenzie etc. Os temas das propostas abrangem principalmente a área de dispositivos fotônicos e biossensores, bem como investigação de ciência de materiais 2D. A deposição de filmes metálicos e dielétricos para progressão de projetos de pesquisa compõe uma porção significativa das propostas realizadas. Destaca-se também o comissionamento de um novo equipamento de escrita direta para a técnica de fotolitografia (ML3, Durham Magneto Optics/UK), permitindo o teste de diferentes layouts de dispositivos sem a necessidade de uma máscara física. Após treinamento fornecido pelo fabricante, testes de performance foram realizados e ajustes propostos e implementados pelo fabricante.

Em relação ao atendimento a usuários em técnicas de caracterização, as propostas foram atendidas no âmbito de medidas elétricas, microscopia a laser confocal, perfilmetro de contato, caracterização eletroquímica e ângulo de contato. Foram propostas de usuários externos que incluem UNICAMP, Univ. Mackenzie, UNESP, UFSC (Santa Catarina), UFABC, UNIFEI (Minas Gerais). Deste atendimento, destaca-se o uso do PPMS (Physical Parameter Measurement System) para medidas de transporte eletrônico em altos campos magnéticos (14T) para a identificação de estados topológicos por meio de oscilações quânticas na

¹¹⁵ *Talanta*. Volume 243, 1 June 2022, 123327. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2022.123327>

magnetorresistência de amostras de semicondutores de gap estreito. Ainda no que se refere ao uso do PPMS, foram realizadas medidas da capacidade térmica de amostras supercondutoras realizadas a baixas temperaturas (até 100 mK) para observar a temperatura crítica de transição de fase trivial para supercondutor. Nesse sentido, as capacidades máximas do PPMS foram requisitadas no atendimento a usuários.

Nanotoxicologia e Nanosseguurança

A Instalação de Nanotoxicologia e Nanosseguurança realiza estudos integrados de toxicidade de nanomateriais avançados visando o desenvolvimento de novos materiais em bases seguras e sustentáveis. Para estudos de interações nano-bio-eco e a avaliação da toxicidade são comumente empregados metodologias *in vitro* e *in vivo*. Neste período, a instalação investiu na aquisição de equipamentos para sala de cultura de células, em especial, para preparo de amostras e crescimento de células de Zebrafish (linhagens ZFL e ZF4). Foram adquiridos equipamentos de pequeno porte como centrífuga de bancada (Daiki, BIA 4000 rpm), ultra-turrax (IKA T10 Basic), banho maria (Ethik Technology, 316-2DN) e incubadora para crescimento de células (Thermo Scientific, HERA THERM) (Figura 312).



Figura 312. Equipamentos para preparo de amostra e crescimento de células de Zebrafish (linhagens ZFL e ZF4) disponíveis na Sala de Cultura de Células da Instalação de Nanotoxicologia e Nanosseguurança

Criomicroscopia Eletrônica

A instalação aberta de criomicroscopia realizou o atendimento de propostas de usuários de diferentes regiões do Brasil e de outros países da América Latina, como Argentina, Peru e Uruguai. Foram atendidas propostas em que foram realizadas análises estruturais, ultraestruturais e de materiais moles. Na maioria das vezes, os usuários acompanharam presencialmente o preparo das amostras e a coleta de dados, sendo também treinados em parte das técnicas utilizadas. Nos casos em que o usuário não pôde participar presencialmente, as estratégias de preparo de amostras e o andamento das análises foram discutidos por videochamada. A rotina de atendimento remoto, desenvolvida durante os anos anteriores,

continua a ser utilizada e aprimorada para os casos em que o deslocamento do usuário não é possível.

Dentre os esforços de capacitação de usuários, destaca-se a organização do “Cryo-EM Workshop” que recebeu 25 participantes para o treinamento em técnicas de preparo de amostras, operação de microscópios e processamento de dados. Com relação à infraestrutura disponível, foi substituído o detector direto de elétrons Gatan K3. Com isso, o LNNano passará a contar no próximo ano com a possibilidade de aquisição de imagens com a utilização de filtro de energia, melhorando a qualidade das coletas de dados.

O Laboratório de Criomicroscopia Eletrônica do LNNano vem consolidando sua inserção em projetos e colaborações internacionais. Atualmente participa de um projeto apoiado pelo Programa Ibero-Americano de Ciência e Tecnologia para o Desenvolvimento (Cyted) e dois projetos apoiados pela Chan Zuckerberg Initiative (USA), sendo um no LNNano e outro ligado ao Centro de Biología Estructural del Mercosur (CEBEM). Recentemente, vem trabalhando junto ao Instruct-ERIC (uma rede pan-europeia de infraestrutura em biologia estrutural) para desenvolver atividades conjuntas de capacitação. Como resultado dessa aproximação, foi firmado um memorando de entendimento entre CNPEM e Instruct-ERIC. Recentemente, integrou o painel de discussão "*Integrated Research Infrastructures Ecosystem*" durante a International Conference on Research Infrastructures 2022, organizada pela Comissão Europeia em Brno, República Tcheca.

Programas de P&D em Áreas Estratégicas

Programa de P&D em Saúde

Subprograma Diagnóstico

A portaria GM Nº 4.680, de 20 de abril de 2021, do MCTI estabelece como prioridade programas, planos e projetos de pesquisa, tecnologia, e inovação que visem a melhoria do bem-estar dos brasileiros e aumento da sua expectativa de vida. Nesse contexto, o Subprograma “Diagnóstico” do Programa de P&D em Saúde do CNPEM baseia-se em estudos de nanotoxicidade e no uso de nanomateriais e de técnicas de nano/microfabricação avançadas visando o desenvolvimento de dispositivos *point-of-care* (POC) para aplicações em duas frentes, quais sejam, (i) a análise em batelada de biomarcadores (biópsia de líquidos, como fluidos corporais e cultura de células) e (ii) o monitoramento *in situ* e em tempo real de espécies como a glicose empregando sensores vestíveis sobre a pele humana. As plataformas POC devem ser portáteis, simples e rápidas, além de gerar elevadas sensibilidade e especificidade (acurácia clínica) e possibilitar o monitoramento remoto via o uso de celulares. Essas plataformas devem também apresentar compatibilidade de produção em larga escala de maneira a possibilitar o seu uso em massa pela população, o que beneficiará o poder público em sua tarefa de desenhar ações estratégicas para a saúde. Com efeito, as análises POC são capazes de descentralizar e simplificar toda a cadeia de diagnósticos clínicos, encurtando tempos, distâncias e custos e, assim, contribuindo para a medicina de precisão (ou personalizada) e para a eficácia de prognósticos e tratamentos precoces. Abaixo, são listados os avanços mais significativos do Subprograma “Diagnóstico” ao longo do ano de 2022, os quais estão de acordo com os objetivos supracitados do Programa de P&D em Saúde do CNPEM.

Nanomateriais para diagnósticos eficazes em fluidos biológicos

O desenvolvimento de um dispositivo sensível e escalonável que permita a análise de amostras biológicas ainda é um desafio devido às limitações como a passivação do eletrodo pelo meio, o que prejudica o seu desempenho analítico e dificulta a sua comercialização e uso em aplicações de rotina. Como solução, foi desenvolvida uma estratégia de análise eletroquímica usando papel pirolisado, um material poroso, hidrofóbico e condutor, como opção escalonável e descartável de eletrodo acoplado ao uso de um surfactante disponível comercialmente, o Tween 20 (T20). Esse polissorbato foi capaz de formar de maneira *in situ* uma nanocamada anfifílica (~2 nm) que levou a dois fenômenos simultâneos cooperativos: (i) permeação lenta e gradual da amostra pelos poros do eletrodo, aumentando a sua área eletroativa, e (ii) proteção da sua superfície contra passivação pela formação de uma camada hidrofílica de solvatação. Ademais, a espessura nanométrica do T20 foi crucial para que não ocorresse um impedimento significativo da cinética das reações eletroquímicas. Esses fenômenos cooperativos elevam a corrente e a sensibilidade, que aumentam ainda mais com o tempo de exposição do eletrodo ao fluido biológico (até 4h). Enquanto as estratégias de proteção contra passivação disponíveis na literatura comprometem a sensibilidade, o método desenvolvido no CNPEM proporcionou um aumento de corrente de 125% em relação à corrente original após 1 h de exposição a plasma humano não diluído.

O sensor foi caracterizado por diferentes técnicas para estudo das suas propriedades físicas e eletroquímicas, da capilaridade das amostras em função do T20 e da adsorção, espessura e

propriedade de anti-passivação do T20. Ademais, o método foi aplicado com sucesso para o diagnóstico da COVID-19. Usando nanopartículas de ouro (AuNPs) e a proteína Spike (S) para interação com anticorpos do vírus Sars-Cov-2, o método foi capaz de classificar dezenas de amostras de soro de indivíduos saudáveis e infectados com a COVID-19. O método se mostra, logo, promissor para o desenvolvimento de biossensores POC. Um artigo com esses resultados foi publicado no periódico *ACS Applied Materials & Interfaces*¹¹⁶. Na Figura 313, segue uma imagem representativa do trabalho.

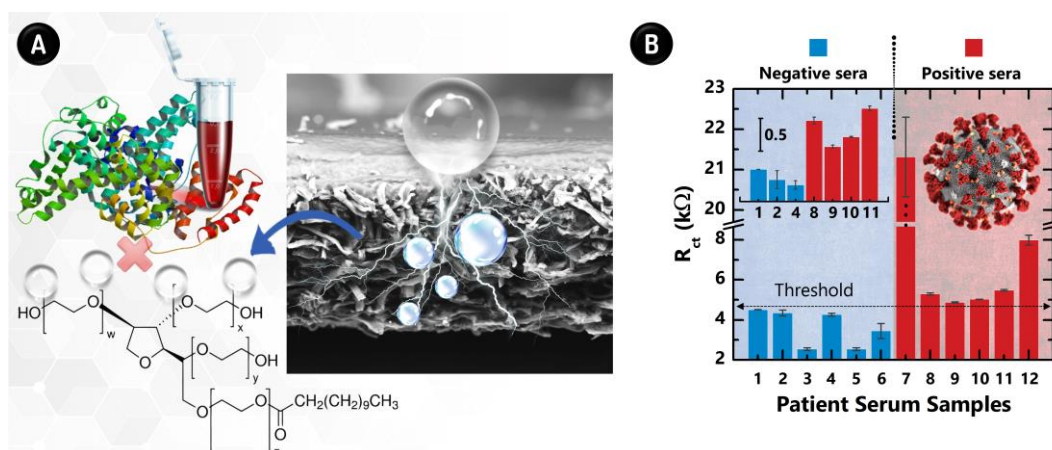


Figura 313. Sensor baseado em papel pirolisado e nanocamada de T20 para análises eletroquímicas em meios biológicos complexos. (A) Efeitos cooperativos da nanocamada (<math>< 2\text{ nm}</math>): evitar a contaminação do eletrodo por proteínas presentes em fluidos biológicos e permitir a penetração da amostra através dos poros do eletrodo. (B) Dados de resistência à transferência de carga (R_{ct}) obtidos pelo método a amostras de soro de indivíduos saudáveis e de pacientes da COVID-19. Referência: *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2022, 14, 2522–2533.

Os resultados promissores obtidos com o papel pirolisado e T20 seguem sendo aprimorados visando diminuir o número de etapas de fabricação e facilitar o manuseio do sensor pelo usuário final. Para isso, nanofilmes hidrofílicos estão sendo incorporados na superfície do eletrodo de modo a aumentar a sensibilidade e fornecer grupos funcionais que possibilitem a imobilização covalente de elementos de reconhecimento específicos para diagnósticos mais acurados. Além disso, a rota de funcionalização irá possibilitar um controle sobre a quantidade e predominância de grupos funcionais derivados de nitrogênio e oxigênio na superfície. Esse tipo de controle será de importância fundamental para maximizar a imobilização de elementos de reconhecimento e minimizar o processo de biopassivação, diminuindo os riscos de falsos negativos e positivos.

Peptídeo como biorreceptor para o desenvolvimento de testes de COVID-19 baratos e estáveis

Além do emprego dos glicosímetros na prática clínica, os biossensores eletroquímicos ainda não têm alcançado sucesso no mercado. Dentre os desafios contra o seu uso de rotina, além da passivação dos eletrodos em biofluidos, a utilização de macromoléculas como biorreceptores (como anticorpos e proteínas) implica em limitações de síntese (de baixo rendimento, complexa e cara) e estabilidade (*shelf-life* reduzido, usualmente inferior a 3 dias após armazenamento em eletrólito a 4 °C) devido à sua desnaturação, o que aumenta as chances de incidência de falsos

¹¹⁶ ACS Appl. Mater. Interfaces 2022, 14, 2, 2522–2533. Publication Date: January 6, 2022. <https://doi.org/10.1021/acsami.1c18778>.

positivos e negativos. Como alternativa, inspirados no reconhecimento molecular do anticorpo do SARS-CoV-2 (AbS) pelo sítio de ligação da proteína S, foi sintetizada a sequência peptídica Asn-Asn-Ala-Thr-Asn-COOH (abreviada como PEP2003) para criar biossensores de triagem de COVID-19 usando eletrodo de carbono, AuNPs e espectroscopia de impedância eletroquímica.

O PEP2003 é facilmente obtido por síntese química e gerou uma sensibilidade 3,4 vezes maior em relação àquela para detecção do AbS usando a proteína S como biorreceptor. De acordo com estudos de docagem molecular, as interações PEP2003-AbS são governadas por ligações de hidrogênio e interações hidrofóbicas. Além disso, o peptídeo não é passível a desnaturação, o que resulta em uma alta estabilidade. Por exemplo, o biossensor preserva 95% e 85% do sinal inicial após 20 e 30 dias de armazenamento a seco a 4 °C, respectivamente. Com o auxílio de 2 equações simples obtidas por *machine learning* (ML), o método foi capaz de fornecer a triagem de 39 amostras biológicas em grupos saudáveis não vacinados e vacinados e infectados com a COVID-19 com 100,0% de acurácia clínica. Essa nova plataforma é promissora para facilitar o uso de rotina de biossensores POC da COVID-19. Esses resultados foram publicados no periódico *ACS Nano*¹¹⁷. Uma imagem sobre este trabalho é mostrada na Figura 314.

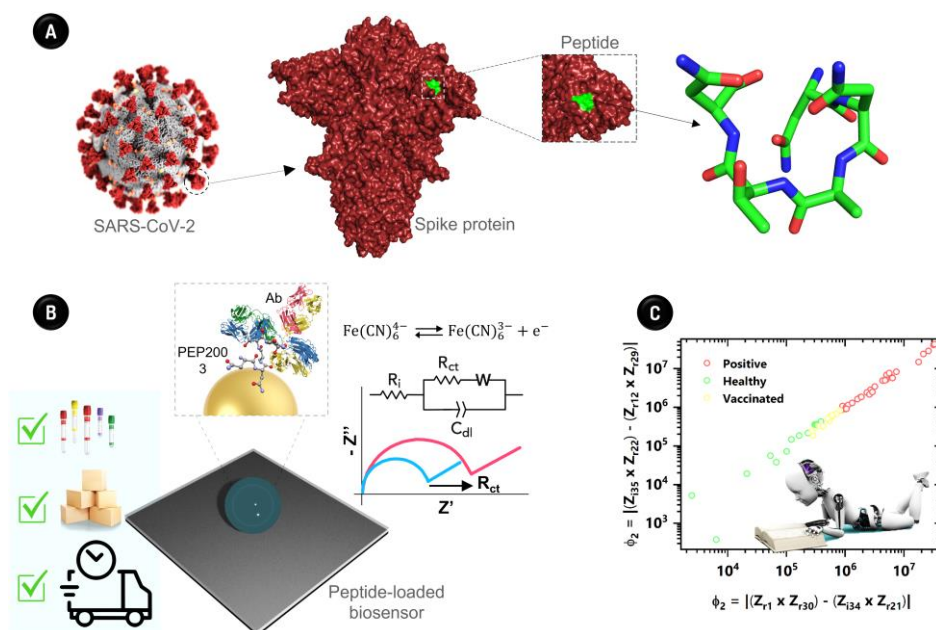


Figura 314. Biossensor com peptídeo como receptor para detecção de Ab da COVID-19. (A) Modelos estruturais da proteína S e do peptídeo. (B) Representações esquemáticas das vantagens de uso do peptídeo, do biossensor e do diagrama de Nyquist obtido na presença de um complexo de ferro como sonda redox. (C) Triagem de amostras de soro de indivíduos saudáveis não vacinados e vacinados e de pacientes da COVID-19. Esses resultados foram obtidos após processamento de dados do diagrama de Nyquist por ML. Referência: *ACS Nano*, 2022, 16, 14239–14253.

Biossensores eletroquímicos verticais de alta densidade

Para obter um dispositivo escalonável, altamente reprodutível e de baixo custo, foi desenvolvida uma nova estratégia de fabricação baseada em técnicas tradicionais (fotolitografia e deposição de filmes finos) e engenharia de nanofilmes verticais que possibilita a fabricação de sensores

¹¹⁷ ACS Nano 2022, 16, 9, 14239–14253. Publication Date: August 15, 2022. <https://doi.org/10.1021/acsnano.2c04364>

eletroquímicos ultradensos (diversos por unidade de área). Esses dispositivos consistem em um *array* de microeletrodos verticais em uma configuração de célula eletroquímica com apenas 2 eletrodos (eletrodos de ouro de trabalho e de quase-referência), separados por uma camada dielétrica de SU-8 (espessura: 3 μm). O processo de fabricação produz um número superior a 48 sensores em um único wafer de vidro (35 mm \times 75 mm), o que leva a uma redução significativa do custo desses sensores. Desde que envolvem o uso de métodos de fotolitografia e deposição de filmes finos, os quais podem gerar estruturas com alta resolução e são escalonáveis e já bem estabelecidos na indústria, esses dispositivos não apenas exibem compatibilidade de produção em larga escala e reprodutibilidade elevada, mas também possuem um custo reduzido (Figura 315).

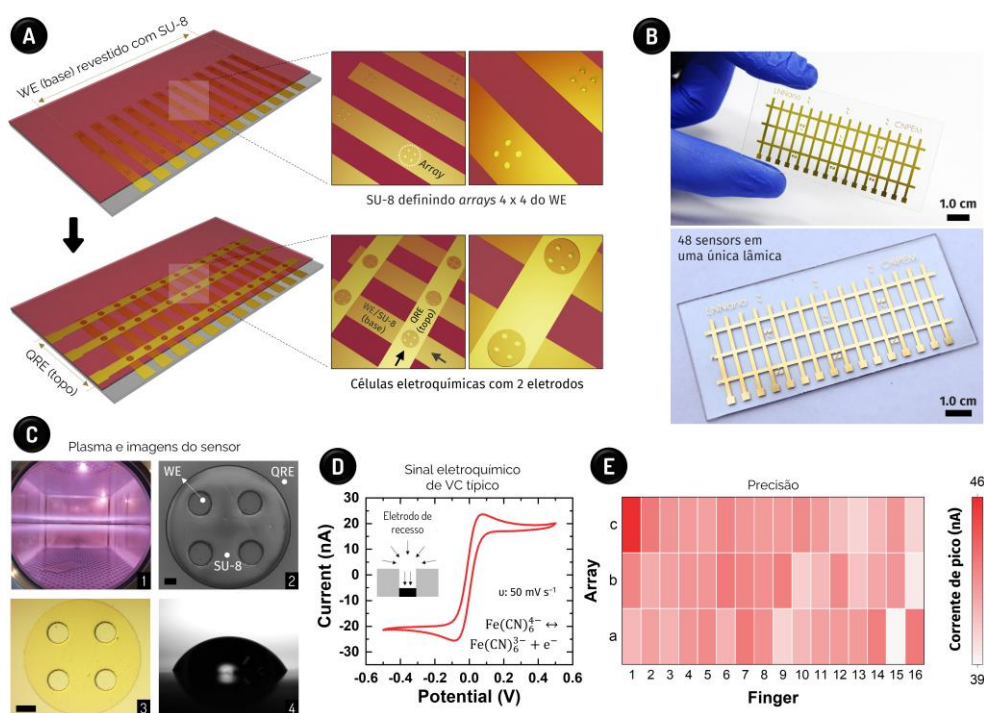


Figura 315. Sensores eletroquímicos ultradensos. (A) Etapas de fabricação para deposição dos eletrodos de trabalho (WE), SU-8 e eletrodos de quase-referência (QRE). O SU-8 atua como meio isolante entre WE e QRE e para a definição das áreas de detecção, as quais vêm sendo baseadas em arrays contendo 4 WEs (cada um com 45 μm de diâmetro). São gerados 4 sensores para cada finger atuando como WE. (B) Fotos do dispositivo final. (C) Imagens relativas à etapa de exposição a plasma em Argônio, realizada para limpeza do WE e aumento da hidrofobicidade dos sensores (baseados em eletrodos de recesso) (1), sensor (2,3) e ângulo de contato de uma gota de água (10 μL) sobre o sensor após sua exposição ao plasma por 5 min (4). Nas imagens de microscopia eletrônica de varredura (2) e estereoscopia (3), as barras de dimensão equivalem, respectivamente, a 25 e 50 μm . (D) Voltamograma típico obtido para a sonda redox reversível $\text{Fe}(\text{CN})_6^{4-/-3-}$ (2,0 mmol L^{-1}), revelando um regime de difusão linear semi-infinita. (E) Dados de corrente de pico média (considerando as correntes de oxidação e redução da sonda) obtidos para todos os 48 sensores de um mesmo wafer de vidro. WE e QRE seguem identificados por números (1 a 16) e letras ('a', 'b' e 'c'), respectivamente.

Diversas técnicas já foram empregadas para a caracterização da superfície dos microeletrodos. Métodos eletroquímicos como voltametria cíclica (VC), voltametria de onda quadrada (SWV), espectroscopia de impedância eletroquímica (EIS), microscopia de varredura de condutância iônica (SICM) e microscopia eletroquímica de varredura (SECM) foram usados para o estudo de parâmetros como carga superficial, cinética de transferência de carga e regimes de difusão, além

de ensaios sobre o desempenho analítico e a reprodutibilidade dos sensores a qual se revelou satisfatória, com precisões *intra* e *inter-wafer*, respectivamente, de 2,4% (n = 192) e 4,7% (n = 352). Atualmente, seguem sendo realizados imunoenaios utilizando essa nova plataforma para detecção dos vírus Zika e Dengue. Ademais, análises preliminares provaram a capacidade dos dispositivos de realizar análises multiplexadas (monitoramento de múltiplos biomarcadores de modo simultâneo) a partir de uma única medida de SWV, uma característica inédita que é crucial para o aumento da acurácia clínica. Por fim, considerando as suas vantagens em termos de fabricação e multiplexação, acreditamos que esta plataforma irá contribuir para a adaptação comercial de biossensores do tipo POC. Um pedido de patente referente a essa nova estratégia de microfabricação, será depositado no próximo ano.

Transistores baseados em materiais 2D para sensoriamento de cátions em suor

O monitoramento da saúde está passando por uma mudança radical de tecnologias tradicionais de análises clínicas para dispositivos portáteis e vestíveis, e uma variedade de nanomateriais e transdutores têm sido empregados para este fim. Os materiais 2D (2DMs) possuem um enorme potencial para novos dispositivos, entretanto, enfrentam dificuldades para atender aos requisitos da indústria como fabricação em larga-escala. Com o objetivo de fomentar o desenvolvimento de novos dispositivos para diagnóstico baseados em 2DMs, em parceria com pesquisadores da França, Itália e Espanha, transistores eletrolíticos (*liquid-gated transistors* - LGTs) baseados em óxido de grafeno reduzido (*reduced graphene oxide*, rGO) foram produzidos para a determinação de cátions (K⁺ e Na⁺) em suor. Eletrodos flexíveis foram fabricados sobre substratos plásticos por ablação à laser, uma tecnologia compatível com a produção em escala de dispositivos, e filmes de rGO foram empregados como transdutor eletrônico. A seletividade às espécies de interesse (K⁺ e Na⁺) foi alcançada pela funcionalização do canal do transistor com membranas íon-seletivas (ISMs). Os dispositivos, ilustrados na Figura 316, mostraram seletividade em relação às espécies de interesse, baixas tensões de funcionamento (< 0,5 V), resposta rápida (5–15 s em uma ampla faixa de concentrações, (10 μmol L⁻¹ a 100 mmol L⁻¹) e sensibilidades de até 1 μA década⁻¹. A estratégia relatada é um importante passo em direção ao desenvolvimento de sensores vestíveis baseados em 2DMs para futuras tecnologias de monitoramento de saúde. Esses resultados foram publicados recentemente no período *Small*¹¹⁸, pelos colaboradores do LNNano.

¹¹⁸ *Small*2022, 18, 2201861. <https://doi.org/10.1002/sml.202201861>

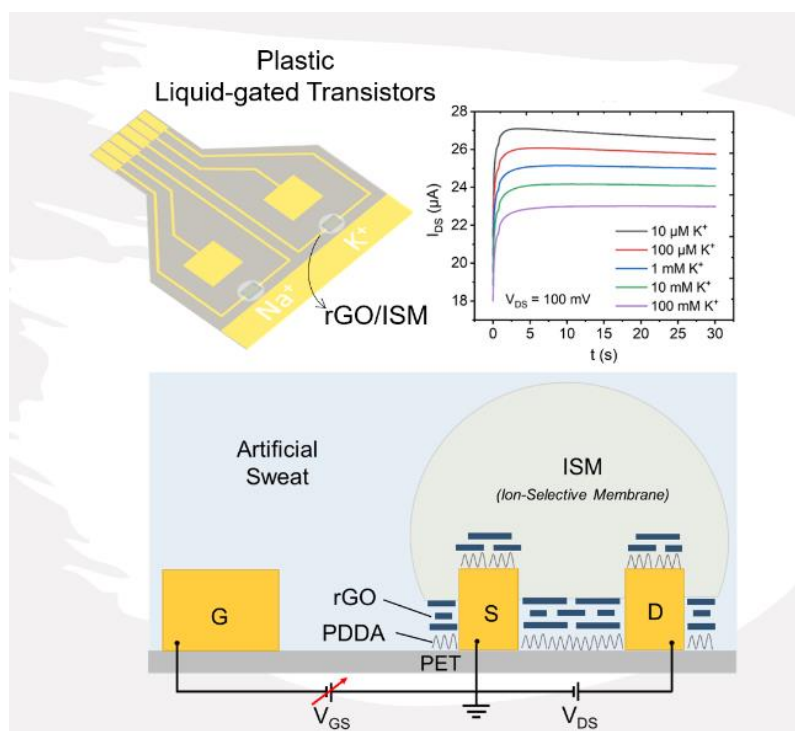


Figura 316. Transistores plásticos de rGO funcionalizados com ISMs para a detecção de K^+ e Na^+ em suor.

Referência: *Small*, 2022, 18, 2201861.

Estudos in vitro da toxicidade e da biocompatibilidade de nanomateriais a base de grafeno em meio fisiológico visando o entendimento de interações bioespecíficas e com hemácias

Uma vez em contato com fluidos biológicos, os nanomateriais interagem espontaneamente com as biomoléculas presentes nestes meios formando um revestimento denominado “biocorona”, o qual modula suas respostas biológicas, como toxicidade ou biocompatibilidade. O objetivo deste trabalho foi estudar o efeito do óxido de grafeno (GO) e seu híbrido decorado com nanopartículas de prata (GO-AgNPs) sobre hemácias, bem como sua interação com proteínas plasmáticas e do hemolisado. Observou-se que ambos os materiais estudados apresentaram toxicidade dose-dependente, sendo o efeito hemolítico de GO-AgNPs três vezes superior ao GO, com um percentual hemolítico de 90% e 20%, respectivamente, em maiores concentrações de exposição ($150 \mu\text{g mL}^{-1}$). A presença da hard corona de hemolisado e plasma mitigou quase que completamente o efeito hemolítico tanto de GO, quanto de GO-AgNPs. Este resultado de mitigação do efeito hemolítico pode ser corroborado pela caracterização desses nanomateriais na ausência e presença da *hard corona*, o que demonstrou mudança na composição química de superfície por espectroscopia de fotoelétrons excitados por raio-X (XPS) e infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), bem como em suas propriedades topográficas conforme corroboradas por microscopia de força atômica (AFM). Avaliou-se ainda o perfil proteico da *hard corona* de hemolisado e plasma por géis de eletroforese (SDS-PAGE) e ensaios de adsorção de proteínas (Figura 317). Os resultados obtidos até o momento colaboram para aplicações de materiais à base de grafeno em nanobiotecnologia aplicada a saúde, como no desenvolvimento de biosensores e dispositivos para diagnósticos. Contudo, estudos avançados de caracterização da nanobiointerface (formação da corona) são necessários para melhor entender a natureza da interação de proteínas plasmáticas e hemolisado visando um controle destas interações e

seletividade associado com novos métodos de detecção e de biomonitoramento. Um artigo com esses resultados, de autoria dos colaboradores do LNNano, encontra-se em fase de elaboração.

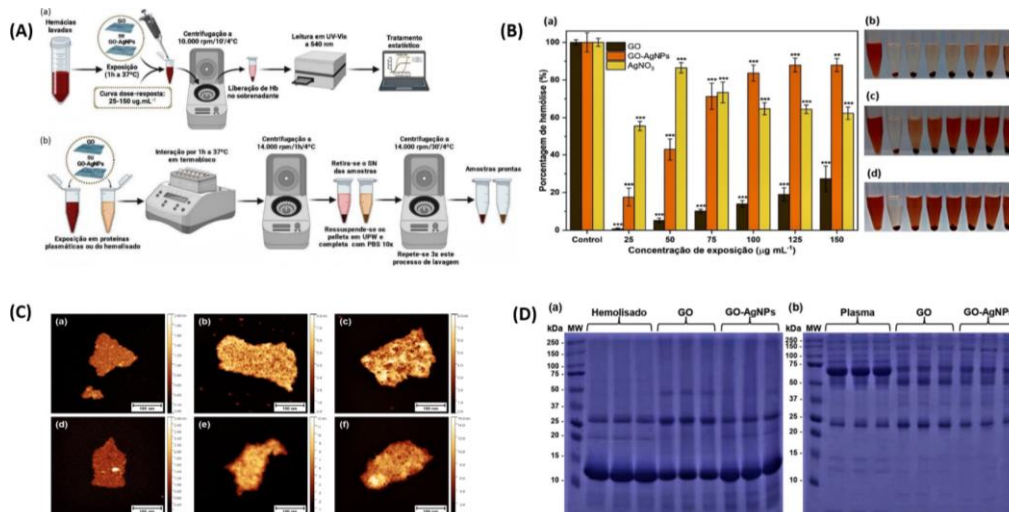


Figura 317. (A) Esquema ilustrando o protocolo utilizado para avaliação do efeito hemolítico do GO e GO-AgNPs na presença e ausência de proteínas plasmáticas e hemolisado de hemácias (B) Avaliação da porcentagem de hemólise induzida por (a) GO, GO-AgNPs e AgNO₃ e (b) fotografias dos microtubos após o final do ensaio hemolítico. (C) Imagens de AFM dos materiais na ausência e presença de hard corona e (D) Eletroforese em gel de poliacrilamida (SDS-PAGE) das proteínas extraídas da hard corona dos materiais GO e GO-AgNPs após incubação com plasma humano e hemolisado por 1 h a 37°C.

Programa de P&D em Energia Renovável

Subprograma Hidrogênio

A urgência em mitigar os problemas ambientais associados a alta taxa de emissões de carbono motiva a busca por soluções para a produção de energia sustentável. O programa de hidrogênio verde do CNPEM tem um ousado objetivo de desenvolver uma tecnologia ainda inexistente no mercado nacional e internacional que são os fotoeletrolisadores. Neste contexto, ao longo do primeiro semestre de 2022 os esforços foram concentrados em melhorias, algumas adaptações nas instalações e no desenvolvimento de novos processos de fabricação e equipamentos de deposição de fotoabsorvedores capazes de executarem a eletrólise da água assistida pela luz solar, também conhecida como fotoeletrólise. O resultado dessa dedicação pode ser observado na Figura 318 que ilustra a nova metodologia, métodos de deposição mencionados e o reator para caracterizações de eficiência via fotoeletrólise, ambos estão em redação de pedido de patente.

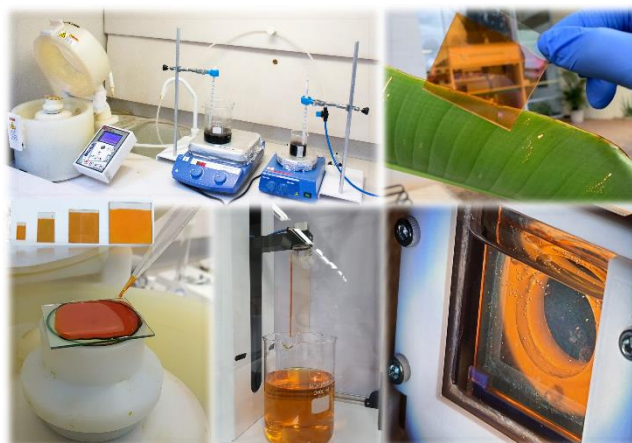


Figura 318. Topo/Abaixo (Esquerda) – Foto do novo processo químico de fabricação de materiais utilizando técnicas de deposição por rotação e imersão com diferentes dimensões. Topo (direita)- Foto do material fotoabsorvedor com dimensões de 5 x 5 cm de área ativa. Abaixo (direita) – Imagem do reator para medidas de fotoeletrolise de materiais com dimensões em escala de protótipo.

Concomitante aos desenvolvimentos da instalação, o time de pesquisadores também dedicou esforços aos estudos para melhoria do desempenho dos materiais para aplicação como ânodo e cátodos. O CNPEM alcançou avanços referentes ao componente limitante (fotoânodo) da fotoeletrolise que levaram ao recorde nacional na produção de hidrogênio sustentável (3.2 mAcm^{-2}) em escala laboratorial. A referência de eficiência do material em estudo o óxido de ferro é alcançar 10 mAcm^{-2} , esse valor é considerado o alvo para início da produção em escala industrial. Esses avanços foram destaque em matéria publicada pelo jornal Valor Econômico¹¹⁹. Os resultados desse trabalho foram publicados no periódico internacional *Journal of Materials Chemistry A*¹²⁰. A partir dos resultados alcançados, foi dado início a um ciclo completo de desenvolvimento abrangendo diferentes limitações, principalmente de transporte eletrônico, atualmente responsável pela maior parte dos problemas da baixa eficiência. O estudo conduzido foi dividido em três importantes etapas iniciando com estudos de ciência básica partindo da seleção de elementos para modificação (dopagem) seguida da incorporação desses materiais nos anodos e investigação das características de transporte e eficiência na conversão da energia solar em energia química (O_2 e H_2 verde). Outros dois aspectos que estão em fase inicial de estudo são a avaliação técnico-econômica e viabilidade de produção de tecnologia e avaliação de toxicidade dos nanomateriais utilizados para fabricação e modificação dos ânodos/cátodos. Por fim, o desenvolvimento de ânodo com dimensões na escala de protótipo bem como os reatores para avaliação de desempenho e compreensão dos problemas de engenharia estão em estágio avançado de desenvolvimento. Assim, como o processo de fabricação mencionado acima, o reator para avaliar os problemas que serão enfrentados em ambiente real de aplicação está em fase de redação da patente. A Figura 319 ilustra os ânodos com alta reprodutibilidade, estabilidade e homogeneidade e diferentes dimensões revelando a versatilidade do método desenvolvido. A metodologia utilizada é a mesma aplicada na fabricação dos materiais em escala

¹¹⁹ <https://valor.globo.com/empresas/noticia/2022/08/02/pesquisadores-brasileiros-aprimoram-tecnica-para-obter-hidrogenio-verde.ghtml>

¹²⁰ J. Mater. Chem. A, 2022,10, 13456-13466. <https://doi.org/10.1039/D2TA03932J>.

de laboratório que permite a preparação de litros de solução com estabilidade de anos armazenada em temperatura entre 15 a 20 graus celsius.



Figura 319. (Esquerda) Imagem que representa a versatilidade do método para fabricação de materiais com diferentes dimensões, (Central) Foto ilustrando o sistema de deposição de soluções por imersão, exemplo da fabricação de um fotoanodo de óxido de ferro e (Direita) Imagem que ilustra a estação de caracterização fotoeletrolítica para avaliar materiais com área de até 5 cm².

A Figura 319 (imagem central) também ilustra o sistema de deposição desenvolvido durante esse ano que permite a fabricação de materiais com as mais variadas formas e dimensões apenas alterando o vaso onde a solução é adicionada para imersão dos substratos ou objetos que se deseja depositar uma camada. Na sequência a Figura 319 (extrema direita) ilustra o protótipo em funcionamento para avaliar o desempenho e as características de eficiência do material de grande área na conversão de luz solar em energia química e também investigar o transporte eletrônico (eficiência de separação de carga) antes e após a incorporação de modificantes para induzir melhores propriedades.

Outro componente essencial no desenvolvimento de eletrolisadores e fotoeletrolisadores é o cátodo. Atualmente as tecnologias comercializadas (eletrolisadores) ou mesmo em desenvolvimento (fotoeletrolisadores) utilizam platina (pura) ou materiais a base de carbono de alta área superficial com grandes quantidades de platina ou irídio dispersa. É importante mencionar que no caso dos eletrolisadores comerciais a eficiência na geração de hidrogênio tem grande dependência com a quantidade de platina ou irídio dispersas nessas matrizes de carbono, por exemplo. O estado da arte é desenvolver materiais tão eficientes quanto essas a base de platina e irídio com alta estabilidade (outro importante problema da tecnologia comercial), pois além do alto custo desses elementos ambos são raros e pouco abundantes na natureza, principalmente o irídio.

Neste contexto, durante o corrente ano estudos relacionados ao desenvolvimento de materiais bidimensionais tiveram bom avanço em termos de eficiência e redução do sobrepotencial para uso como cátodo em foto ou (eletrolisadores). O objeto de estudo é o dissulfeto de molibdênio (MoS₂) que é um material lamelar abundante e de baixo custo que vem sendo apontado como excelente alternativa para substituir a platina em processos eletroquímicos para evolução de hidrogênio. A sua estrutura multicamada em fase 2H, como é encontrado na natureza, apresenta baixa atividade eletrocatalítica, uma vez demonstrada que tal propriedade se relaciona diretamente a sítios de borda do material, enquanto seu plano basal predominante é inerte a tal processo. De modo a criar sítios catalíticos visando ativação do plano basal, diferentes métodos de “engenharia de defeitos” têm sido adotados para introdução de defeitos

na forma de vacâncias de enxofre ou novos sítios de borda. Dessa forma, métodos como plasma de He, Ar ou O₂, tratamento em atmosfera de H₂, tratamento químico com H₂O₂, métodos eletroquímicos e feixe de íons focalizados podem ser adotados para criação de defeitos no plano basal de MoS₂.

Demonstramos em um artigo, aceito no periódico *ACS App. Eng. Materials*, uma rota térmica para dessulfurização do MoS₂ em sua forma multicamada. O artigo demonstrou pela primeira vez um processo de cooperação térmica binária a partir de papel modificado com partículas de MoS₂ visando ao mesmo tempo converter o papel em um material altamente condutor elétrico e MoS₂ em um catalisador eficiente para aplicação na evolução de hidrogênio (REH). Na Figura 320 estão apresentados alguns resultados obtidos onde é possível observar uma texturização da superfície bem como a remoção de átomos de enxofre do material, resultando em uma partícula de MoS₂ rica em oxigênio nas bordas. De modo a avaliar como o tratamento proposto contribui para a atividade eletrocatalítica do material, curvas de polarização foram obtidas para o papel pirolisado (substrato), amostra controle (MoS₂ não tratado) e amostra tratada termicamente. A amostra tratada termicamente demonstrou uma notável melhora na atividade eletrocatalítica ($\eta=240$ mV em 10 mA cm⁻²). De modo a demonstrar a versatilidade do tratamento proposto, o substrato foi modificado também com spray comercial contendo partículas MoS₂ e novamente, uma melhoria notável pôde ser observada para a amostra que passou pela dessulfurização. Além disso, a utilização de spray pode ser empregada de maneira rápida em grandes áreas e possibilita a deposição de MoS₂ em regiões específicas usando máscaras de sombra.

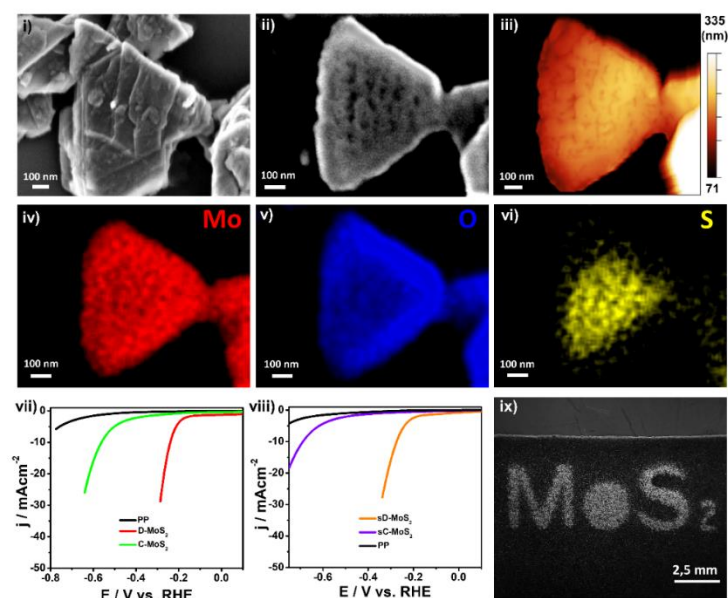


Figura 320. Imagens de microscopia eletrônica de varredura i) antes e ii) após o processo de tratamento térmico. iii) Imagem de topografia obtida por microscopia de força atômica obtida para a partícula após o tratamento térmico. Mapeamentos químicos por espectroscopia de raios-X por energia dispersiva de: iv) Molibdênio, v) oxigênio e vi) enxofre. vii) curvas de polarização para amostras PP (apenas substrato – papel pirolisado), D-MoS₂ (papel pirolisado e MoS₂ com defeitos – totalmente tratado termicamente) e C-MoS₂ (amostra controle – papel pirolisado e MoS₂ não tratado termicamente). viii) Curvas de polarização para amostras fabricadas a partir de spray de MoS₂ (sD-MoS₂ – amostra totalmente tratada termicamente e sC-MoS₂ – amostra controle com MoS₂ não tratado). ix) Padrão de MoS₂ “escrito” com spray sobre papel pirolisado.

Além do material multicamada mostrado anteriormente, monocamadas de dissulfeto de molibdênio (MoS_2) têm mostrado enorme potencial para serem utilizadas na produção de hidrogênio (H_2) via rota eletroquímica. No entanto, as rotas de síntese visando o preparo de monocamadas com alta razão de aspecto ainda são muito laboriosas e com baixo rendimento. Publicamos uma rota eletroquímica para o preparo de monocamadas de MoS_2 com altíssima razão de aspecto empregando rotas eletroquímicas. O artigo foi publicado no periódico *Nanoscale da Royal Society of Chemistry*¹²¹ em uma edição especial dedicada ao trabalho de pesquisadores jovens na área de nanotecnologia. O trabalho demonstrou pela primeira vez a obtenção de monocamadas suspensas empregando rotas eletroquímicas. Os avanços obtidos até o momento irão possibilitar dois aspectos importantes: (i) fabricar dispositivos eletroquímicos para investigar a reação de evolução de hidrogênio no plano basal, região de maior área do nanomaterial; (ii) compreender os tipos de defeitos formados empregando a técnica de microscopia eletrônica de transmissão. Além da publicação a rota de preparo das monocamadas foi patenteada. A Figura 321 abaixo ilustra os principais avanços obtidos.

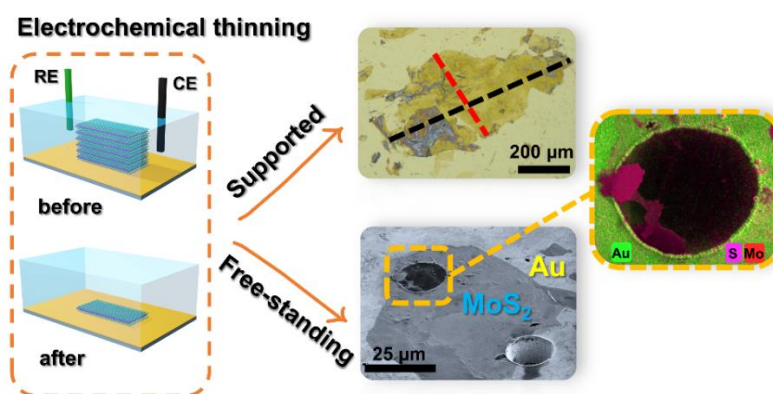


Figura 321. Esquema do desbaste eletroquímico de MoS_2 sobre eletrodos de ouro que possibilita o preparo de monocamadas suportadas e suspensas com alta razão de aspecto

A rota publicada acima possibilitou o avanço no entendimento da composição química e da atividade eletroquímica do plano basal para a reação de evolução de hidrogênio. Dessa forma, buscando avaliar os processos de engenharia de defeitos e de evolução de hidrogênio em monocamadas, foram fabricados eletrodos assim como demonstrado na Figura 322. O processo passa por quatro etapas principais: (a) transferência dos cristais multicamada, (b) desbaste eletroquímico, (c) inserção de defeitos usando íons Ga^+ e (d) preparo dos microeletrodos. Arranjos microfabricados com diferentes doses de exposição aos íons Ga^+ foram avaliados para a REH, onde o melhor eletrodo apresentou um sobrepotencial de $-0,32$ V vs. RHE. Os arranjos de defeitos foram caracterizados por microscopia ótica, espectroscopia Raman e por microscopia eletrônica de transmissão. Nossos resultados indicam que é possível controlar a propagação de defeitos no plano basal por meio da variação da dose aplicada para conduzir o desbaste das monocamadas. Os tipos de defeitos inicialmente identificados por Raman foram confirmados posteriormente por microscopia de transmissão como sendo regiões amorfas no

¹²¹ *Nanoscale*, 2022, 14, 6811-6821. <https://doi.org/10.1039/D2NR00491G>.

MoS₂. Para essa finalidade, foram preparadas monocamadas suspensas com altíssima razão de aspecto.

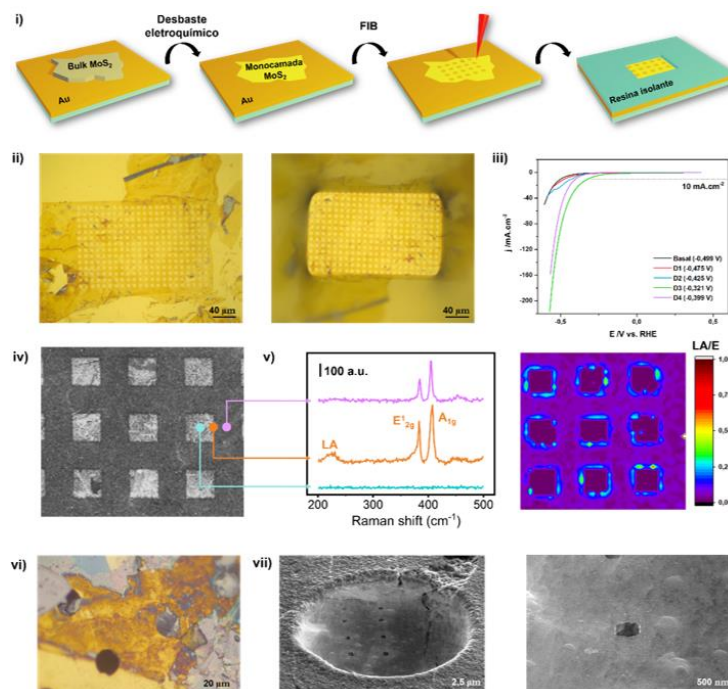


Figura 322. i) Figura esquemática do processo de fabricação do eletrodo. ii) Imagens de microscopia óptica da monocamada de MoS₂ após microfabricação com FIB e após aplicação da resina isolante. iii) Curvas de evolução de hidrogênio (REH) em H₂SO₄ 0,5M. iv) Imagem de microscopia eletrônica de varredura (MEV) de um arranjo microfabricado com FIB. v) Espectro e Mapa Raman para uma amostra em que foi aplicada uma dose de íons Ga⁺. iv) Imagem de microscopia óptica de um flake de MoS₂ suspenso. vii) Imagens de MEV de um flake de MoS₂ suspenso após microfabricação com FIB.

O processo de geração de defeitos empregando rotas que possibilitam o preparo de eletrodos em larga escala está sendo investigado. O tratamento de monocamadas de MoS₂ usando plasma de oxigênio possibilita a redução da espessura do material bem como a oxidação e remoção de enxofre. Esses defeitos criados propiciam um ajuste da atividade eletrocatalítica do material para a evolução de hidrogênio. Já verificamos por espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios-X que a razão Mo/S é alterada, indicando a formação de defeitos nas monocamadas. Além disso, a formação de Mo⁶⁺ indica uma oxidação parcial do material. A Figura 323 mostra uma monocamada suspensa que foi caracterizada por HR-TEM antes e após a exposição ao plasma de oxigênio (O₂). É possível notar a perda da periodicidade dos átomos na imagem após o tratamento com plasma, indicando a formação de defeitos no material.

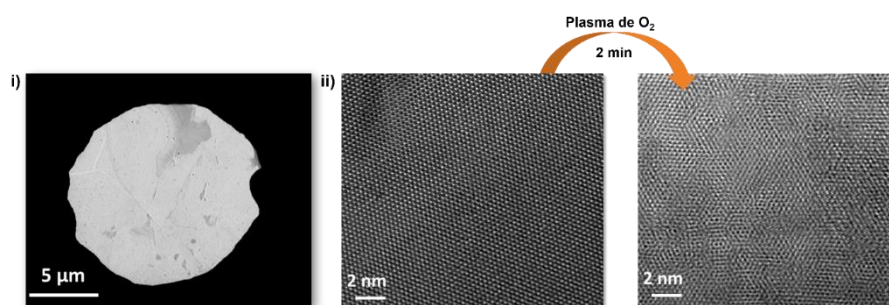


Figura 323. i) Imagem de microscopia eletrônica de varredura em modo transmissão de uma monocamada suspensa. ii) Imagens de microscopia eletrônica de transmissão antes e após o plasma de oxigênio.

Em resumo, o desenvolvimento do programa de hidrogênio verde do CNPEM tem atuado no desenvolvimento da cadeia completa partindo da seleção dos materiais, preparação de ânodos e cátodos aplicando metodologias já utilizadas na indústria para facilitar a transferência de tecnologia, passando pela construção de dispositivo e/ou protótipos de fotoeletrolisadores e em fase inicial estudos de reciclabilidade, viabilidade econômica e toxicidade tanto dos materiais quanto dos dispositivos após uso.

Programa de P&D em Materiais Renováveis

Subprograma Funcionalização de Biopolímeros

Estudo da recalcitrância da biomassa

O estudo sobre a interação entre celulose e lignina, avaliado por microscopia de força atômica (AFM) e dinâmica molecular, foi publicado este ano na *Nanoscale*¹²² e escolhido para ser capa da revista, Figura 324. O uso de *machine learning* para o tratamento estatístico das milhares de curvas de força versus distância permitiu obter evidência experimental sobre a energia de interação entre os biopolímeros em função das faces cristalinas da celulose. A metodologia desenvolvida, além de abrir um novo caminho para o estudo da recalcitrância da biomassa, demonstra como algoritmos de *machine learning* podem explorados no tratamento de dados de AFM.

¹²² *Nanoscale*, 2022, Advance Article. <https://doi.org/10.1039/D2NR05541D>

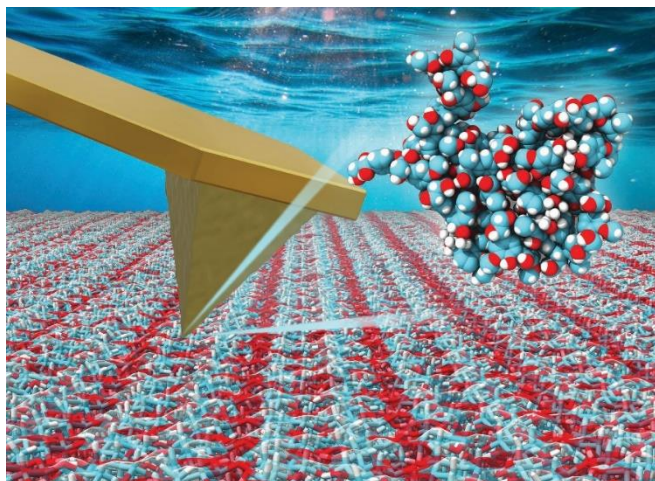


Figura 324. Ilustração da indentação de uma ponta de AFM recoberta por lignina em uma das faces cristalinas da celulose

Funcionalização de nanofibras de celulose para produção de materiais estáveis em água

A baixa estabilidade mecânica em água de materiais produzidos a partir de nanofibras de celulose (CNFs) é um dos principais desafios a serem vencidos para a substituição de derivados de petróleo por esse biopolímero. No LNNano, uma das abordagens utilizada para aumentar a resiliência em água das CNFs consiste na complexação eletrostática das nanofibras com biopolímeros contendo cargas opostas.

Durante o ano 2022, nanofibras com diferentes características químicas e morfológicas foram produzidas a fim de se obter materiais (espumas, adesivos e filamentos) com melhores propriedades mecânicas em água. Um exemplo são nanofibras catiônicas com elevado grau de substituição produzidas a partir de diferentes ciclos de microfluidização, como ilustrado na Figura 325.

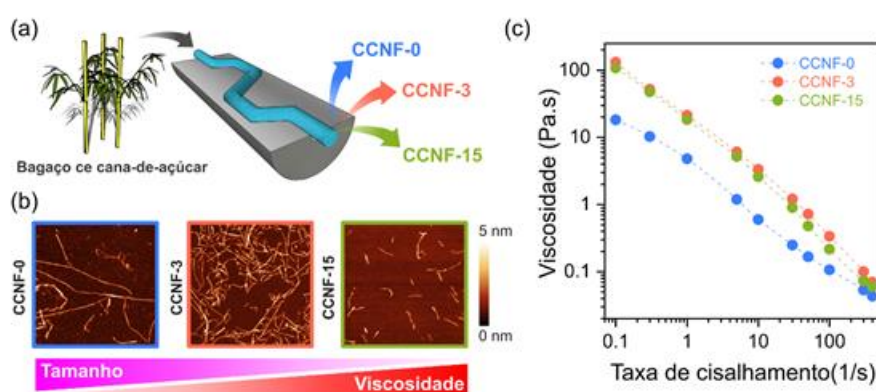


Figura 325. (a) Esquema ilustrativo para a geração das três CNFs catiônicas com diferentes graus de microfluidização; (b) imagens de topografia obtidas por microscopia de força atômica (AFM). (c) Curvas de viscosidade (Pa.s) de dispersões de nanofibras em função da taxa de cisalhamento (s^{-1}).

O controle da complexação eletrostática entre CNFs (oxidadas e catiônicas) com alto grau de substituição gerou espumas porosas (porosidade > 90%) com valores de módulo elástico superiores aos obtidos para espumas preparadas a partir de CNFs não complexadas (Figura 326).

Em relação à estabilidade em água, esses materiais não colapsam ou perdem a estrutura, mesmo após agitação vigorosa, diferentemente de espumas produzidas com CNFs não funcionalizadas, catiônicas ou aniônicas. Análises de condutividade térmica e biodegradabilidade desses materiais estão em andamento.

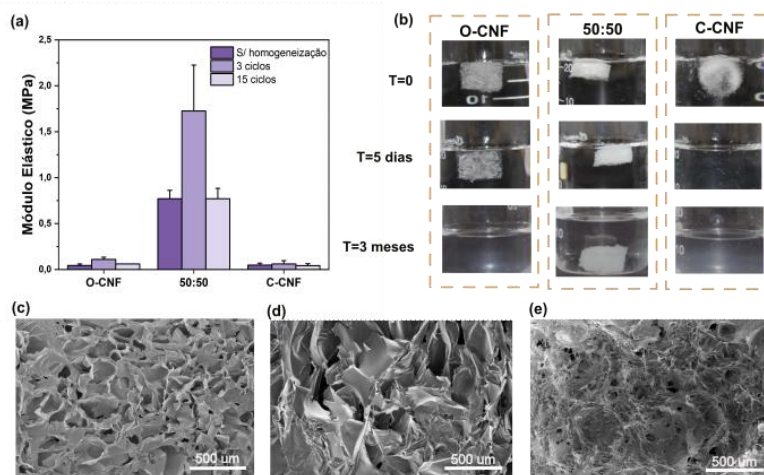


Figura 326. a) Módulo elástico e b) ensaio de estabilidade em água das espumas de CNF oxidada, catiônica e complexos. Imagens de SEM das espumas de c) O-CNF d) C-CNF e e) 50:50 O-CNF/C-CNF.

Na mesma linha de complexação eletrostática, filamentos com elevado módulo elástico (ca 15 GPa) foram preparados a partir de nanofibras de celulose catiônica e alginato. A resistência mecânica e a estabilidade em água de tais materiais dependem do balanço de cargas entre os biopolímeros e do tamanho das nanofibras. Filamentos altamente alinhados e com alta estabilidade em água foram obtidos com nanofibras catiônicas com menor comprimento, como ilustrado na Figura 327 (c e e). Ferramentas de *machine learning* estão sendo utilizadas para otimização das propriedades desses filamentos.

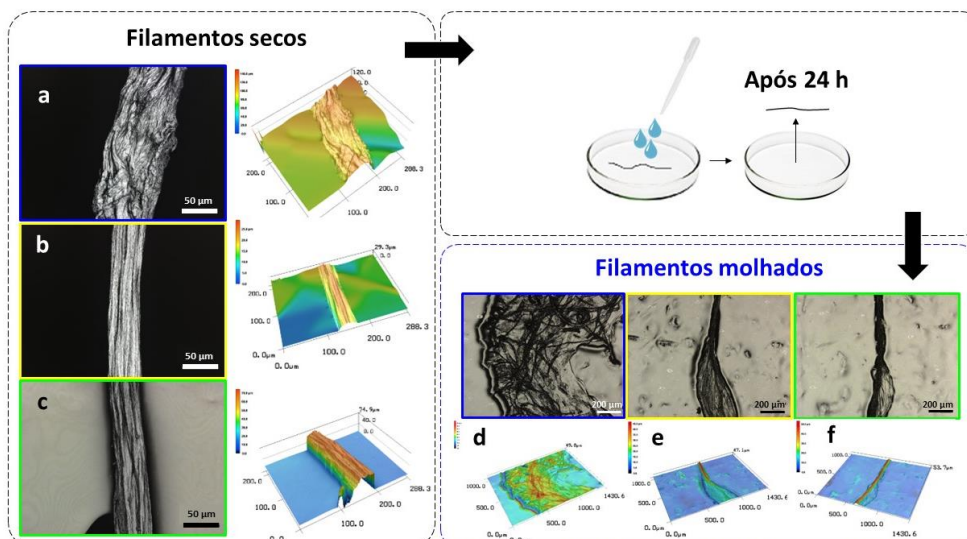


Figura 327. Esquerda: Imagens de microscopia confocal de filamentos preparados com nanofibras catiônicas com diferentes comprimentos ($a > b > c$). Direita: Teste qualitativo de estabilidade em água de tais materiais.

Em junho de 2022, o trabalho de uma estagiária do LNNano foi vencedor do prêmio CRQ-IV na categoria Química de Nível Superior. A estudante, que hoje é funcionária do CNPEM, investigou como as interações eletrostáticas entre biopolímeros e substratos (papel, plástico, alumínio) podem ser ajustadas para o desenvolvimento de adesivos renováveis e estáveis na presença de água. Esse mesmo sistema foi utilizado para o preparo de um recobrimento para substratos celulósicos e demonstrou excelentes propriedades de barreira à óleo e vapor de água, sendo competitivo com recobrimentos para embalagens preparados a partir de polímeros derivados de petróleo. Uma patente já está em fase de depósito no INPI¹²³ e esse estudo recebeu prêmio de melhor poster no congresso Autoorg 2022 pela *Journal of Colloid and Interface Science*.

Além das tecnologias referentes a materiais estáveis em água, em 2022, uma patente sobre as propriedades dispersantes de nanofibras de celulose também foi depositada¹²⁴. Esse trabalho foi aceito para publicação na *Carbohydrate Polymers*¹²⁵.

Funcionalização de nanocelulose para a incorporação em diversos tipos de biopolímeros

¹²³ Bernardes, Juliana S.; da Silva, Daiane B.; Gouveia, Rubia F.; do Nascimento, Diego M.; Claro, Pedro I. C. ADESIVO A BASE DE LÁTEX, NANOCELULOSE CATIONIZADA E LIGNINA NÃO-FUNCIONALIZADA, PROCESSO DE PRODUÇÃO DO MESMO E SEUS USOS. Patente: Privilégio de Inovação. Número do registro: BR 13 2022 011419 5, Instituição de registro: INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial. Depósito: 10/06/2022.

¹²⁴ Bernardes, Juliana S.; LOH, W. ; BERNARDES, J. S. ; SILVA, C. P. E. COMPOSIÇÃO À BASE DE ÓXIDOS E CELULOSE NANOFIBRILADA, PROCESSO DE PRODUÇÃO E USOS DA MESMA. Patente: Privilégio de Inovação. Número do registro: BR10202201564, Instituição de registro: INPI - Instituto Nacional da Propriedade Industrial. Depósito: 08/08/2022.

¹²⁵ Carbohydrate Polymers. Volume 302, 15 February 2023, 120354. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2022.120354>

Diversas pesquisas têm apontado o emprego da nanocelulose como uma estratégia eficaz para incrementar as propriedades físico-químicas de biopolímeros, e assim equiparar as propriedades físico-químicas desses biopolímeros a dos polímeros convencionais derivados do petróleo. Contudo, quando se trata de polímeros hidrofóbicos biodegradáveis, incorporar nanoestruturas de celulose ainda é um desafio a ser vencido. Isso ocorre devido à hidrofilicidade inerente da nanocelulose proporcionada pelos grupos hidroxilas em sua estrutura, que resulta em uma baixa compatibilidade com matrizes poliméricas mais hidrofóbicas. Para contornar esse desafio, estratégias de funcionalização de nanoestruturas de celulose são empregadas de forma a minimizar esses efeitos, melhorando a dispersão e compatibilidade da nanocelulose com a matriz polimérica e, dessa forma, produzindo nanocompósitos com propriedades mecânicas, térmicas e de barreira equivalentes ou superiores às dos polímeros convencionais.

Neste contexto, as superfícies de nanocristais de celulose (CNCs) foram modificadas por duas rotas: acetilação e incorporação de látex de borracha natural (LBN); a fim de se obter CNCs compatíveis com matrizes poliméricas hidrofóbicas e biodegradáveis. A acetilação produziu CNCs mais dispersos (Figura 328a), hidrofóbicos (Figura 328b) e estáveis termicamente (Figura 328c). Como prova de conceito, os CNCs acetilados foram incorporados em matrizes de poli(butileno adipato-co-tereftalato) (PBAT) pelo método de solução e secagem seguido de sua prensagem a quente¹²⁶. Tal processo garantiu o ganho de propriedades mecânicas da matriz de PBAT, baseado no efeito dos CNCs acetilados como ponto de nucleação de pequenos esferulitos poliméricos, atuando juntamente com os CNCs como reforço da matriz polimérica. Esse efeito foi garantido pela compatibilização, distribuição e dispersão dos CNCs acetilados na matriz de PBAT.

¹²⁶ Francisco, A. B. F. D. P.; Lorevice, M. V.; Claro, P. I. C.; Gouveia, R. F. Comprehensive Study of Cellulose Nanocrystals Acetylation Effects on Poly (Butylene Adipate-Co-Terephthalate) Nanocomposite Films Obtained by Solvent Casting and Heat Pressing. *Ind. Crops Prod.* 2022, 177, 114459. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2021.114459>.

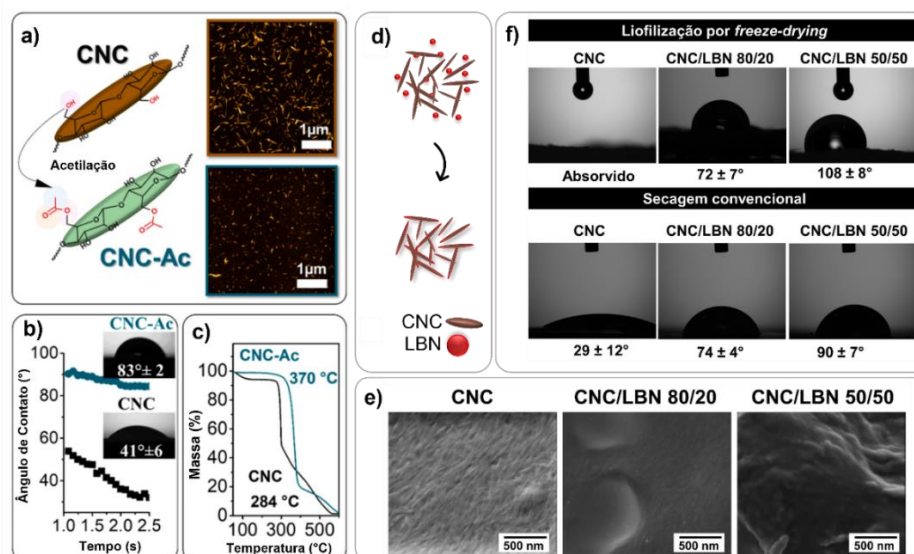


Figura 328. (a) Esquema da reação de acetilação dos nanocristais de celulose (CNC-Ac) e imagens de microscopia de força atômica (AFM) dos CNCs dispersos em água (antes da acetilação - laranja) e dos CNCs dispersos em tetraidrofurano (após a acetilação – azul claro). (b) Dados de molhabilidade por ângulo de contato de uma gota d'água depositada sobre a superfície de pó compactado de CNC e de CNC-Ac. (c) Curvas de análise termogravimétrica (TGA) de CNC e CNC-Ac. (d) Esquema de hidrofobização de CNC por adição de látex de borracha natural (LBN). (e) Comparação da molhabilidade de CNC hidrofobizados obtidos por liofilização e por secagem convencional para diferentes proporções de CNC/LBN. (f) micrografias de CNC e CNC/LBN indicando o processo de recobrimento dos CNC pelas partículas de LBN no processo de liofilização.

Entretanto, esse método apesar de ser eficaz na obtenção de CNCs funcionalizados para o reforço de matrizes poliméricas hidrofóbicas, ainda demanda a utilização de solventes orgânicos e ácidos. Diante disso, uma nova estratégia de funcionalização foi desenvolvida a partir de um método simples de mistura dos CNCs com LBN em suspensão aquosa, seguido do seu congelamento e secagem por liofilização (Figura 328d). Tal metodologia proposta não utiliza qualquer tipo de reagente químico ou solvente além da água, se caracterizando dessa forma como um método totalmente verde, o qual ajusta de forma simples o grau de hidrofobização das nanoestruturas de celulose para posterior aplicação adequada em matrizes poliméricas com diferentes graus de hidrofobicidade. A morfologia e a hidrofobicidade desses CNC/LBN foram avaliadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e de ângulo de contato, como demonstrado nas Figura 328e-f. O método de secagem da suspensão por liofilização se mostrou mais eficiente em produzir CNC/LBN com alta hidrofobicidade indicando que a liofilização permite um maior recobrimento das CNCs pelo LBN. Isso foi comprovado pelas imagens de MEV, onde é possível verificar uma superfície mais uniforme (Figura 328f) em comparação ao CNC puro, e que o aumento na quantidade de LBN, incrementa tanto a hidrofobicidade quando modifica a superfície dos CNCs, evidenciando a presença das nanopartículas de látex. Vale ressaltar, que essa metodologia de funcionalização proposta está protegida com um pedido de patenteamento junto ao Instituto Nacional da Propriedade Industrial (INPI)¹²⁷.

¹²⁷ Gouveia, R. F.; Claro, P. I. C. Nanomateriais, Compósitos, Seus Usos e Seus Processos de Produção. INPI BR 10 2022 006457 1, 2022.

Programa de P&D em Agroambiental

Subprograma Remediação Ambiental

Preparação, caracterização e funcionalização de materiais nanoestruturados para remediação ambiental

Nanotubos de carbono são considerados excelentes candidatos para aplicações em remediação ambiental. Nesse sentido, demonstramos pela primeira vez a funcionalização de nanotubos de carbono de paredes múltiplas oxidadas com plasma bovino através da formação da corona proteica (BP@MWCNT) para remoção de cobre da água associada à mitigação da ecotoxicidade. A microscopia eletrônica de transmissão em modo criogênico (Crio-TEM) mostrou que a espessura da coroa é uma função do diâmetro do nanotubo. A funcionalização dos nanotubos aumentou a estabilidade da dispersão (ca. 90%) e a remoção do cobre da água (ca. 400%) quando comparado aos nanotubos oxidados. É importante ressaltar que BP@MWCNT não apresentou toxicidade aguda (48 h) para *Daphnia similis* até 100 mg L⁻¹ e mitigou a toxicidade do cobre (ca. 100%) para este organismo modelo aquático em ensaios de co-exposição. Nossos resultados demonstram a importância das dimensões ambientais das coroas biomoleculares na mediação das nanobiointerações e ecotoxicidade de nanotubos de carbono. Além disso, considerando a avaliação do ciclo de vida, o material revestido por corona foi facilmente removido da água com tratamento com sulfato de alumínio. A funcionalização da superfície de nanotubos de carbono com plasma bovino é, portanto, uma nova estratégia para remediação de poluentes da água; conectando resíduos agrícolas e funcionalização de nanomateriais para abordagens ecologicamente corretas e de resíduos para riqueza em nanotecnologia agroambiental (Figura 329).

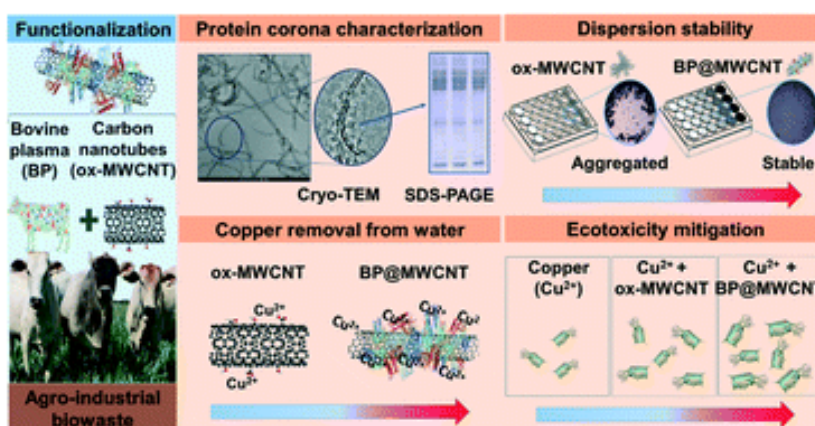


Figura 329. Esquema da funcionalização de nanotubos de carbono com proteínas do plasma bovino para remediação de cobre e mitigação da ecotoxicidade¹²⁸.

¹²⁸ Environ. Sci.: Nano, 2022,9, 2887-2905. <https://doi.org/10.1039/D2EN00145D>

Síntese e caracterização de materiais orgânico-inorgânicos para agroambiental

Neste ano, dentro do Sub-programa de Remediação Ambiental iniciou-se a consolidação de uma área de pesquisa dedicada ao desenvolvimento de materiais orgânico-inorgânicos para aplicações agrícolas e ambientais. Neste primeiro momento, os alvos das pesquisas estão focados no desenvolvimento de membranas de materiais híbridos e nanocompósitos para a remediação de poluentes, e na expansão do conhecimento consolidado no LNNano a respeito de biochar (biocarbonos) para a remediação ambiental. O cerne deste projeto está nas correlações Síntese-Propriedades-Aplicação, e buscando o emprego destes materiais de forma ampla na remediação ambiental. O projeto busca extrair o máximo a respeito do entendimento das interfaces Solo-Materiais-Água em multiescala e potencial exploração de ferramentas digitais, bem como conectar-se as questões de ecotoxicidade (Figura 330).



Figura 330. Estratégia de pesquisa para o desenvolvimento de materiais orgânico-inorgânicos para aplicações agrícolas e ambientais

Na área de membranas para a remediação de poluentes estão sendo explorados inicialmente dois tipos distintos de sistemas: i) Membranas poliméricas (hPAN) nanocompósitas com óxido de grafeno ou nanopartículas de prata, ou blendas com biomoléculas (lignina e proteínas); ii) Membranas porosas híbridas baseadas em papel filtro pirolisado pós-funcionalizado com biomoléculas ou nanomateriais. Foram realizados os primeiros estudos que visaram estabelecer protocolos de preparo das membranas que servissem de ponto de partida para os processos de modificação subsequentes, bem como a padronização de ensaios de remediação de corantes como sonda de performance das membranas na remediação de contaminantes.

Já o biochar tem sido estudado devido ao seu crescente potencial agrícola e ambiental, especialmente com relação ao uso em solo e água. Quando aplicado em solo, ele auxilia na retenção e liberação controlada de água e nutrientes, promove um ambiente adequado para o desenvolvimento da microbiota, leva a melhoria de produtividade das culturas agrícolas, mitigação da emissão de gases do efeito estufa e promove a captura de carbono no solo. Por outro lado, as suas propriedades de elevadas porosidade e área superficial específica, e rica química de superfície são exploradas para a remoção de poluentes diversos da água. Dado este

alto potencial tecnológico do biochar foram iniciados estudos a respeito das alterações das suas propriedades físico-químicas devido a processos de envelhecimento.

Estes projetos conectam-se ao Sub-programa de Ecotoxicidade uma vez que almeja-se estudar os impactos dos mesmos especialmente ao meio ambiente. No caso das membranas a pesquisa é colocada na perspectiva do ciclo de vida e descarte destes materiais com a formação de micro e nanoplásticos e sua co-exposição com poluentes tradicionais. No caso do biochar os estudos estão colocados nas perspectivas de ciclo de vida e compreensão dos efeitos de longo prazo destes materiais em matrizes ambientais e também sua co-exposição com poluentes.

Materiais Porosos a base de celulose e látex para remediação ambiental

A preocupação com o crescente aumento na contaminação de sistemas aquáticos por produtos químicos orgânicos e inorgânico (metais pesados, corantes, etc.) tem estimulado a busca por estratégias de remediação que sejam eficientes no processo de contaminação e que ainda estejam alinhados com os objetivos sustentáveis. Dentre os materiais absorventes (espumas, esponjas e aerogéis) existentes para a captura desses contaminantes, os baseados em nanofibrilas de celulose (CNFs) têm se destacado pela versatilidade desta estrutura fibrilar em ser processada para formar estruturas porosas em escala micro ou nanométricas. Além do mais, as CNFs agregam propriedades renováveis e biodegradáveis ao produto final, substituindo aditivos à base de derivados de petróleo. Alinhado à essa necessidade, o CNPEM tem desenvolvido tecnologias nessa temática, utilizando como fonte renovável a nanocelulose extraída do bagaço de cana-de-açúcar, cujas tecnologias já produziram dois recentes pedidos de patenteamento junto ao Instituto Nacional da Propriedade Industrial (INPI)^{129,130}.

Apesar da pluralidade de aplicações de materiais porosos baseados em nanocelulose, o controle do caráter hidrofílico e resiliência estrutural em meio aquoso desses materiais ainda são alguns dos fatores que demandam melhorias no intuito de aumentar a aplicabilidade da nanocelulose como absorventes avançados. Para isto, materiais porosos (aerogéis) foram produzidos a partir da combinação de CNFs oxidadas e látex de borracha natural (LBN). Essas estruturas altamente porosas (Figura 331a) com micro e nano poros interconectados, conferem ao material uma alta área superficial, alcançando valores próximos à 250 m².g⁻¹. A morfologia dos poros com partículas de LBN recobrindo-os (Figura 331b) conferiu hidrofobicidade aos aerogéis e resiliência estrutural em meios aquosos. Os grupos carboxilatos (COOH) na superfície das CNF oxidada promoveu a adsorção de metais pesados, sendo capazes de adsorver cerca de 40 mg.g⁻¹ de íons Cu (II) em solução (Figura 331c). Essa adsorção, cujos modelos de Langmuir e Freundlich descreveram muito bem os mecanismos desse fenômeno, foi acompanhada e correlacionada com microtomografia de raio-X (Figura 331d-e) antes e após o ensaio. Tais resultados indicaram

¹²⁹ Gouveia, R. F.; Mendonça, E. O.; Lorevice, M. V. . Espumas verdes porosas para separação de compostos hidrofóbicos, produção e seus usos. INPI BR102019022589-0, 2019.

¹³⁰ Gouveia, R.F.; Lorevice, M.V. Espumas porosas para retenção de compostos orgânicos e inorgânicos, processo de produção da mesma e seus uso. INPI BR102022021603-7, 2022.

a homogeneidade de adsorção de Cu (II) em toda a superfície dos poros e que a adição do LBN não diminui ou dificultou a adsorção de metais (Figura 331f).

Embora os aerogéis de CNF/LBN apresentem excelente capacidade de sequestro de metais pesados em meio aquosos, sua efetividade de remediação em cenários mais realísticos ainda é pouco abordada. Assim, um ensaio ecotoxicidade foi adaptado de trabalhos já realizados pelo grupo de Nanotoxicologia e Nanobiotecnologia (LNNano). O ensaio consistiu na exposição de um bioindicador *Daphnia similis* Figura 331(g-j) à sistemas previamente remediados por aerogéis de CNF/LBN. O protocolo foi dividido em etapas de determinação do valor do LC50 para *D. similis* (Figura 331g), de remediação de meios contendo íons Cu (II) (Figura 331h) e exposição dos organismos às soluções remediadas (Figura 331i-j). O teste indicou que todos os organismos morreram após exposição às soluções de Cu (II), tanto para 20 quanto para 60 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$. Contudo, para os sistemas tratados com os aerogéis de CNF/LBN nenhuma morte de organismo foi identificada, indicando que esses aerogéis de CNF/LBN diminuíram completamente a toxicidade do Cu (II) em doses superiores à 60 $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$ e que tais materiais não apresentam riscos à vida de organismos aquáticos. Tais resultados demonstram a aplicabilidade desse material celulósico ambientalmente benigno para remediação de águas contaminadas com metais pesados.

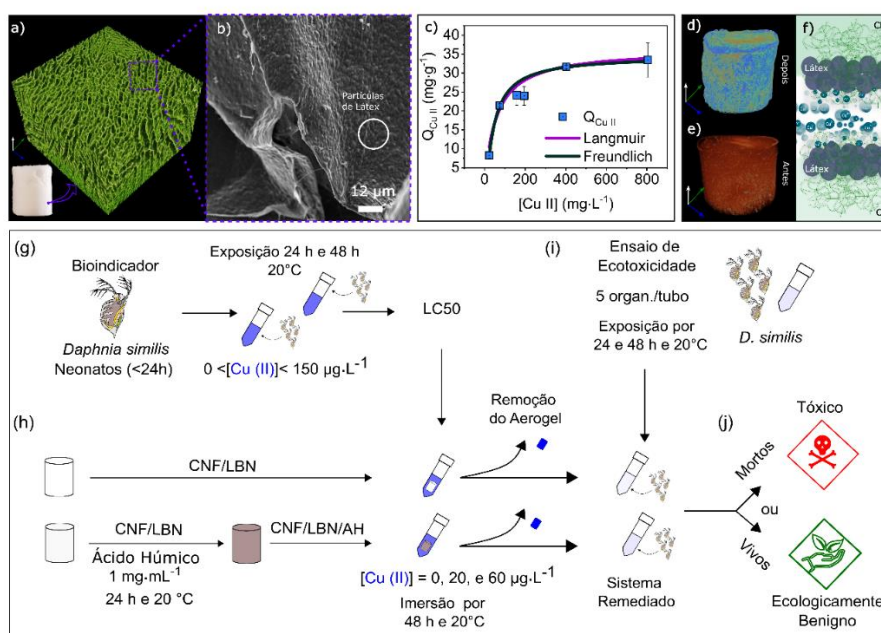


Figura 331. Aerogel baseado em nanocelulose oxidada (CNF) e látex de borracha natural(LBN). (a) Fotografia digital do aerogel (Canto inferior direito) e reconstrução 3D de microtomografia de raio-X. (c) Curva de adsorção do aerogel por íons cobre em solução. Reconstrução 3D de microtomografia de raio-X para o mesmo aerogel antes (d) e após (e) o ensaio de adsorção. (f) Esquema proposto para a estrutura das paredes dos poros dos aerogéis. (g-j) Ensaio de ecotoxicidade de aerogéis de CNF/LBN. (g) Determinação do valor de concentração letal que mata 50% dos organismos vivos (LC50) para *D. similis* quando expostos às soluções de íons Cu (II). (h) Processo de remediação de meios contendo íons Cu (II) para CNF/LBN e CNF/LBN previamente tratado com ácido húmico. (i) Etapa de exposição dos organismos *D. similis* aos sistemas remediados. (j) Propriedade resposta do ensaio de ecotoxicidade: para organismos vivos (ecologicamente benigno) e mortos (tóxico).

Sensores vestíveis baseado em eletrodos metálicos e papel pirolisado para o monitoramento in situ de plantas

Sensores impedimétricos vestíveis em folhas em combinação com o uso de *machine learning* (ML) foram desenvolvidos para o monitoramento *in situ*, em tempo real e a longo prazo da perda de água de plantas de soja. Neste sentido, foram desenvolvidas um conjunto de inovações em sensoriamento e soluções tecnológicas e de processamento de dados objetivando superar esses obstáculos. Eletrodos adequados para produção em massa consistindo em filmes *free-standing* de níquel (Ni) foram inicialmente fabricados utilizando fotolitografia e eletrodeposição. Eles permitiram a determinação reprodutível da perda de água de folhas de soja com sensibilidade ótima de $27,0 \text{ m}\Omega \text{ \%}^{-1}$. Além disso, os eletrodos apresentaram alta adesão na folha e compatibilidade de longo prazo. Suas respostas de impedância permaneceram inalteradas sob a ação do vento em velocidades de até $2,0 \text{ m s}^{-1}$, enquanto experimentos de fluorescência de nanossonda de raios-X (feitos na linha Carnaúba do Sirius) nos permitiram confirmar a compatibilidade dos eletrodos de Ni após 27 dias de sua fixação sobre uma folha através do uso de um adesivo comum. Os íons de micronutrientes foram detectados no interior dos circuitos vasculares (xilema e floema) da folha, mostrando que esses circuitos não se romperam e, logo, indicando que os eletrodos não afetaram a ‘saúde’ da folha de soja. Um artigo com esses resultados foi publicado numa edição especial da *ACS Applied Materials & Interfaces* para jovens pesquisadores (2022)¹³¹. Uma imagem representativa do trabalho segue apresentada na Figura 332. O trabalho foi amplamente divulgado em sites, blogs, TVs e vídeos nas redes sociais, no país e no exterior (links disponíveis no QR code da Figura 332). Ademais, um pedido de patente foi depositado junto ao INPI¹³².

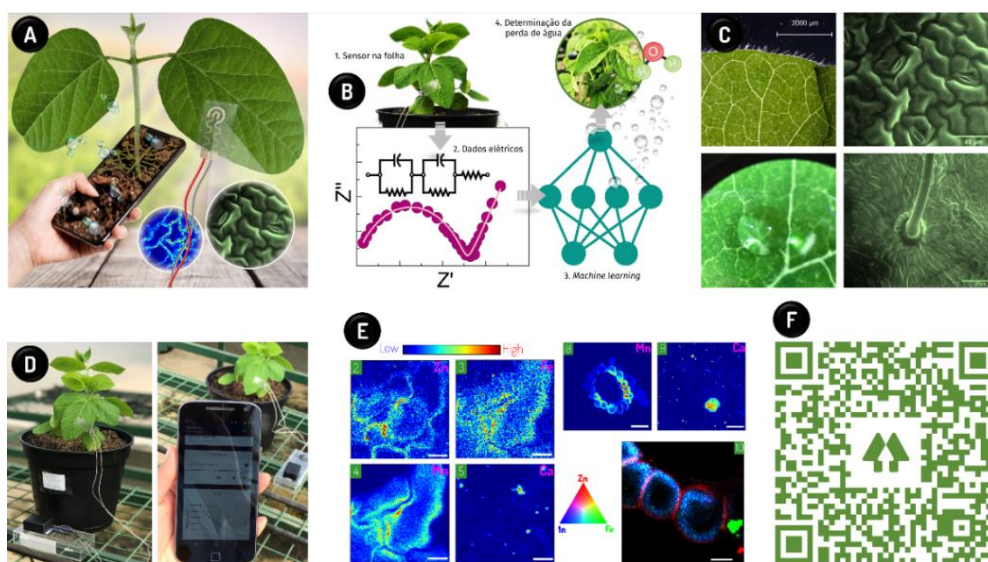


Figura 332. Sensor vestível para o monitoramento de folhas de soja. (a,b) Ilustrações representativas do trabalho. (c) Imagens ópticas e de estereoscopia de folhas de soja, mostrando os seus tricomas, a sua hidrofobicidade e estômatos. (d) Imagens ópticas mostrando a plataforma, que consiste dos eletrodos sobre as folhas, do potenciostato e de um celular. (e) Dados de nanofluorescência obtidos na Linha Carnaúba do Sirius relativos à

¹³¹ ACS Appl. Mater. Interfaces 2022, 14, 20, 22989–23001. DOI: 10.1021/acsami.2c02943.

¹³² Lima, R. S.; Gobbi, A. L.; Barbosa, J. A. Patente: Privilégio de Inovação. Número do registro: BR1020220097283, título: " Sensor Vestível em Folhas para Análise da Água Celular por Espectroscopia de Impedância Eletroquímica e Processo de Produção do Mesmo". Depósito: 18/05/2022.

biocompatibilidade dos eletrodos após 27 dias sobre uma folha. (f) QR code que dá acesso a links com destaques do trabalho como artigo científico e divulgações nas mídias nacional e internacional.

Subprograma Ecotoxicidade

Nanobioeco-interações, toxicidade e nanoinformática

A toxicidade e biodistribuição de óxido de grafeno (GO) e nanotubos de carbono de paredes múltiplas oxidados (MWCNT) foram estudados no modelo *Caenorhabditis elegans* (nematóide). A proteína albumina sérica bovina (BSA) foi utilizada como uma proteína modelo para avaliar a influência da formação da corona proteica nas propriedades físico-químicas dos materiais, estabilidade coloidal e toxicidade. Ensaio biológicos foram realizados para avaliar os efeitos dos materiais revestidos com corona e albumina na sobrevivência, estresse oxidativo, permeabilidade da barreira intestinal, crescimento, reprodução e fertilidade. Alterações críticas na topografia, rugosidade superficial e química de GO e MWCNT foram observadas devido à formação de corona de albumina. Essas modificações foram associadas a alterações na estabilidade coloidal dos materiais e à prevenção de sua agregação e sedimentação no meio de teste de nematóides. Tanto o GO quanto o MWCNT causaram danos à sobrevivência, crescimento, reprodução e fertilidade do nematóide, além de aumentar o estresse oxidativo e a permeabilidade da barreira intestinal. Todavia, o GO foi mais tóxico que o MWCNT para o *C. elegans*, especialmente em ensaios de longo prazo (toxicidade crônica). A corona de albumina mitigou 100% dos efeitos agudos e crônicos do MWCNT. Em contrapartida, os efeitos negativos do GO não foram totalmente mitigados; o GO inibiu 16,2% do crescimento do nematóide, 86,5% da reprodução e 32,0% da fertilidade na maior concentração avaliada (10 mg L⁻¹), enquanto o GO recoberto com corona mitigou 50% e 100% da fertilidade e crescimento, respectivamente. Nossos resultados demonstram que os diferentes padrões de translocação e excreção de materiais em *C. elegans* tiveram relação com o comprometimento das funções fisiológicas de órgãos primários e secundários. Este trabalho contribui para uma melhor compreensão dos impactos da corona proteica na toxicidade do óxido de grafeno e dos nanotubos de carbono; informações essenciais para aplicações biológicas e nanosseguença (Figura 333).

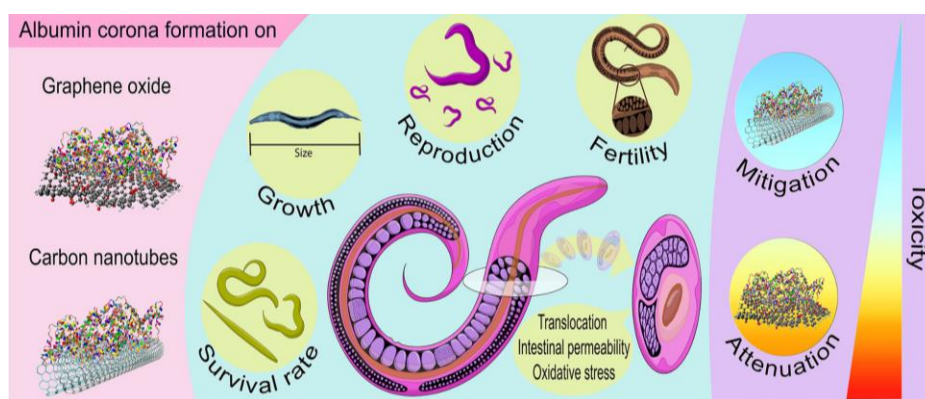


Figura 333. Influência da formação de corona proteica (BSA) na superfície do óxido de grafeno e nanotubos de carbono sobre a toxicidade e biodistribuição no organismo modelo *C. elegans*¹³³.

¹³³ NanoImpact. Volume 27, July 2022, 100413. <https://doi.org/10.1016/j.impact.2022.100413>

Toxicologia de misturas é um desafio em ciências ambientais, somado a isto, os riscos à saúde ambiental de nanopartículas de sílica relatados na literatura são contraditórios e questionam sua segurança para fins de regulamentação. Nesse sentido, investigamos a toxicidade combinada de nanopartículas fluorescentes de sílica (SiNP) com cádmio (Cd^{2+}) no microcrustáceo aquático *Ceriodaphnia dubia*. Comparamos a toxicidade aguda na presença e ausência de matéria orgânica natural (NOM) na concentração de 10 mg L⁻¹. Para entender os impactos biológicos dos SiNPs fluorescentes sobre *C. dubia*, identificamos a biodistribuição e o comportamento alimentar como endpoints. Observamos que o NOM aumentou a estabilidade coloidal das SiNPs em água reconstituída (ca. 22% e 45% de acordo com MADLS e intensidade de fluorescência, respectivamente). De acordo com os valores de imobilidade mediana aguda (24 h-IC50 e 48 h-IC50), não foram observados efeitos significativos com a toxicidade de Cd^{2+} , tanto com NOM (10 mg L⁻¹) quanto com concentrações variadas de SiNPs (0,1, 1,0 e 10 mg L⁻¹). Um padrão semelhante foi observado para SiNPs (1,0 mg L⁻¹) com Cd^{2+} e NOM (10 mg L⁻¹). A microscopia de fluorescência permitiu verificar uma dose-dependência da bioacumulação de SiNPs em *C. dubia*. Apesar da ausência de efeitos interativos observados nos resultados de imobilidade, supõe-se que alterações no comportamento alimentar e o aumento da bioacumulação de SiNP indicam risco para *C. dubia* a partir da exposição combinada a SiNP, Cd^{2+} e NOM. A co-exposição a 10 mg L⁻¹ de SiNP com NOM e Cd^{2+} resultou em uma resposta estimulante de alimentação ao estresse na concentração mais baixa de Cd^{2+} e diminuiu na dose mais alta devido a um comprometimento funcional do trato digestivo. O efeito negativo neste endpoint presume que a toxicidade desta mistura pode afetar processos vitais e causar impactos de longo prazo na sobrevivência de *C. dubia* e, assim, demonstramos que a toxicidade da mistura de nanomateriais pode representar um risco ecológico para a saúde dos organismos aquáticos, e que precisam ser considerados visando cenários mais realísticos de exposição (Figura 334).

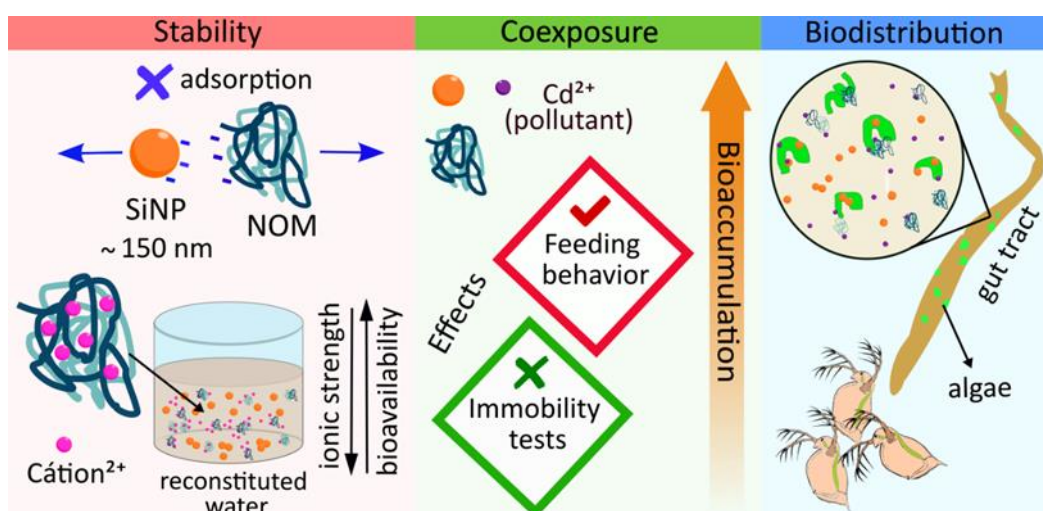


Figura 334. Influência da co-exposição de nanopartículas de sílica fluorescentes com metal pesado (cádmio) sobre a toxicidade aguda do microcrustáceo *Ceriodaphnia dubia* na presença e ausência de matéria orgânica natural e alimentação com algas verdes

Desenvolvimento de metodologias em ecotoxicologia

Avaliações ecotoxicológicas envolvem a análise de múltiplos biomarcadores de exposição em diferentes organismos modelos. Considerando que a distribuição de lipídios em um órgão está diretamente relacionada à indução de processos inflamatórios por contaminantes aquáticos, este estudo se propõe a realizar uma investigação integrativa do comportamento e da distribuição de lipídeos no tecido hepático. Neste estudo, o fígado de *Poecilia reticulata* (peixe), órgão-alvo analisado pelos tratamentos com concentrações de ferro, indicou como resposta o acúmulo de lipídeos. Técnicas de microscopia de luz (LM) e microscopia eletrônica de varredura (SEM-BEC) foram realizadas a fim de propor uma nova forma de avaliar e quantificar a distribuição de gotículas lipídicas, apresentando também alternativas metodológicas que podem ser escolhidas pelo leitor de acordo com os interesses e recursos disponíveis. Assim, supõe-se que o método se inicie com a fixação do fígado com glutaraldeído 2,5% em PBS 0,1 M e continue com a pós-fixação com tetroxido de ósmio 1%, que marca os lipídios. Para esta proposição, foram realizadas duas metodologias de inclusão para análises histológicas em historesina e análises ultraestruturais em EMBeed 812. Para análises de microscopia de luz, foram obtidos cortes com espessura de 2,5 micrômetros, os quais foram corados com (1) hematoxilina de Mayers e (2) azul de toluidina. As imagens obtidas foram processadas no *software* Image J Fiji para evidenciar a distribuição de lipídeos no fígado (Figura 335). Este trabalho foi publicado no periódico *MethodsX* e foi realizado em colaboração com a Universidade Federal de Goiás (UFG) em Goiânia.

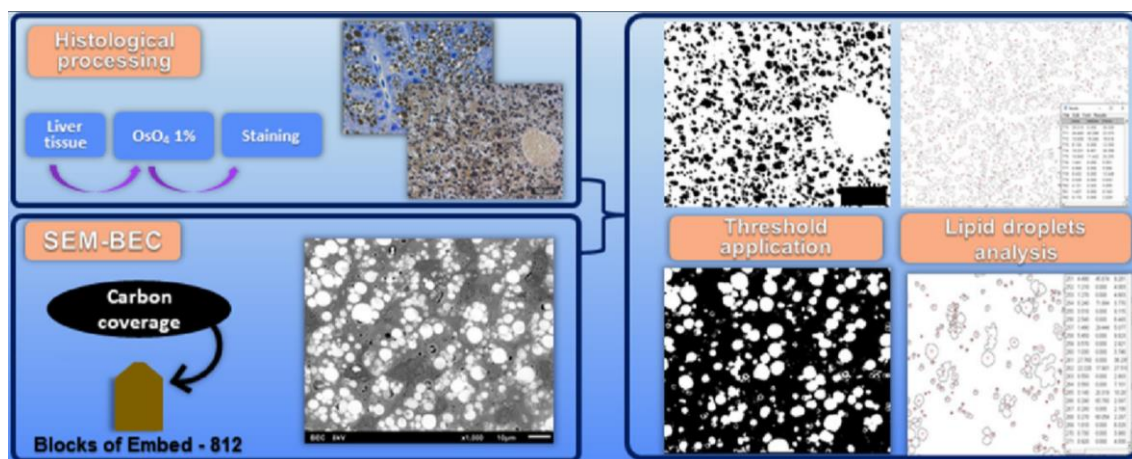


Figura 335. Avaliação da distribuição lipídica em células hepáticas fixadas com ósmio por microscopia de luz e microscopia eletrônica de varredura¹³⁴

Programa de P&D em Tecnologias Quânticas

Subprograma Dispositivos Quânticos

Estudo teórico-computacional da estrutura eletrônica e de transporte de novos materiais quânticos

Transporte eletrônico em estruturas híbridas de MoS₂ e "linkers" moleculares

Neste trabalho foram estudados os efeitos da passivação de *flakes* de MoS₂ por “*linkers*” moleculares orgânicos. Trata-se de um trabalho motivado por resultados experimentais recentes que indicam que algumas moléculas têm efeito de, simultaneamente, passivar defeitos nas bordas dos flakes e melhorar as propriedades de transporte eletrônico¹³⁵. Neste trabalho, foram realizados cálculos de primeiros princípios baseados na teoria do funcional da densidade (DFT) que ajudaram a elucidar os mecanismos microscópicos para os efeitos observados experimentalmente: as moléculas em questão criam um canal de condução logo acima do nível de Fermi (adequado para dopagem tipo-n) e contribuem para reduzir a barreira de tunelamento entre flakes adjacentes. Este trabalho foi publicado em *J. Phys. Chem C*¹³⁶.

Efeito da localização dos estados de vacâncias em dicalcogenetos-MX₂ de metais de transição

Neste projeto, investigou-se a energia de formação de vacâncias em dicalcogenetos de metal de transição. Através de uma abordagem de primeiros princípios, estudou-se os sistemas MX₂ com M=Mo, W, Ni, Pd e Pt e W=S, Se e Te. Foi classificado para todos os sistemas a energia de formação de vacâncias de calcogênios, que são menores que as de metal de transição. No entanto, para os sistemas de Pd e Pt a formação de vacâncias de metais é menor que dos outros sistemas, sendo experimentalmente mais acessíveis. Com o intuito de explicar fenômenos experimentais de defeitos pontuais nestes sistemas, tais como evolução de reação de hidrogênio (*water splitting*), efeitos de transporte eletrônico e fases topológicas, fizemos uma análise quantitativa da localização dos estados de vacância. Esta análise permitiu esclarecer tantos fenômenos eletrônicos quanto magnéticos presente nestes sistemas, bem como indicar os ingredientes necessários para o seu controle¹³⁷.

Fases topológicas em ligas: Pt(Hg,Se)₂

O dicalcogeneto de metal de transição, PtSe₂, é um semicondutor de gap de energia de 1.2 eV. No entanto, um mineral recentemente descoberto no Brasil, que compartilha sua estrutura básica, porém com 25% dos Se substituídos por Hg, a jacutingaita, surgiu como um isolante topológico robusto. Baseado em cálculos de primeiros princípios, investigamos a robustez da transição topológica na liga de PtSe₂ com Hg. Para todas as concentrações estudadas (de 25% a 75%) uma fase topológica se fez presente, tanto para sistemas ordenados quanto desordenados.

¹³⁵ Ippolito et al., “Covalently Interconnected Transition Metal Dichalcogenide Networks via Defect Engineering for High-Performance Electronic Devices”. *Nat. Nanotechnol.* 2021, 16, 592–598.

¹³⁶ R. L. H. Freire et al., “Role of functional thiolated molecules on the enhanced electronic transport of interconnected MoS₂ nanostructures”. *J. Phys. Chem. C* 2022, 126, 12159–12167.

¹³⁷ R. L. H. Freire et al., “Vacancy localization effects on MX₂ transition-metal dichalcogenides: A systematic ab initio study”, *Phys. Rev. Materials* 6, 84002 (2022).

Utilizando uma análise do limite de percolação nestes sistemas, conseguimos encontrar um limite de 15% para a concentração de Hg que garante uma fase topológica.

Cálculo em larga escala - acelerados por ML - para descoberta de materiais topológicos e 2D

Um dos principais objetivos e desafios da descoberta de materiais é encontrar os melhores candidatos para cada propriedade ou aplicação de interesse. O aprendizado de máquina surge nesse contexto para otimizar a busca por novos materiais explorando com eficiência o espaço de materiais possíveis. Os isolantes topológicos apresentam estados de borda metálicos protegidos por simetria e são uma classe de materiais promissora para diferentes aplicações. Empregamos um método de engenharia de 'features' automatizado que produz descritores simples que permitem aplicar intuição física na tarefa de classificação entre isolantes topológicos e triviais. Primeiro fazemos previsões para novas combinações de elementos de protótipos estruturais conhecidos, onde aplicamos um método ML para filtrar materiais 2D com estabilidade termodinâmica média e alta. No total, foram identificados com sucesso 56 materiais topológicos, dos quais 17 são *quantum spin Hall insulators*, e 9 não são relatados na literatura, com 3 apresentando robustez da fase topológica.

Propriedades Eletrônicas dos Semimetais de Weyl Co_2MnX ($X=Si, Ge, Sn$)

Compostos da família de materiais Heusler tem atraído grande atenção. Isto devido à sua robustez estrutural e grande variedade de possíveis propriedades alcançadas controlando a composição da sua estrutura ternária, X_2YZ . Tal diversidade de composição permitiu a realização experimental de fases topológicas nestes sistemas, incluindo isolantes topológicos e semimetais de Weyl. Através de cálculos de primeiros princípios, mostramos que a classe de ferromagnetos Heusler Co_2MnZ ($Z=Si, Ge, Sn$) apresentam características topológicas não triviais de semimetais de Weyl. Foram classificadas a origem destas fases não triviais advindas de uma estrutura de bandas com linhas nodais de degenerescências entrelaçadas em estruturas do tipo Hopf, o que confere uma topologia no espaço recíproco. Tais dispersões de energias devido à interação spin-orbita leva ao surgimento de vários pontos de Weyl. Diferentes dos materiais previamente descritos nesta fase, os aqui estudados apresentam os pontos de Weyl *spin* polarizados dentro do gap dos estados triviais do sistema, o que permite uma melhor observação experimental das propriedades eletrônicas. Este trabalho foi publicado recentemente¹³⁸.

Implementação de novos métodos de crescimento de materiais quânticos e materiais 2D

Síntese por epitaxia por feixe molecular de arseneno

O metaloide arsênio quando se encontra na sua forma tridimensional comporta-se como um material semimetálico. Porém quando reduzido para poucas camadas ou uma única camada atômica, as bandas de valência e de condução se separam e o arseneno passa a ser um semicondutor. Neste regime ele pode exibir propriedades de um isolante spin Hall quântico, no qual a condução elétrica nas bordas do material possui os *spins* alinhados ao momentum dos

¹³⁸ A. Sharan et al., "Electronic Properties of the Weyl Semimetals Co_2MnX ($X=Si, Ge, Sn$)", Phys. Stat. Solidi RRL 16, 2100652 (2022).

portadores de carga¹³⁹. Neste projeto nós exploramos o crescimento de arseneno pela técnica de epitaxia por feixe molecular. Nesta técnica uma fonte de arsênio sólido é aquecida em uma câmara de ultra alto vácuo (1×10^{-10} mbar) gerando um feixe molecular em direção ao substrato monocristalino. A rede cristalina do substrato induz a organização dos átomos de arsênio que formam uma estrutura hexagonal e planar, como pode ser visto na Figura 336. Gerando, deste modo, um novo material para a exploração de fenômenos de transporte.

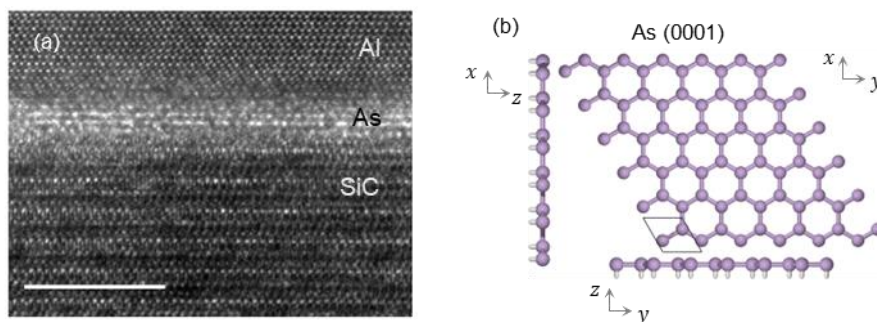


Figura 336. (a) imagem obtida por microscopia eletrônica de transmissão (TEM) da seção transversal de uma amostra na qual é possível ver a organização atômica das monocamadas de arseneno (As) entre o substrato (SiC) e uma camada protetora (Al). (b) representação teórica do arseneno planar hexagonal visto em três perspectivas diferentes. O modelo em (b) é comprovado pela nossa imagem em (a).

Crescimento de Materiais 2D por ALD (Atomic Layer Deposition)

Dentre as possíveis rotas de crescimento de materiais quânticos, o LNNano tem trabalhado para implementar o método de deposição por camada atômica (ALD) de materiais bidimensionais (M2Ds). As principais vantagens do método são o controle de espessura dos filmes produzidos em escala atômica e cobertura conformacional da superfície, importantes para fabricação de dispositivos, por exemplo, transistores de efeito de campo. Nesse sentido, o LNNano tem estudado os possíveis M2Ds que podem ser depositados por ALD utilizando os equipamentos já disponíveis no laboratório (por exemplo, um ALD OpAL Oxford e um ALD Savannah Nanotech Cambridge), os precursores necessários para a reação, e as condições de deposição como temperatura do processo, atmosfera, etc. A Figura 337 e Tabela 1 ilustram as informações levantadas da literatura pela equipe do LNNano dos possíveis materiais e processos a serem conduzidos para a obtenção de M2Ds por ALD.

¹³⁹ C. L. Kane and E. J. Mele. Z2 Topological order and the quantum spin Hall effect. *Physical Review Letters* 95, 146802 (2005); H. Zhang, Y. Ma, and Z. Chen. Quantum spin hall insulators in strain-modified arsenene. *Nanoscale* 7, 19152 (2015); F. Reis, G. Li, L. Dudy, M. Bauernfeind, S. Glass, W. Hanke, R. Thomale, J. Schäfer, R. Claessen. Bismuthene on a SiC substrate: A candidate for a high-temperature quantum spin Hall material. *Science* 357, 287–290 (2017).

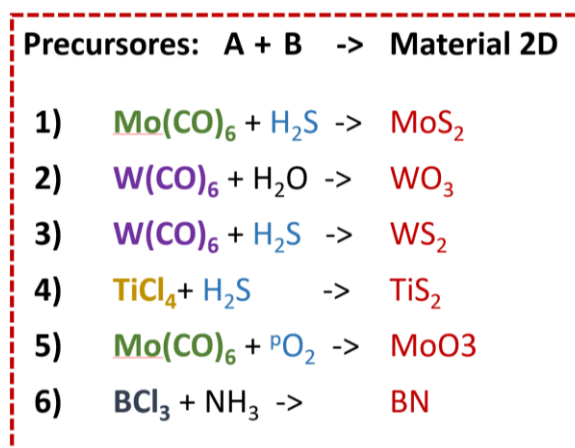


Figura 337. Precusores (A e B) necessários para o crescimento de alguns M2Ds via ALD.

Tabela 11. Condições experimentais para o crescimento de M2Ds ilustrados na Figura 31.

Reação	Temperatura precursor [°C]	Temperatura de Crescimento [°C]	Taxa de Crescimento [Å/C]
1	RT	55–170	~2.5
2	67	150-320	0.2
3	RT	150-240	0.2
4	RT	400-500	0.11-0.27
5	RT	162	-
6	RT	227-630	0.42-1.65

No presente momento, a equipe do LNNano estuda a viabilidade técnica de cada uma das 6 reações selecionadas e sua implementação.

Crescimento de Fase Pt_2ZnSe_3 – Isolante Topológica

A síntese do material topológico Pt_2ZnSe_3 (Jacutingaita) foi estudado por reação do estado sólido utilizando inicialmente os precusores em seus estados elementares como Pt, Se e Zn. Entretanto, nenhuma síntese levou a obtenção do material Jacutingaita na forma pura. A síntese de compostos de Selênio (Se) em elevada temperatura demanda um controle da pressão parcial deste elemento e um design do experimento para evitar perda por evaporação durante a reação e elevada temperatura. Assim, neste primeiro ano de projeto, desenvolvemos duas estratégias para controlar a pressão de vapor do Se. A primeira foi o selamento em ampola de quartzo. A segunda foi o desenvolvimento de um reator selado de aço. Ambos os sistemas de síntese utilizados levam a formação majoritária do composto PtSe_2 e a segregação de compostos de ZnS e subprodutos. Estes resultados indicam que a formação do composto Jacutingaita seja um processo cinético que demanda elevados tempos de reação, possivelmente chegando a meses de tratamento térmico. Neste contexto, foram adquiridos um forno tipo tubo para promover o

tratamento térmico de materiais. Também realizamos o estudo de síntese de nanomateriais de PtSe_2 para ser utilizado como precursor na síntese da Jacutingaíta. Sendo o PtSe_2 e o ZnS formados na etapa inicial da síntese, foi também estudado a síntese da fase Pt_2ZnSe_3 utilizando uma mistura de PtSe_2 , ZnS e Pt para manter a estequiometria (quantidades parciais dos elementos). A síntese ocorreu por 1 semana e ainda assim a fase Pt_2ZnSe_3 não foi obtida de forma pura. Os dados Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) demonstram a formação de materiais lamelares tipicamente de calcogenetos metálicos e que também é esperado para a fase Jacutingaíta. Os resultados de Difração de Raios X (DRX) mostram a presença de picos da fase PtSe_2 em posições que também são similares ao esperado para a fase Pt_2ZnSe_3 , sendo que presença de outros picos também indicam que a obtenção da fase pura de Pt_2ZnSe_3 não foi efetiva. Para o próximo semestre serão abordados novos tempos de reação ente 1 e 2 meses para avaliar a formação da fase Jacutingaíta. Embora a meta de obtenção da fase Pt_2ZnSe_3 não tenha sido alcançada, o projeto permitiu a capacitação de recursos humanos para uma nova rota de síntese em estado sólido, novas infraestruturas foram montadas e os resultados preliminares são promissores para o segundo ano do projeto.

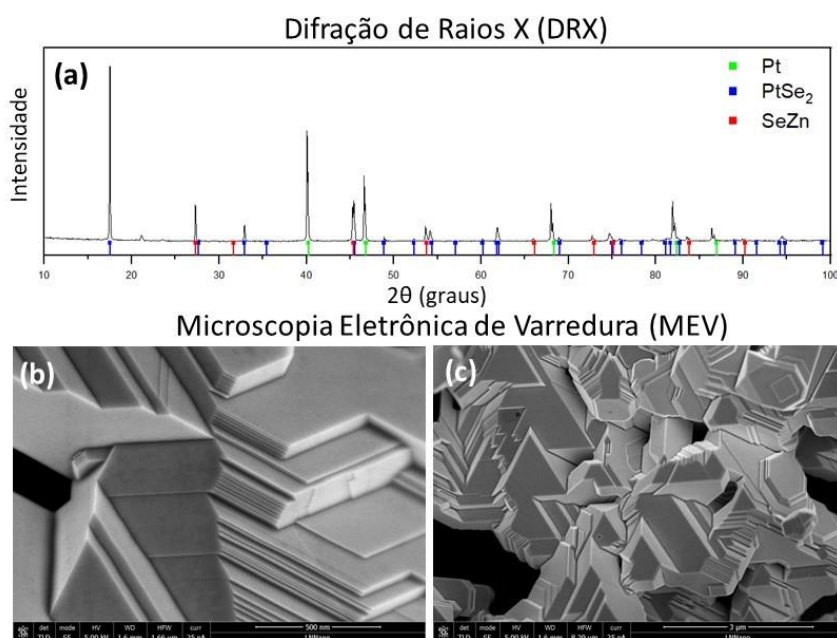


Figura 338. (a) Difratograma de Raios X da amostra e Jacutingaíta sintetizada em ampola de quartzo contendo Pt , Zn e Se e aquecimento a $900\text{ }^\circ\text{C}$ por uma semana. Os resultados indicam a formação majoritária da fase PtSe_2 e subprodutos como ZnSe e Pt . (b e c) Imagens de Microscopia Eletrônica de Varredura (SEM) da amostra em 2 diferentes magnificações demonstrando a formação de estruturas lamelares com elevada cristalinidade.

Medidas de transporte eletrônico em materiais quânticos

Medição de transporte elétrico em arseneno em altos campos magnéticos

Apesar dos cálculos teóricos da estrutura de bandas do arseneno terem mostrado a existência de uma dispersão linear de energia entre as bandas de condução e de valência¹⁴⁰, a

¹⁴⁰ H. Zhang, Y. Mab, and Z. Chen. Quantum spin hall insulators in strain-modified arsenene. *Nanoscale* 7, 19152 (2015).

comprovação experimental dos portadores nos estados de borda ainda é um desafio que começou a ser explorado pelo nosso grupo. Amostras na geometria van der Pauw (Figura 339) foram preparadas para medições de resistência longitudinal e para medição de efeito Hall. A obtenção de um contato ôhmico ainda não foi bem-sucedida e a contribuição do substrato pode estar mascarando o sinal do filme. Porém, esperamos que, após superados os desafios da fabricação dos contatos elétricos, a variação da resistência longitudinal em função do campo magnético aplicado perpendicularmente à superfície da amostra seja quantizada em múltiplos de e^2/h^{141} . Esse comportamento seria uma forte evidência da presença dos estados topológicos.

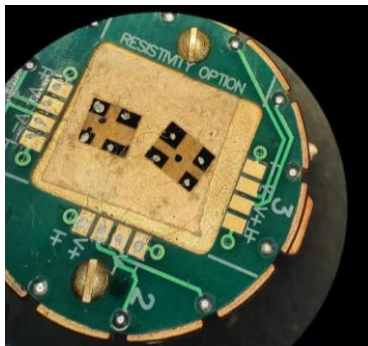


Figura 339. Duas amostras de multicamadas de arsênio com os contatos elétricos na geometria van der Pauw, soldadas no porta-amostras do sistema PPMS. Os fios de ouro foram soldados com tinta prata sobre eletrodos de ouro depositados sobre amostra.

Micro e nanofabricação de dispositivos baseados em materiais quânticos

Transistores de efeito de campo baseados em heteroestruturas 2D para aplicação em nanoeletrônica

Realizamos a obtenção de diferentes materiais 2D esfoliados (Figura 340a-b), empilhamento de dois ou mais materiais 2D nas chamadas heteroestruturas de van der Waals 2D (Figura 340c), bem como a fabricação de transistores de efeito de campo (Figura 340d) e capacitores (Figura 340e) por meio de técnicas de micro e nanofabricação (litografias, plasma de O₂, metalização e *lift-off*). A confirmação do número de camadas de grafeno foi feita por meio de espectroscopia Raman (Figura 340f). Além disso, realizamos a caracterização elétrica em temperatura ambiente dos transistores de grafeno fabricados diretamente sobre o substrato de SiO₂/Si (Figura 340g), bem como transferidos sobre hBN/SiO₂ (Figura 340h). Em uma análise comparativa entre os transistores, observamos uma redução na dopagem intrínseca dos dispositivos de grafeno fabricados sobre o substrato de hBN. Isso pode ser identificado pela posição do ponto de neutralidade de carga PNC (ponto de maior resistência). Quanto mais próximo de zero volt (tensão de porta (V_g)) o PNC se encontra, menor a dopagem residual. Nesse caso, para o dispositivo de grafeno sobre o SiO₂/Si (hBN/SiO₂/Si) localizamos o PNC ~17,5V (~9V), corroborando o fato de que hBN como substrato diminui a dopagem intrínseca do grafeno. Além disso, pela análise da inclinação da curva (dI/dV), estimamos um aumento na mobilidade

¹⁴¹ Markus König, Steffen Wiedmann, Christoph Brüne, et al. Quantum Spin Hall Insulator State in HgTe Quantum Wells. Science 318 (2017).

eletrônica do grafeno causada pela presença do hBN de aproximadamente 1 ordem de magnitude.

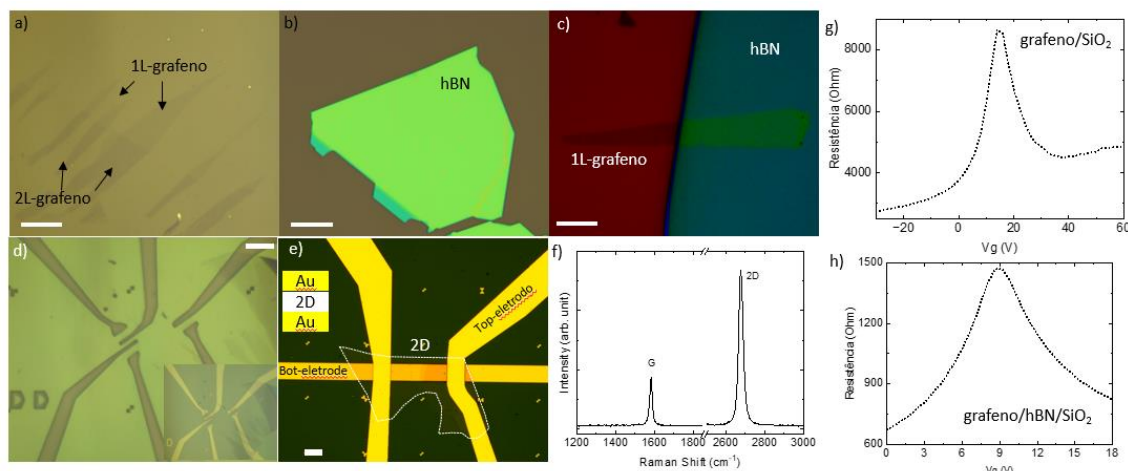


Figura 340. Imagens de microscopia óptica de uma região contendo uma mono (1L) e bicamada (2L) de grafeno. (a) e poucas camadas de nitreto de boro hexagonal (b) esfoliados mecanicamente sobre substrato de SiO₂ (300nm)/Si. (c) Imagem óptica (“false-color”) de uma heteroestrutura de van der Waals (grafeno/hBN) fabricada. (d) Imagens ópticas do processo de nanofabricação (litografia e metalização) de um transistor de grafeno sobre o substrato de SiO₂ (300nm)/Si. (e) Imagem óptica de um capacitor de placas paralelas fabricado por meio de técnicas de nanofabricação, onde o dielétrico de interesse é um material 2D isolante. A barra de escala nas figuras a-e são 10µm. (f) Espectro Raman de uma 1L-grafeno obtido com um laser de 532nm. As bandas G e 2D típicas de uma monocamada são indicadas. Caracterização elétrica (Resistência x tensão de porta (Vg)) para um transistor de grafeno fabricado diretamente sobre o SiO₂/Si (g) e sobre hBN/SiO₂/Si (h) medido em condições ambiente.

Fabricação e Caracterização de Dispositivos Neuromórficos baseados em Materiais 2D

Uma classe de dispositivos para o estudo de materiais bidimensionais, são os denominados transistores de efeito de campo (FET, da sigla em inglês), que permitem obter importantes figuras de mérito relacionadas ao material de interesse (ex. a mobilidade dos portadores de carga), além de possibilitar o desenvolvimento de diversas aplicações¹⁴². Em especial, os transistores eletrolíticos, i.e. transistores que operam exclusivamente na presença de um eletrólito (líquido ou sólido) permitem obter altas densidades de portadores (> 10¹² cm⁻³) no canal do dispositivo utilizando baixas tensões de operação (< 1V), além de arquitetura simplificada (viz. sem uso de camada dielétrica). Nesse sentido, a equipe do LNNano tem fabricado transistores eletrolíticos (Figura 341a) em arquitetura de gate coplanar (Figura 341b) baseados em óxido de grafeno reduzido (rGO, Figura 341c) como material ativo no canal.

¹⁴² F. Torricelli, et al. “Electrolyte-gated transistors for enhanced performance bioelectronics”, Nat. Rev. Methods, 2021, 1, 66.

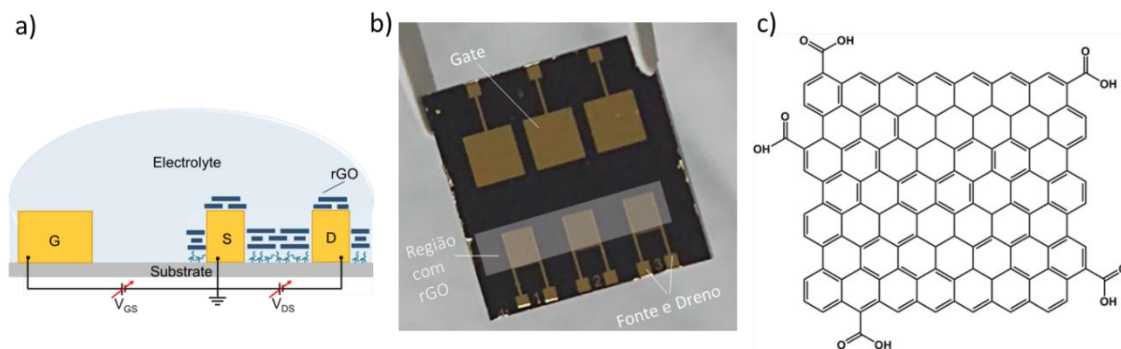


Figura 341. a) Representação esquemática de um transistor eletrolítico de óxido de grafeno reduzido (rGO). b) substrato de SiO₂ contendo 3 dispositivos (transistores eletrolíticos). Os eletrodos de fonte, dreno e gate, além da região contendo o filme de rGO, estão ilustradas na imagem. c) estrutura química de uma folha de rGO.

O rGO é um material bidimensional (M2D) bastante atraente para aplicações em dispositivos eletrônicos. O rGO é obtido a partir da redução (térmica, química, eletroquímica, etc.) do óxido de grafeno (GO), que possui alta condutividade (> 1000 S/cm), transparência (> 98% transmissão da luz visível), processabilidade em solução (a partir de suspensões de GO), e uma variedade de grupos oxigenados (OH, COOH, C=O) funcionalizáveis. Nesse sentido, a equipe do LNNano tem se dedicado à fabricação de transistores de rGO (em especial, transistores eletrolíticos) para o desenvolvimento de dispositivos neuromórficos (Figura 342). Dispositivos neuromórficos são capazes de imitar a plasticidade da resposta elétrica de células neurais de modo a processar e armazenar informações de maneira mais efetiva, rápida, e integrada¹⁴³. Tratam-se, portanto, de dispositivos que podem revolucionar áreas como computação e de telecomunicações a partir da exploração das características únicas de M2Ds.

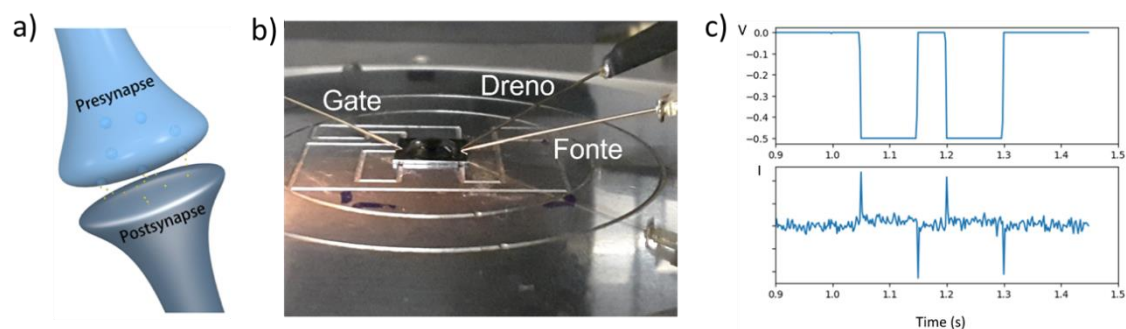


Figura 342. Dispositivos neuromórficos. a) ilustração da sinapse biológica e transmissão de sinal entre um neurônio pré-sináptico e outro pós-sináptico, b) fotografia do transistor eletrolítico de rGO fabricado no LNNano e suas respectivas conexões elétricas para os eletrodos de fonte, dreno e gate utilizando uma probe station, c) estímulo de tensão (V) pulsado e respectiva resposta elétrica (corrente, I) do dispositivo em função do tempo.

No presente momento, a equipe do LNNano tem se dedicado a fabricar e caracterizar eletricamente transistores eletrolíticos de rGO. O entendimento da dinâmica de polarização elétrica nestes dispositivos nos permitirá ajustar propriedades de interface visando a obtenção

¹⁴³ E. Baek, et al. "Intrinsic plasticity of silicon nanowire nanotransistors for dynamic memory and learning functions", Nat. Electron. 2020, 3, 398-408.

de um dispositivo neuromórfico capaz de imitar as funções biológicas de neurônios naturais como aprendizado e de retenção de informação.

Geração de defeitos no plano basal de monocamadas de MoS₂ com alta razão de aspecto

Processos de microfabricação de dispositivos empregando materiais 2D têm sido importantes para monitorar o impacto de defeitos químicos nas propriedades eletrônicas e eletrocatalíticas do nanomaterial de interesse. Por outro lado, ainda é muito difícil obter bordas ativas no plano basal de materiais 2D com resolução espacial. A maioria das rotas via plasma de Ar e O₂ ou rotas químicas, por exemplo, proporcionam a geração de bordas no plano basal sem qualquer controle de geometria e tamanho. Esse controle é extremamente importante para compreender como as áreas vizinhas são afetadas pelo processo de geração de bordas. Buscando contornar essas dificuldades, estamos empregando uma rota de geração de defeitos por meio de um microscópio de duplo feixe que utiliza íons Ga⁺ para promover o desbaste das monocamadas de MoS₂. O microscópio possibilita o controle da altura do desbaste, geometria e área de criação do defeito. A Figura 343 abaixo mostra uma imagem de microscopia eletrônica de varredura antes e após o desbaste usando íons Ga⁺.

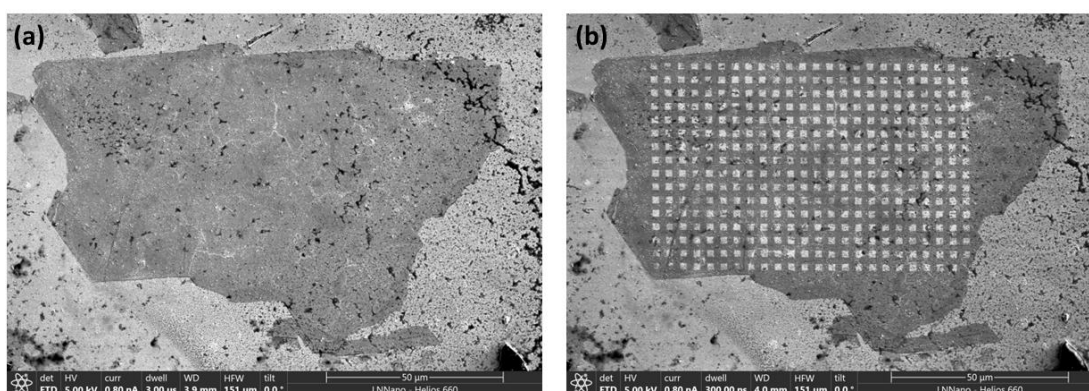


Figura 343. Imagens de microscopia eletrônica de varredura obtidas antes (a) e após (b) a geração bordas no plano basal do MoS₂ empregando íons Ga⁺. As monocamadas estão adsorvidas em um substrato de Au.

Nesse estudo já calibramos as doses necessárias para promover o desbaste e estamos avaliando a propagação de defeitos no plano basal em função do aumento da dose utilizada. Além disso, monocamadas suspensas estão sendo preparadas para avaliarmos os tipos de defeitos formados empregando a técnica de microscopia eletrônica de transmissão. Visando estudar outras rotas, iniciamos também estudos para geração de defeitos nas monocamadas de MoS₂ empregando plasma de oxigênio. Resultados preliminares já indicaram que estamos aumentando a razão Mo/S em função do aumento da exposição da monocamada ao plasma de O₂.

Competências Habilitadoras

Micro e Nanofabricação

Uma técnica de microfabricação de dispositivos complementar aos métodos baseados em litografia, *lift-off* e *etching* é a ablação a laser. Nesse ano, implementamos e desenvolvemos os primeiros processos de microfabricação de dispositivos assistida por laser utilizando um sistema de microusinagem da Ligerotech (Texas, USA) capaz de remover filmes finos metálicos e dielétricos sobre diversos substratos (vidro, plástico, SiO₂, etc.) com o auxílio de um laser pulsado (6 ns) operando em 355 e 352 nm, com frequência de pulso de 1 a 50 Hz (Figura 344). Fomos capazes de produzir diversas estruturas.

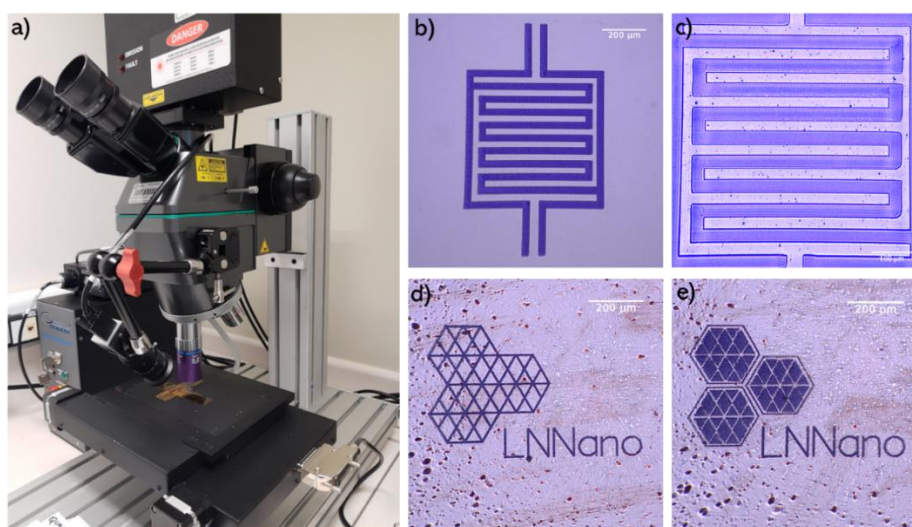


Figura 344. a) sistema de microfabricação assistida por laser (Ligerotech). b) estrutura de eletrodos interdigitados em Au/Cr (45 nm / 5 nm) produzidos por ablação a laser sobre o SiO₂. c) estrutura de eletrodos interdigitados de FTO sobre o vidro. d) e e) logo do LNNano produzido a partir de padrões desenvolvidos por ablação a laser de Au 40 nm sobre acetato.

Além dos processos de microfabricação assistida por laser, processos de litografia por feixe de elétrons têm sido aprimorados no laboratório de Nanofabricação do LNNano utilizando a recém adquirida ferramenta e-LINE Plus (Raith). A equipe da Divisão de Dispositivos do LNNano produziu diversos padrões nanométricos de calibração de processos de litografia eletrônica. A Figura 2 ilustra alguns desses padrões produzidos em resina ultrafina de alta resolução HSQ (*Hydrogen Silsesquioxane*). Por meio do ajuste dos parâmetros de exposição, conseguimos uma resolução de poucos nanômetros para cada uma das estruturas mostradas na Figura 345. A resolução obtida está de acordo com as especificações técnicas asseguradas pela Raith. Alcançar tal resolução de referência permitirá produzir nanoestruturas finas empregando a ferramenta em dispositivos eletrônicos e optoeletrônicos para diferentes aplicações.

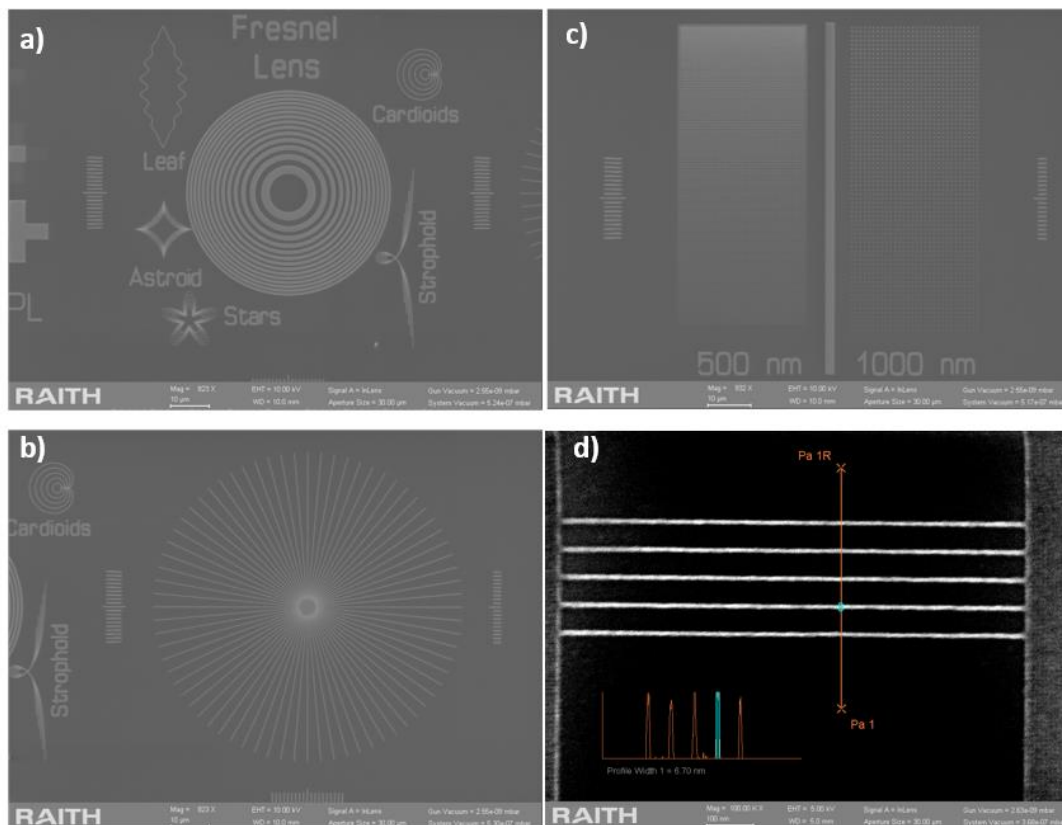


Figura 345. Padrões de calibração para litografia por feixe de elétrons obtidos com o sistema eLINE Plus no LNNano. Os padrões foram usados para ajustar vários parâmetros de escrita usando a ferramenta para obter estruturas de alta resolução bem definidas. d) Estruturas semelhantes a nanofios (ca. 6-7 nm) produzidas por meio de litografia de feixe de elétrons em um resiste ultrafino de alta resolução HSQ (Hydrogen Silsesquioxane).

Criomicroscopia Eletrônica

Um dos projetos na área de criomicroscopia visa o desenvolvimento de um dispositivo microfluídico para o preparo de amostras para criomicroscopia eletrônica resolvida no tempo. Este projeto busca desenvolver e implementar um novo método de preparação de amostra no laboratório de criomicroscopia. Essa técnica é capaz de revelar estados intermediários em reações envolvendo complexos macromoleculares. O trabalho consiste na montagem de um dispositivo microfluídico, em que duas soluções são injetadas através de diferentes canais, passando por um misturador seguido de um canal de tamanho definido, o que permite que a reação ocorra por um curto período, previamente estabelecido. Após o tempo de reação, a mistura é pulverizada na grade de microscopia, utilizando gás comprimido (Figura 346). A grade contendo a mistura é imediatamente congelada em etano líquido e em seguida armazenada em nitrogênio líquido. O dispositivo está sendo produzido tendo como base os sistemas disponíveis na literatura científica. Nas próximas etapas deste projeto, serão efetuadas alterações com o intuito de viabilizar menores tempos de reação.

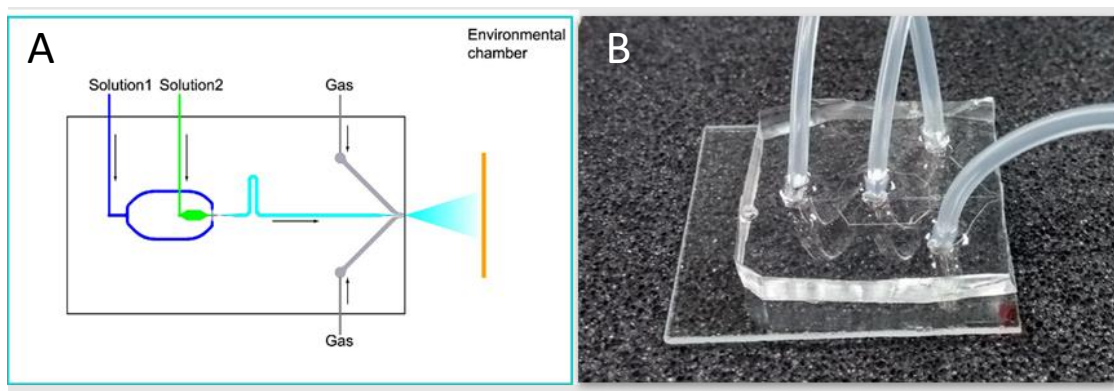


Figura 346. A) Vista esquemática do dispositivo microfluídico (adaptado de Chen et al., 2015). B) Primeiro dispositivo fabricado pelo Laboratório de Criomicroscopia juntamente com o Laboratório de Micro e Nanofabricação, do LNNano.

Outro projeto tem como objetivo o desenvolvimento metodológico do processamento de dados de criomicroscopia eletrônica, visando o estudo estrutural de moléculas biológicas. Neste período, foi dada continuidade ao desenvolvimento da metodologia de avaliação de resolução local cruzada, que permite a comparação estrutural entre macromoléculas, através de uma nova métrica de informações. O foco da aplicação dessa métrica recém-criada têm sido principalmente a coleta de novas informações do banco de dados de estruturas Cryo-EM da proteína spike de SARS-CoV2. Ao longo do estudo das estruturas depositadas nessa base, foram identificadas várias limitações para o uso dessa informação, uma delas sendo as diferenças de magnificação presentes na base de dados. Essas diferenças têm origem no fato de que estruturas de proteínas, similares ou idênticas, são obtidas através de experimentos independentes, feitos por diferentes laboratórios. Com isso, variações experimentais introduzem até 5% de diferença nas dimensões das proteínas. Isso inviabiliza a comparação direta entre diferentes proteínas (Figura 347). Como o objetivo desse trabalho é o estudo comparativo entre proteínas de um mesmo tipo, essas diferenças precisam ser equacionadas.

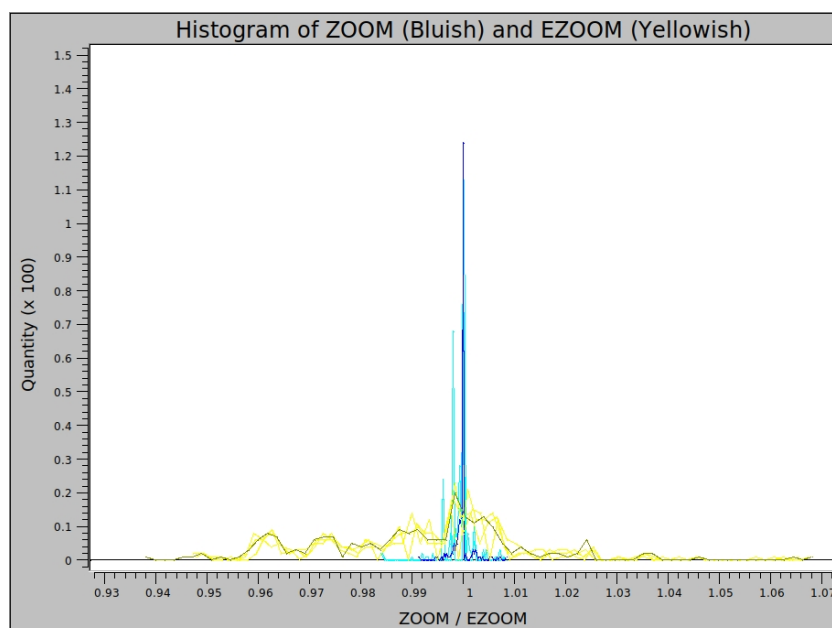


Figura 347. Histograma das diferenças de ampliação presentes no conjunto de dados de estruturas de proteínas de spike de SARS-CoV-2. A curva amarela mostra a calibração interna dos valores de ampliação em comparação com os valores originais apresentados ($\pm 5\%$). A curva azul escura mostra as flutuações de ampliação residual no conjunto de dados final ($\pm 0,1\%$).

Os resultados preliminares da comparação cruzada das estruturas das proteínas spike foram apresentados no relatório anterior. No entanto, para o processamento desse conjunto de dados 3D, e a coleta de informação do conjunto de estruturas, é necessária uma estrutura 3D referência da proteína spike. Para produzir essa estrutura referência foi utilizado um conjunto de dados do *Electronic Microscopy Public Image Archive* (EMPIAR-10723), que consiste em 10.326 filmes de 40 quadros cada. Processar este conjunto de dados apresenta vários desafios metodológicos, como por exemplo, o fato de que são imagens retangulares e que necessitam um grande volume de armazenamento de dados para o seu processamento. O processamento preliminar dos dados foi realizado, apresentando um ajuste da Função de Transferência de Contraste (*Contrast Transfer Function* – CTF) de alta resolução, conforme a Figura 348.

Para a análise de CTF, um conjunto de dados de SARS-CoV-2 com ~ 2.000 filmes foi utilizado. Cada filme foi cortado em 12 sub-filmes, produzindo 24.000 filmes de 1.600×1.600 pixels. Esses sub-filmes foram alinhados e somados, produzindo 24.000 espectros de amplitude. Os espectros de amplitude de cada sub-filme foram submetidos à análise estatística multivariada (MSA) e classificação, produzindo 250 classes de espectros de filmes. Para cada classe foi produzida uma imagem média da classe (classum), que foi utilizada para o ajuste do CTF. Os CTFs foram ajustados a todas as classes de espectros e a correção CTF foi aplicada a todos os membros correspondentes da classe. A Figura 348 mostra as etapas desse processamento.

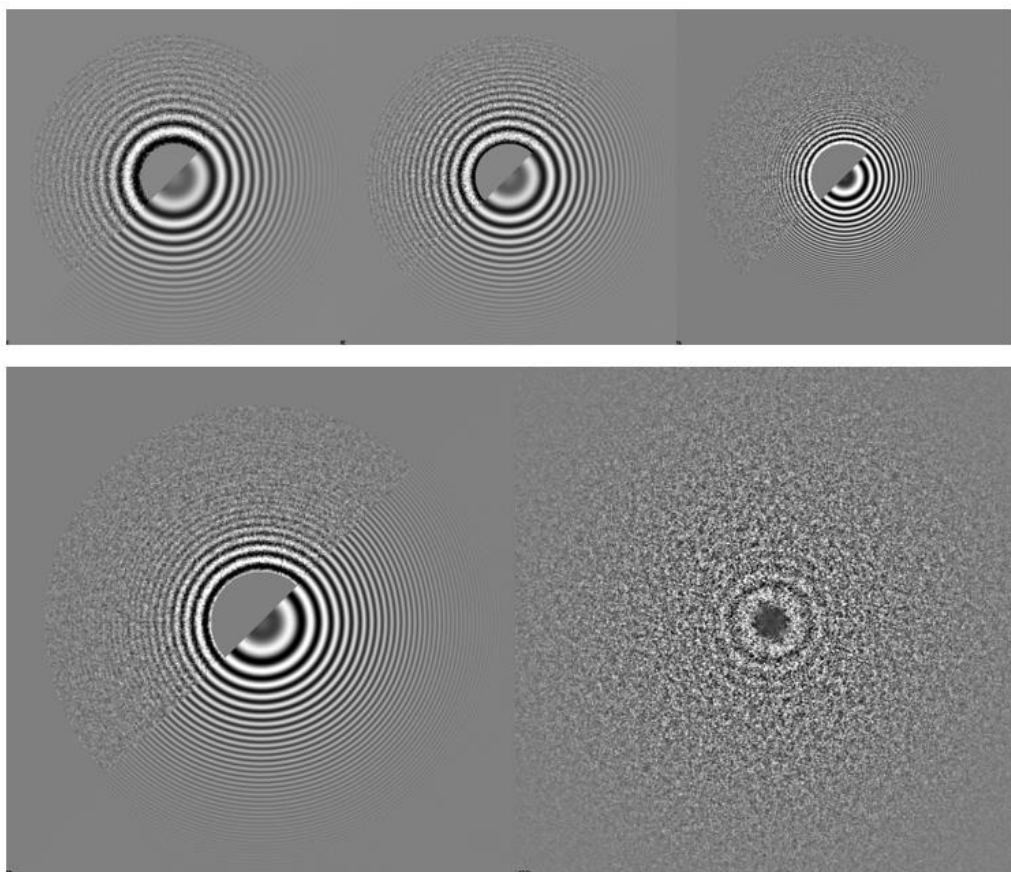


Figura 348. Linha superior: exemplo de ajuste de CTF para três diferentes classes de espectros de amplitude. Cada imagem mostra a classsums, na metade esquerda superior, e o ajuste de CTF para essa classsums, na metade direita inferior. Linha inferior: uma típica classsum com CTF ajustado (esquerda) e um membro típico dessa classe. A correção completa do conjunto de dados integra todas as informações CTF.

Microscopia Eletrônica

Foi dada continuidade ao período de aprimoramento da metodologia de aquisição e processamento da função de distribuição de pares (*pair distribution function* - PDF) adquiridas por difração de elétrons (ePDF). Esta técnica está sendo estudada nos diferentes microscópios de transmissão do LNNano, em diferentes condições e aplicada em diferentes materiais. Os dois artigos submetidos para diferentes revistas estão em processo de revisão. Além disso, mais um artigo está sendo preparado para submissão no primeiro semestre de 2023. O desenvolvimento do *software* para o processamento automático da remoção do fundo de carbono (*background*), o ajuste da intensidade de espalhamento através do cálculo da densidade numérica e ajustes baseados no PDF obtido a partir da estrutura cristalográfica (CIF) está em andamento, espera-se que no segundo semestre de 2023 o *software* seja lançado para a comunidade. A instalação de novos acessórios para o microscópio corrigido Titan Themis está em andamento. A saber, sistema integrado para aquisição de imagens por contraste de fase, precessão e sistema de varredura para coleta de imagens do espalhamento total ponto a ponto. Estes acessórios, possibilitarão que este microscópio trabalhe no limite da caracterização por imagens.

No ano de 2022, dois artigos científicos se destacaram dentre as várias pesquisas nacionais que foram publicadas em revistas internacionais e que utilizaram as instalações de microscopia

eletrônica de transmissão do LNNano dedicadas à ciência dos materiais. Ambos os trabalhos reportaram as análises de microscopia eletrônica de transmissão de alta resolução (HRTEM) *in situ* de processos dinâmicos em diferentes conformações nanoestruturadas do óxido de zircônio (ZrO₂), observadas dentro do microscópio eletrônico de transmissão com aberração esférica corrigida Titan Cubed Themis.

O primeiro deles analisa o processo de sinterização em cerâmicas, na escala nanométrica, através de observações da eliminação altamente anisotrópica de poros em filmes finos de ZrO₂. Observou-se uma redistribuição dos átomos da superfície rugosa sólido-gás, seguido pela ligação dos átomos nas superfícies facetadas da zircônia (Figura 349). Reportaram-se também evidências da atuação dos poros, nestes filmes finos, como se exercessem a função de ‘pinos’ dentro da estrutura, reduzindo a mobilidade dos contornos de grãos.

Já o segundo trabalho reporta observações experimentais e as análises por teoria do funcional de densidade, da formação e ruptura de fios iônicos atômicos de ZrO₂ (Figura 350). Perto da ruptura, sob tensão de tração, o sistema favorece a formação espontânea de vacâncias de oxigênio, um passo crítico na formação de pontes monoatômicas. Nesta escala, as vacâncias causam um comportamento dúctil que é inesperado para sistemas iônicos. Essas evidências colocam os fios monoatômicos iônico de ZrO₂ dentro da lista seleta e reduzida de materiais com os quais podem se formar fios monoatômicos.

Ambos os estudos contribuem para o entendimento fundamental e o aprimoramento dos modelos das propriedades mecânicas de materiais cerâmicos na escala nanométrica.

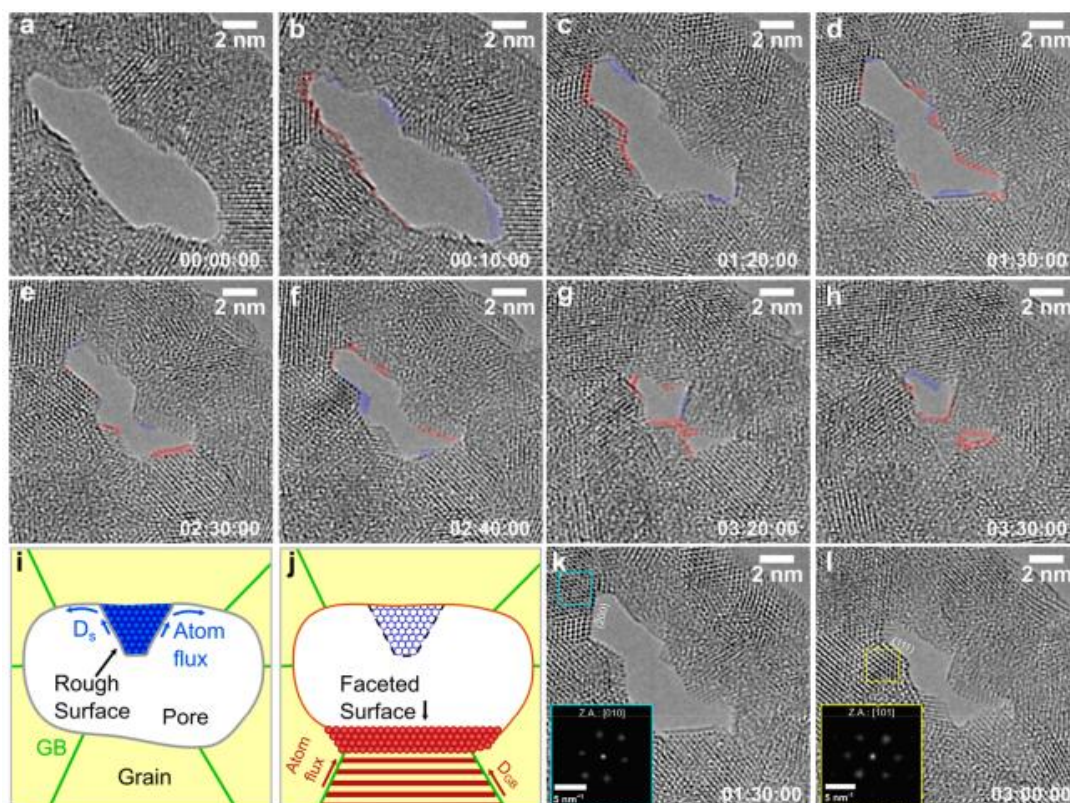


Figura 349. Evolução de um poro em função do tempo. (a–h) As imagens de HRTEM, tiradas em tempos diferentes, mostram a contração do poro e destacam o transporte de massa. As regiões vermelhas indicam a adição de átomos e as áreas azuis indicam a redistribuição de átomos nas superfícies. Em (g), o crescimento preferencial em algumas regiões levou à formação de dois poros menores com tamanhos diferentes. (i,j) Representação esquemática do transporte de massa durante a eliminação dos poros. Em (i), a superfície rugosa (átomos azuis) é redistribuída na superfície sólido–gás por difusão superficial (D_s). As setas azuis indicam a direção do fluxo atômico. Em (j), a linha preta tracejada indica a superfície inicial que foi redistribuída, bem como os círculos azuis não preenchidos. O contorno vermelho corresponde à nova superfície do poro. O grão listrado indica a orientação do grão e a área vermelha mostra os átomos ligados à superfície facetada. As setas vermelhas indicam o fluxo de átomos pela difusão do contorno de grão (DGB). (k,l) mostram imagens de HRTEM coletadas após 1,5 e 3 h de experimento. As inserções são as Transformadas de Fourier Rápidas (FFT) obtidas nos quadrados destacados em cada imagem. Em (k), a ligação dos átomos ocorre na faceta (-200), e em (l) ocorre na faceta (111). Imagens e legenda reproduzidos do artigo original na Publicação *Nano Lett*¹⁴⁴.

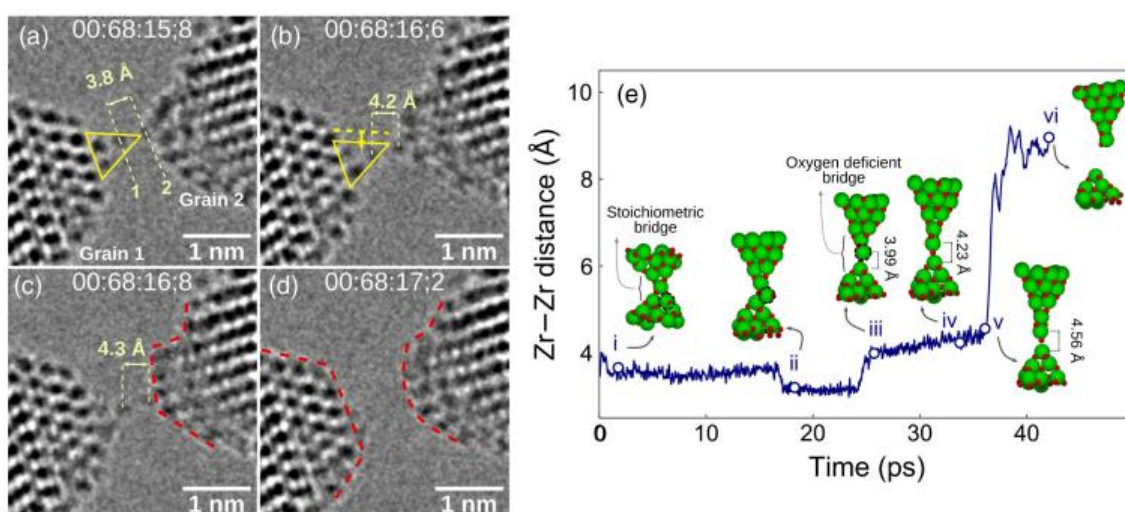


Figura 350. Imagens de HRTEM de um fio de ZrO_2 , próximo à ruptura e distâncias Zr-Zr de aglomerados bipiramidais de $m-ZrO_2$, calculadas a partir de simulações de dinâmica molecular *ab initio* (AIMD). Os átomos de Zr podem ser facilmente identificados como os pontos escuros nas imagens de HRTEM (os átomos de oxigênio não são observados por esta técnica). (a) Um fio atômico é visto com uma distância Zr-O-Zr de 3,8 Å. (b) Rearranjos atômicos complexos ocorrem, como sugerido pelo deslocamento do triângulo amarelo indicado na figura, levando à formação de uma vacância de oxigênio no fio atômico com um aumento da distância Zr-O-Zr de 4,2 Å, que evolui para 4,3 Å em (c), antes da ruptura e (d) reconstrução da superfície. (e) Distâncias Zr-Zr no fio atômico, calculadas a partir das simulações AIMD, em temperatura ambiente versus tempo de simulação. As inserções mostram a estrutura dos clusters $m-ZrO_2$ no período de tempo indicado. A inserção (i) mostra a configuração inicial após o equilíbrio térmico a 300 K. À medida que a simulação de tração evolui, a distância Zr-Zr na ponte nanométrica permanece aproximadamente constante até (ii), quando os rearranjos atômicos que levam à formação de vacâncias de oxigênio começam a ocorrer. Em (iii), forma-se o fio atômico deficiente em oxigênio, evoluindo com deformações crescentes até distâncias Zr-O-Zr de aproximadamente 4,56 Å, em (v), quando ocorre a ruptura. Imagens e legenda reproduzidas do artigo original *PHYSICAL REVIEW LETTERS* 129, 046101 (2022).

Teoria e Ciência de Dados

Suporte em Teoria e Ciência de Dados às Atividades dos Programas de P&D do CNPEM

Descrição da Dessinterização e Quebra de Fios Monoatômicos de ZrO_2

Neste trabalho, em colaboração com pesquisadores experimentais da área de Microscopia Eletrônica de transmissão (TEM), pesquisadores do CNPEM estudaram a formação, evolução e ruptura de fios monoatômicos de ZrO₂. Trata-se da primeira observação de um fio monoatômico iônico. Do ponto de vista do suporte teórico, foram realizados cálculos estáticos e dinâmica molecular ab-initio para entender em detalhes os mecanismos microscópicos envolvidos neste fenômeno. Em particular, identificamos que a formação de uma vacância de oxigênio ocorre de forma espontânea quando o fio está submetido à tensão. Este trabalho deu origem a dois artigos, um deles já publicado no *Physical Review Letters*¹⁴⁵, com foco nos estágios finais da formação e ruptura do fio. Outro trabalho, com foco no mecanismo de dessinterização, já foi submetido para publicação.

Análise por Machine Learning da Interação entre Lignina e Celulose Obtida a partir de Medidas de AFM

Neste trabalho, realizado em colaboração com pesquisadores experimentais do Subprograma de Funcionalização de Biopolímeros, teve como objetivo entender as interações entre lignina e celulose ao nível microscópico. Foram realizados experimentos de AFM sobre as superfícies de celulose com pontas cobertas por lignina. A análise posterior por métodos de *machine learning* possibilitou a identificação de diversos tipos de interações (desde repulsivas até atrativas em diversos graus) que foram associadas às diferentes facetas da celulose. Foram empregadas também simulações de dinâmica molecular clássica para entender e reproduzir os resultados experimentais. Os resultados serão publicados em breve na *Nanoscale*¹⁴⁶.

Desenvolvimento de novos algoritmos para aprendizado de máquina, classificação e predição de propriedades de materiais de interesse do CNPEM

Existem diversos modelos preditivos de propriedades de materiais utilizando técnicas de aprendizado de máquina. Uma característica usual destes modelos é que são especializados, ou seja, cada modelo é capaz de prever apenas uma propriedade ou característica dos materiais. Neste trabalho, desenvolvemos uma rede neural artificial multitarefa capaz de prever diversas propriedades dos materiais ao mesmo tempo. A estratégia foi induzir um modelo preditivo que recebe de entrada características físico-químicas dos materiais e busca entender as correlações entre as diferentes propriedades de saída. A expectativa é que o modelo, ao entender o comportamento de uma propriedade, irá prever com mais precisão outra propriedade correlacionada. Esta rede está sendo treinada e otimizada em um banco de dados de materiais vítreos contendo mais de duzentas mil composições e mais de 80 propriedades diferentes.

Aprendizado de Máquina dos Ingredientes Microscópicos da Interação Óxido de Grafeno-Celulose

Compreender o papel das características microscópicas em nanocompósitos permite guiar o controle, portanto, acelerar, o desenvolvimento de sistemas experimentais. Neste trabalho, usamos uma nova abordagem para avaliar os parâmetros química e estruturalmente relevantes

¹⁴⁵ B. Focassio et al., “Stability and Rupture of an Ultrathin Ionic Wire”, *Phys Rev. Lett.* 129, 046101 (2022).

¹⁴⁶ D. Nascimento et al., “How lignin sticks to cellulose—insights from atomic force microscopy enhanced by machine-learning analysis and molecular dynamics simulations”, *Nanoscale*, to appear.

que governam a força de ligação entre óxido-de-grafeno e nanocelulose. Combinando cálculos de primeiros princípios e algoritmos de aprendizado de máquinas baseado em regressão simbólica, simulamos e extraímos as principais componentes estruturais governando a ligação entre os compostos. Aqui, em vez de estudar defeitos únicos, consideramos a complexidade da superfície do óxido-de-grafeno simulando um modelo químico preciso em grandes supercélulas, com diferentes grupos oxigenados, e concentrações de oxigênio. Identificamos dois regimes de interação dependentes apenas da composição do óxido-de-grafeno, que mostramos serem extraídos inteiramente a partir de espectroscopia de fotoelétrons de raios-X (XPS). Isso nos permitiu entender o papel das características microscópicas na determinação da escala de força de interação entre os compostos e guiar futuros experimentos para o controle racional da interface óxido-de-grafeno/celulose. Este trabalho foi publicado em *Langmuir*¹⁴⁷.

¹⁴⁷ R. Petry et al., “Machine Learning of Microscopic Ingredients for Graphene Oxide/Cellulose Interaction”, *Langmuir* 38, 1124 (2022).

Apoio à geração de inovação

Projetos desenvolvidos em parceria com empresas

O LNNano empreende várias iniciativas de apoio aos esforços de inovação de empresas, tanto por meio da proteção dos resultados de sua pesquisa e licenciamento para sociedade quanto pela realização de desenvolvimentos tecnológicos em colaboração com empresas de diversos portes, que envolvem a incorporação de nanotecnologia em materiais, dispositivos, sensores e sistemas microfluídicos, com vistas a impulsionar uma economia sustentável. Em 2022, uma das tecnologias desenvolvidas internamente, relacionada a um adesivo verde, protegida por patente em 2018 no Brasil e posteriormente nos Estados Unidos e na China, foi licenciada para uma grande empresa do setor de papel e celulose. Tal operação representa, não apenas a maturidade do CNPEM e do Laboratório na tratativa com empresas, mas também o seu papel estratégico no fornecimento de tecnologias que estimulam a economia sustentável.

Ainda neste ano, foram depositados sete novos pedidos de proteção de propriedade intelectual junto ao Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI): o pedido BR102022006457-1, intitulado “Nanomateriais, Compósitos, Seus Usos e Seus Processos de Produção”; “Composição À Base De Óxidos E Celulose Nanofibrilada, Processo De Produção E Usos Da Mesma” de número BR102022015642-5, e “Composição e Processo de Revestimento de Materiais Celulósicos”, número BR102022 024889-3, todas na área de nanocompósitos. A patente de número BR102022009728-3 referente à tecnologia “Sensor Vestível em Folhas Para Análise da Água Celular por Espectroscopia De Impedância Eletroquímica e Processo De Produção Do Mesmo” e BR102022025029-4, intitulada “Imunossensor Eletroquímico Sem Rótulo Para Detecção De Anticorpos Anti-Sars-Cov-2, Seu Processo De Fabricação E Seu Uso”, na área de dispositivos sensores; e finalizando, BR 102022012202-4, intitulada “Corona de proteínas carreadora de agentes antinematóides e seu processo de produção”, na área de carreadores. Além das novas patentes depositadas no INPI, ainda tivemos a extensão internacional da proteção da tecnologia depositada anteriormente em 2021 intitulada “Espuma Porosa Para Retenção de Compostos Orgânicos e Inorgânicos, Processo de Produção da Mesma e Seus Usos” via PCT sob o número PCT/BR2022/050410. A tecnologia “Biossensor sem marcação baseado em estrutura de imidazolato zeolítico, processo de fabricação do mesmo e processo de detecção de interações”, desenvolvida em parceria com o LNNano, também teve sua extensão internacional e recebeu o número PCT/BR2022/050033.

Nos próximos parágrafos, serão descritos os projetos realizados em colaboração com empresas no ano de 2022, além dos que foram destacados na Parte I do Relatório e Atividades de 2022

Avaliação de estabilidade e desempenho de produtos químicos por sistemas micro/mesofluídicos

Este projeto tem como objetivo o desenvolvimento de um dispositivo meso/microfluidico para avaliação simples e ágil da eficiência de anti-incrustantes e desmulsificantes em diferentes condições encontradas nas atividades da indústria petrolífera. Iniciado em 2022, o projeto é mais um resultado do relacionamento de longa data que vem sendo construído entre o CNPEM/LNNano e a Petrobras. Até o momento, sensores eletroquímicos vêm sendo desenvolvidos e utilizados para detectar as substâncias incrustantes e o efeito de parâmetros, como temperatura e concentração de cálcio, no processo de incrustação. Os resultados

mostraram que as estruturas cristalinas formadas dependem da vazão e da temperatura. As próximas atividades serão dedicadas ao desenvolvimento de uma plataforma de detecção robusta, baseada em espectroscopia de impedância eletroquímica para a análise do grau de incrustação de maneira *in situ* e em tempo real.

Desenvolvimento de métodos de preparo de amostra e sensores na área de petróleo e gás considerando a utilização e concepção de plataformas microfluídicas

Este projeto, desenvolvido há 4 anos pelo CNPEM/LNNano em parceria com a Petrobrás, busca utilizar plataformas microfluídicas para a identificação de insumos químicos utilizados pela indústria do petróleo. Inicialmente, as atividades envolveram o desenvolvimento de dispositivos baseados em sistemas de língua eletrônica, com métodos não seletivos. No entanto, a reprodutibilidade desses dispositivos não se mostrou satisfatória, especialmente em amostras salinas, e não foi comprovada a capacidade de determinação seletiva de grupos químicos dos princípios ativos dos insumos. Dessa maneira, a equipe redirecionou os esforços do projeto para a detecção eletroquímica seletiva de fosfonatos visando o controle de qualidade de inibidores de incrustação (fosfonatos são matéria ativa desses inibidores). Para que o método possa ser utilizado em instalações *onshore* e *offshore*, a equipe priorizou a portabilidade do sistema como um todo, utilizando um único dispositivo fotolitográfico contendo três eletrodos integrados. Esse sistema permitiu obter altos limites de detecção e sensibilidade. Atualmente, a equipe do CNPEM/LNNano está realizando testes de robustez, acurácia e reprodutibilidade para um número mais abrangente de amostras reais cedidas pela Petrobras, e está feito o depósito de pedido de patente do método e a publicação de um manuscrito em revista internacional indexada.

Desenvolvimento de sistemas microfluídicos para a extração de espécies presentes no petróleo e separação de fases em emulsões

Este projeto tem como objetivo desenvolver sistemas de extração microfluídicos de alta eficiência, ultrarrápidos, com baixo consumo de amostras e com fabricação reprodutível e escalonável, e tem sido realizado em colaboração entre o CNPEM/LNNano e a Petrobras desde 2018. Esses sistemas microfluídicos visam à extração e à análise da água de formação, encontrada como emulsão água/óleo no petróleo, presente em toda cadeia extrativa e produtiva. Com relação aos resultados, os sistemas desenvolvidos por impressão 3D apresentaram os melhores índices de eficiência na extração, 96% em relação ao valor obtido pelo método de referência, o qual faz uso de misturador mecânico. Para a etapa posterior de análise de íons presentes nas amostras de água extraídas, foram desenvolvidos sensores eletroquímicos multidimensionais, conhecidos como língua eletrônica. Esses sensores são capazes de gerar sinais que correspondem a padrões de respostas únicas para cada tipo de amostra, como se fossem “impressões digitais” delas. Os dados obtidos foram utilizados para construção e avaliação de diversos modelos de *machine learning*, como *artificial neural network*, que apresentou acurácias entre 95 e 105%.

Dado o avanço bem-sucedido do projeto, e para permitir a aplicação do sensor por usuários não especializados, tanto em campo (sistemas portáteis) quanto em laboratório, foi desenvolvido o aplicativo *Salt-Analysis* para a aquisição e o processamento dos dados em *smartphones* e

computadores pessoais. Recentemente, profissionais da Petrobras (CENPES-RJ) foram treinados pelo CNPEM para uso do sistema e já analisaram dezenas de amostras reais. Em breve, será realizada uma nova fase do processo de transferência de tecnologia, que consistirá em testes em campo para avaliação da robustez do sistema do CNPEM/LNNano em duas plataformas petrolíferas *offshore*.

Sistema microfluídico do tipo "rock-on-a-chip" para estudo de injetividade

Esta nova parceria com a Petrobras foi firmada em julho de 2022, e tem como objetivo de desenvolver dispositivos micro/mesofluídicos capazes de mimetizar a estrutura porosa das rochas presentes nos reservatórios produtores de petróleo com reprodutibilidade, e utilizar esses dispositivos em estudos *in situ* de injetividade e escoamento de emulsões após a injeção de diferentes fluidos de deslocamento. Atualmente, o LNNano está em processo de estruturação da equipe que será responsável pela execução das atividades.

Revestimento Nanoestruturado (Plenus Coating) para Instrumentos Cirúrgicos

Em 2020, a empresa NChemi Engenharia de Materiais e o LNNano firmaram a primeira parceria com o objetivo de desenvolver um sistema de recobrimento de materiais médicos e cirúrgicos com material nanoestruturado, o qual foi concluído em 2022. O projeto recebeu apoio do programa SibratecNano ao longo de dois anos e a tecnologia desenvolvida, que está em processo de proteção por patente, permite o recobrimento homogêneo nos instrumentos médicos, independentemente de sua forma, e com alta reprodutibilidade.

Desenvolvimento de nova metodologia para avaliação da toxicidade e segurança de microfibrilas de celulose

O projeto Safe Celulose visa desenvolver uma metodologia inovadora para avaliação da toxicidade e segurança no uso de microfibrilas de celulose, um material de origem renovável e que possui propriedades avançadas, o que viabiliza a sua utilização em múltiplas aplicações. Trata-se de uma iniciativa das empresas Klabin S.A e Suzano S.A, em parceria com a ABTCP e cofinanciada pela Embrapii, que buscam respaldo técnico-científico para regulamentação deste tipo de material com vistas à sua incorporação no mercado nacional. Neste período, foi realizada a padronização dos bioensaios e foram iniciados os testes de citotoxicidade *in vitro* (fibroblastos) e os testes de embriotoxicidade (Zebrafish). Deve ser destacado que este projeto vem empregando métodos alternativos em toxicologia conforme o Princípio 3Rs (*Replacement, Reduction and Refinement*). Os resultados obtidos nos ensaios de toxicidade das microfibrilas de celulose, em conjunto com os dados de caracterização físico-química e de dispersão coloidal nos meios biológicos, serão fundamentais para a realização do próximo pacote de trabalho em que os dados experimentais obtidos serão comparados com a literatura científica atual em assuntos regulatórios visando a utilização destes materiais em bases seguras.

Biossensor nanoestruturado para determinação da glicemia por método transdérmico não-invasivo

Este projeto está sendo desenvolvido pelo CNPEM/LNNano em parceria com a startup Se7e Digital no âmbito do programa SibratecNano – Rede de Nanodispositivos. A parceria tem como

objetivo desenvolver uma solução nacional e de baixo custo para a quantificação de glicose e determinação da glicemia, de forma transdérmica não invasiva, ou seja, sem a necessidade de perfuração da pele, como ocorre em alguns dispositivos vestíveis que utilizam microagulhas.

A solução em desenvolvimento pelo CNPEM/LNNano compreende um sensor vestível que atua na determinação de glicose através do fluido intersticial da pele, e para isso, as atividades de pesquisa foram divididas em duas vertentes. A primeira delas, em conjunto com o time de Sistemas Eletrônicos e Instrumentação do CNPEM, consiste no desenvolvimento de um sistema eletrônico portátil, que conta com um firmware controlando as suas funções, além de possuir uma engenharia de interface do usuário, com comunicação com dispositivos móveis. Na eletrônica em desenvolvimento já foram realizadas análises do sistema para eliminação de possíveis erros e otimização do consumo de energia e uso de memória e a atividade de operação da eletrônica foi também avaliada de forma ininterrupta por mais de 24 horas, demonstrando sua robustez para o monitoramento contínuo da glicemia.

A segunda vertente das atividades de pesquisa e desenvolvimento se refere à fabricação das unidades sensoriais, usando uma técnica de fabricação simples e escalonável, combinando tintas condutoras, nanomateriais e material biológico. As unidades produzidas já foram validadas na detecção de glicose, com a adição de material biológico sobre os eletrodos, demonstrando ser capazes de detectar glicose em testes de bancada. Como forma de validar o conjunto em desenvolvimento, a reprodução de testes de detecção química com a eletrônica, já demonstraram resultados positivos. Espera-se obter um protótipo funcional vestível até meados de 2023.

Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas

Divisão de Dispositivos

Com recursos do Sistema Nacional de Laboratórios em Nanotecnologias (SisNANO) o LNNano adquiriu vários equipamentos e melhoramentos da infraestrutura, abertos a usuários internos e externos, destacados a seguir. Foi adquirido um sistema de caracterização elétrica de dispositivos composto por uma estação de pontas para medidas elétricas (FormFactor/Cascade modelo MPS150 Triax) e um analisador de parâmetros elétricos (Tektronix/Keithley modelo 4200A SCS). Este sistema é capaz de medir parâmetros elétricos de dispositivos com até 5 pontos de contato em amostras de até 150mm de diâmetro, tanto em medidas de corrente contínua quanto medidas em corrente alternada. O sistema possui pré-amplificadores para estender a corrente mínima de detecção até femtoampères (fA) e resolução temporal para medição de pulsos de corrente na faixa de microssegundos. O sistema possui ainda blindagem eletromagnética (gaiola de Faraday) e um conjunto de microscópio e câmera para a visualização das amostras que facilitam o posicionamento das pontas dos micromanipuladores nos terminais elétricos dos dispositivos (Figura 351).

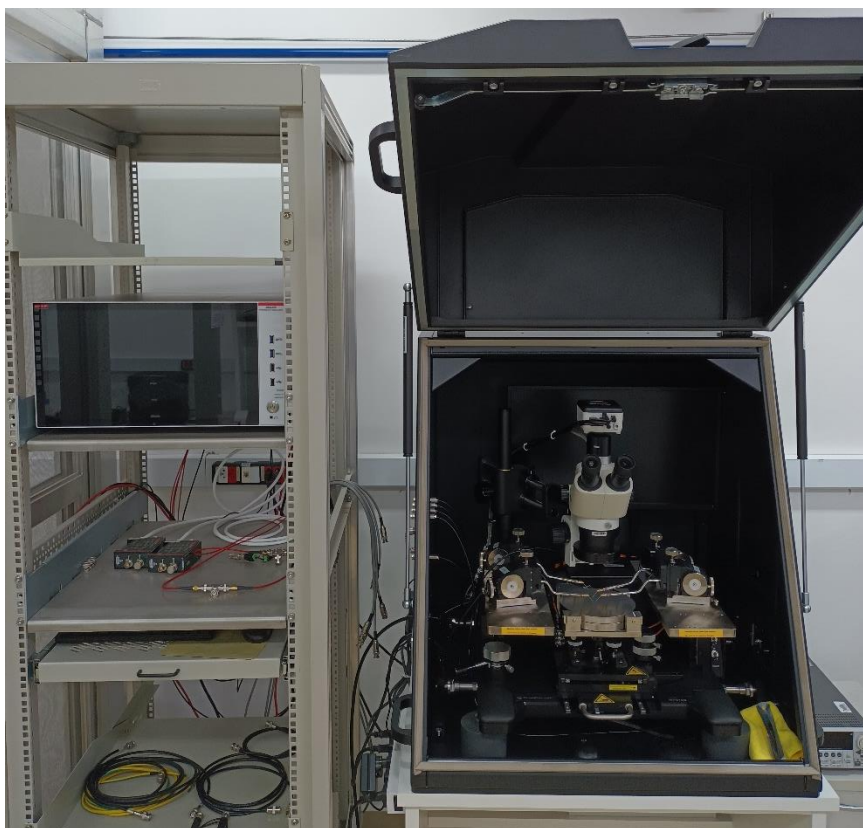


Figura 351. Sistema de caracterização elétrica de dispositivos contendo uma estação de pontas (probe station) e um equipamento de caracterização de parâmetros elétricos de dispositivos.

Outra melhoria se refere à aquisição de mobiliário técnico para os laboratórios localizados nas salas 105 (Medidas Elétricas) e 106 (Prototipagem) do prédio LNNano, complementando a infraestrutura necessária para fabricação e caracterização de nanomateriais e dispositivos (Figura 352). Essas melhorias são compostas por duas capelas de segurança química com sistema

VAV (controle automático de velocidade de face), bancadas para equipamentos e computadores, mesa anti-vibratória, armários especiais e armários para alocação de materiais e acessórios de equipamentos. Este mobiliário técnico planejado adequar o espaço para comportar os diversos equipamentos de medidas elétricas (sala 105) e demais instrumentos para a prototipagem de dispositivos, como impressoras jato de tinta de nanomateriais, sistema de deposição de nanomateriais por spray, etc. (sala 106). As bancadas são de material resistente a produtos químicos e as capelas contam com armários corta-fogo para armazenamento de produtos inflamáveis.



Figura 352 - Mobiliário técnico de laboratório planejado adquirido para as salas 105 e 106 do LNNano.

Ainda com recursos do SiSNano, foi adquirido um potenciostato/galvanostato (Metrohm modelo Autolab 128N), para realizar a caracterização eletroquímica de dispositivos (Figura 353). Além do conjunto básico do equipamento, foram adquiridos módulos capazes de ampliar a faixa de corrente elétrica medida, estender o potencial elétrico aplicado, e multiplicar a taxa de aquisição dos sinais, além de módulo que acrescenta um canal ao instrumento transformando-o em um bi-potenciostato. O equipamento possui ainda um módulo FRA (Frequency Response Analyzer) para a realização de medidas de espectroscopia de impedância eletroquímica. Todas essas melhorias implementadas fazem com que este equipamento seja único no LNNano e atenda as demandas de instrumentação nos diversos programas de pesquisa do CNPEM, sobretudo nas áreas de dispositivos diagnóstico e energia.



Figura 353. Potenciostato / Galvanostato para medidas eletroquímicas.

Outro recém adquirido instrumento com recursos do SiSNano, essencial para a microfabricação de uma grande variedade de dispositivos funcionais, é o sistema de prototipagem rápida por escrita direta ML3 (Durham Magneto Optics/UK). O instrumento é capaz de realizar prototipagem em dispositivos via litografia óptica com resolução de até 0.6 μm em amostras de diversos tamanhos, desde 2 até 177 mm de dimensão. Esse instrumento é o mais versátil e fundamental ativo da sala-limpa do LNNano para a fabricação de dispositivos. O instrumento é capaz de realizar a prototipagem rápida de dispositivos sob demanda (Figura 354).

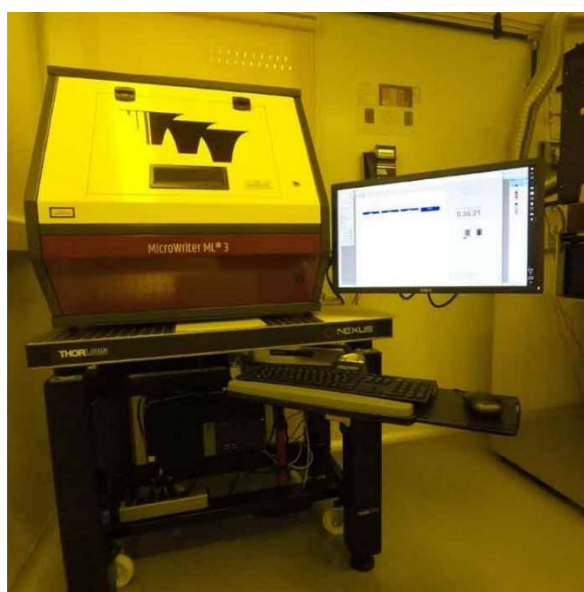


Figura 354. Sistema de prototipagem rápida por escrita direta ML3 (Durham Magneto Optics/UK).

Com recursos provenientes de projetos industriais em parceria com a Petrobras, foi adquirido um equipamento de titulação Karl Fisher. Trata-se de um método bem estabelecido, utilizado em controle de qualidade e em processos, produção, pesquisa e desenvolvimento para determinar a quantidade de água em amostras sólidas, líquidas e gasosas. Neste caso é utilizado para determinar a concentração de água em amostras de petróleo e derivados. A Figura 355 abaixo ilustra o equipamento disponível no LMF/LNNano.

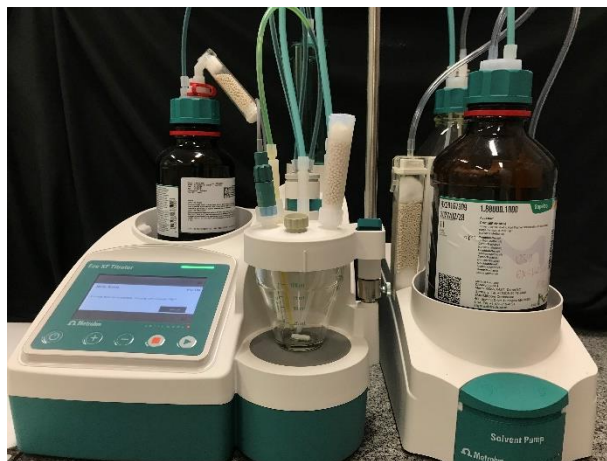


Figura 355. Imagem do equipamento Karl Fisher modelo ECO KF Titrator, utilizado para determinar a concentração de água em amostras diversas.

Divisão de Nanomateriais

Melhorias na instalação aberta em espectrometria de fotoelétrons excitados por raios X (XPS)

Em 2022, a instalação de Espalhamento de Raios-X e Espectroscopia do LNNano foi estruturada com melhorias técnicas e de infraestrutura para o recebimento do novo equipamento de espectrometria de fotoelétrons excitados por raios X (XPS) da marca SPECS modelo ARPES SPECS System. Este novo equipamento foi entregue em setembro de 2022 no CNPEM e será instalado e comissionado no primeiro semestre de 2023 para abertura para realização de experimentos para o segundo semestre de 2023. Todas as instalações de infraestrutura elétrica, gases inertes e resfriamento já foram instaladas na sala de Espalhamento de Raios-X e Espectroscopia para acomodar o novo equipamento. O XPS ARPES ampliará a gama de análises avançadas de caracterização de superfície com a realização de espectroscopia de fotoelétrons resolvida com o ângulo (*Angle-resolved photoemission spectroscopy*, ARPES) e espectroscopia de fotoelétrons excitados por ultravioleta (*Ultraviolet Photoelectron Spectroscopy*, UPS). Estas técnicas se destacam nas análises de materiais 2D e semicondutores permitindo o desenvolvimento de novas tecnologias especialmente nas áreas de energia.

Nova instalação aberta em microscopia eletrônica de duplo feixe

O LNNano disponibilizou para a comunidade científica em 2022 um novo microscópio eletrônico de duplo feixe modelo Thermo Fisher Scientific SCIOS 2 (Figura 356). Trata-se de um equipamento de alta resolução que combina um microscópio eletrônico de varredura com canhão FEG (*Field Emission Gun*) e um canhão de íons de Gálio (FIB – *Focused Ion Beam*). Este instrumento possui dez detectores para aquisição de imagens por elétrons secundários, retroespalhados e transmitidos, sendo três destes detectores instalados dentro da coluna de elétrons do microscópio, o que permite realizar análises com resolução de até 0,7 nm.

Além disso, o microscópio permite o preparo de seções transversais e amostras ultrafinas para microscopia eletrônica de transmissão, possuindo para isso dispositivos de deposição de Platina e Tungstênio, além de um sistema de nano manipulação de alta precisão. Diferente de outro

microscópio de duplo feixe já em operação no LNNano (Thermo Fisher Helios Nanolab 660), este novo sistema é capaz de operar com a amostra em ambiente de baixo vácuo, o que juntamente com outros recursos permite o preparo e análise de amostras não-condutivas e magnéticas, aumentando a diversidade de materiais com os quais o LNNano pode trabalhar.



Figura 356. Microscópio eletrônico de duplo feixe Thermo Fisher Scientific Scios 2 instalado no LNNano.

Instalação do detector direto de elétrons para 4D-STEM

Em outubro de 2022 foi instalado no microscópio eletrônico de transmissão duplamente corrigido Titan Cubed Themis (Thermo Fisher Scientific / FEI Company), o detector direto de elétrons EMPAD (Thermo Fisher Scientific) (Figura 357), para realizar análises de 4D-STEM. A microscopia eletrônica de transmissão em modo varredura (STEM) usa uma sonda convergente de elétrons para irradiar as amostras de espessuras nanométricas ao longo de uma área quadrada definida e assim obter imagens bidimensionais da área irradiada, a partir dos elétrons que atravessaram e foram espalhados pela(s) amostra(s), numa distribuição angular, que por sua vez vai depender da geometria do detector utilizado. Porém, o sinal capturado é integrado pelos detectores circulares e/ou anulares comumente utilizados, perdendo-se a informação angular do espalhamento dos elétrons do feixe.

A técnica de 4D-STEM consiste em usar um detector pixelado, ultra rápido e de grande amplitude dinâmica, para registrar em cada pixel da imagem (bidimensional do espaço real), um padrão de difração de elétrons (bidimensional do espaço recíproco), incluindo toda a distribuição angular do espalhamento e difração e seus correspondentes sinais mais intensos e mais fracos, por cada posição da sonda do feixe de elétrons ao longo da(s) área(s) irradiada(s). Assim, os dados obtidos têm uma dimensionalidade 4D.

Posteriormente esses dados podem ser processados para obter informações detalhadas adicionais quantitativas sobre as propriedades dos materiais como deformação, orientação, campos elétricos ou magnéticos, aplicando diferentes máscaras que podem simular virtualmente diferentes tipos de detectores circulares e/ou anulares, segmentados ou não. A

técnica permite eventualmente também melhorar mais ainda a resolução ponto a ponto do microscópio.

Esta técnica 4D-STEM será disponibilizada à comunidade científica do país em 2023, logo após a capacitação interna e a realização do seu comissionamento.

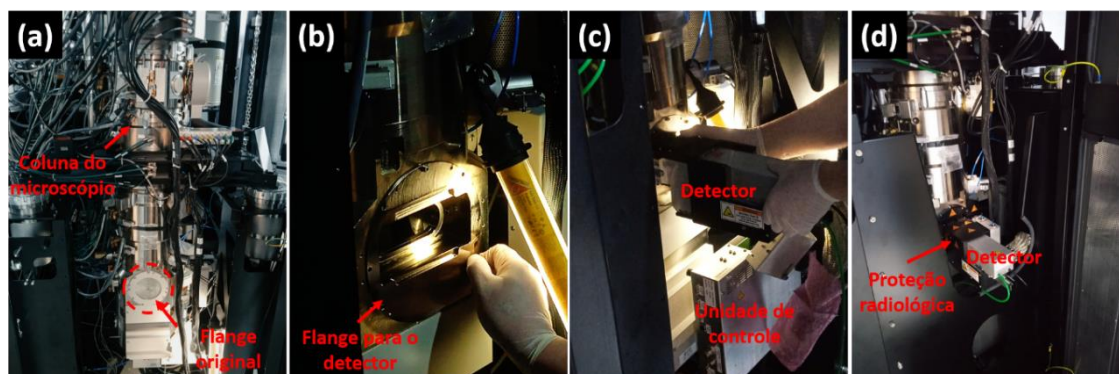


Figura 357. Registro fotográfico de algumas das etapas da instalação do detector direto de elétrons EMPAD (Thermo Fisher Scientific), no microscópio eletrônico de transmissão duplamente corrigido Titan Cubed Themis (Thermo Fisher Scientific/FEI Company), em outubro de 2022. Destacam-se (na cor vermelha) o flange original (a), a instalação do flange dedicado para a inserção do sensor do detector dentro da coluna do microscópio (b), a montagem do detector no flange respectivo (c) e a etapa final da montagem física do detector (d).

Microscopia de Força Atômica

O laboratório de microscopia de força atômica do LNNano dispõe de um microscópio de varredura por sonda Bruker NanoIR2-s adquirido pelo projeto SisNano em setembro de 2016 e disponível como Instalação aberta à comunidade científica desde 2017. Diversas propostas de pesquisas foram realizadas neste equipamento, com resultados publicados em periódicos, teses e eventos científicos.

O equipamento é o único no país que utiliza a técnica de nanoespectroscopia e imageamento de infravermelho termo expansível (AFM-IR). Também pode ser utilizado para varreduras ópticas de campo próximo (SNOM). Essas aplicações aliam a alta resolução espacial da microscopia de força atômica à técnica de espectroscopia de infravermelho (IR), permitindo a identificação química em nanoescala.



Figura 358. Microscópio de varredura por sonda Bruker NanoIR2-s do laboratório de microscopia de força atômica do LNNano.

Originalmente a faixa espectral permitida pelos lasers do equipamento era estreita, na região de 1000 cm^{-1} e 1540-1860 cm^{-1} , limitando as análises espectroscópicas. Buscando melhorar o desempenho instrumental, no primeiro trimestre de 2022, os lasers foram substituídos por outros, expandindo a faixa espectral permitida. Um dos lasers é do tipo cascata quântica (QCL), com faixa espectral na região de 950-1920 cm^{-1} e o outro do tipo oscilador paramétrico óptico (OPO), com faixa espectral na região de 2710-3690 cm^{-1} .

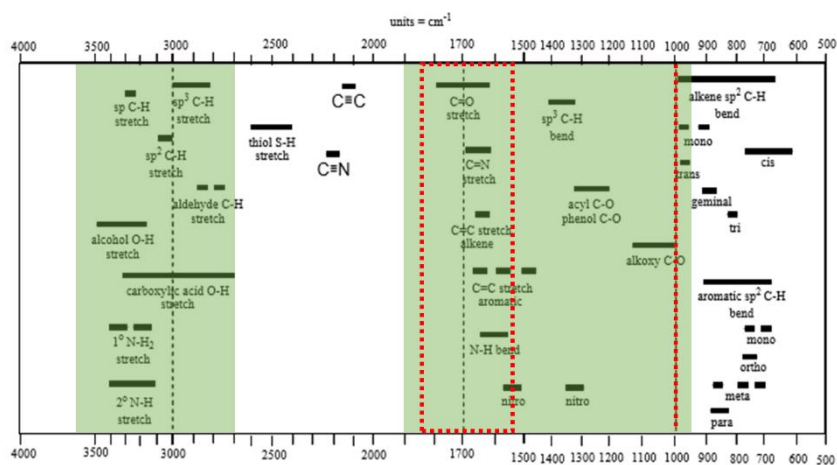


Figura 359. As regiões destacadas com as linhas tracejadas vermelhas indicam as faixas espectrais de operação dos lasers anteriores do equipamento (1000 cm^{-1} e 1540-1860 cm^{-1}), enquanto as regiões destacadas em verde indicam as faixas espectrais de operação dos novos lasers adquiridos (950-1920 cm^{-1} e 2710-3690 cm^{-1}).

No primeiro semestre de 2022 foi realizada a etapa de comissionamento. A partir do segundo semestre, o equipamento foi disponibilizado aos usuários da Instalação.

As Figura 360 e Figura 361, a seguir, ilustram os resultados obtidos com os novos lasers do equipamento. Trata-se de análises de AFM-IR de uma blenda polimérica de epóxi/polimetilmetacrilato (PMMA)/poliestireno (PS) e de SNOM de uma amostra de grafeno.

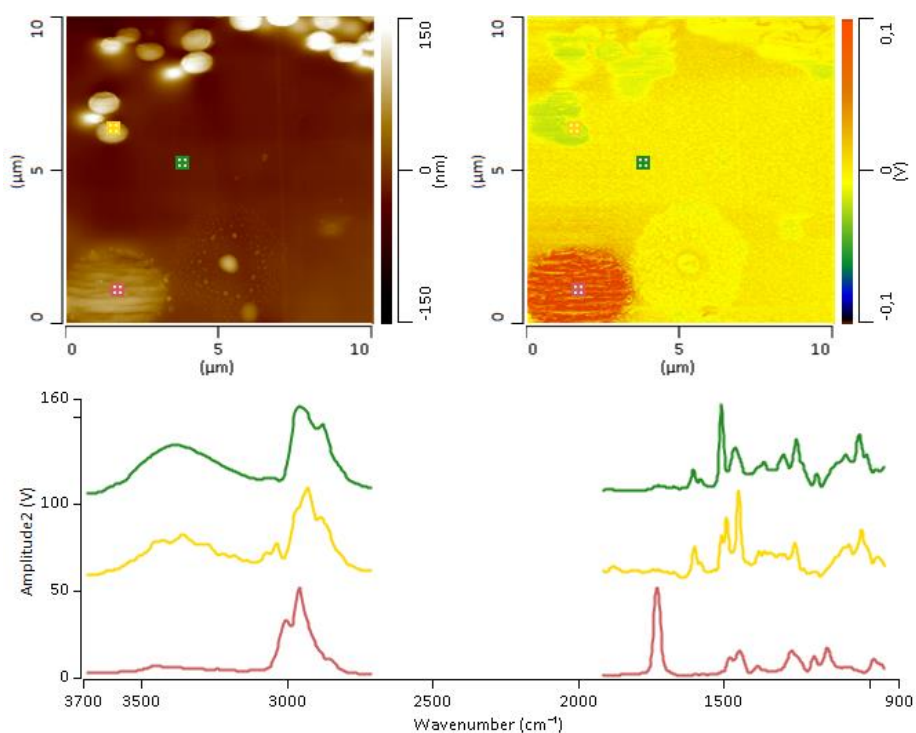


Figura 360. Resultados de AFM-IR de uma blenda polimérica de epóxi/PMMA/PS. A imagem superior à esquerda representa a topografia da amostra obtida por AFM. A imagem superior à direita representa o mapa de IR obtido no monitoramento da banda característica de 1730 cm^{-1} ($\nu\text{C}=\text{C}$) do PMMA. Os espectros foram adquiridos nos pontos indicados pela respectiva cor nas imagens.

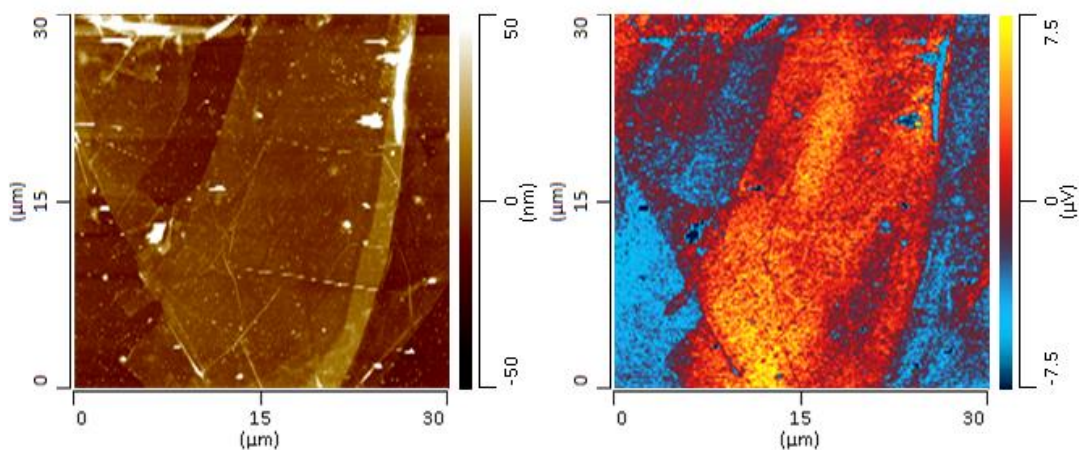


Figura 361. Resultados de SNOM de óxido de grafeno suportado em ZnS. A imagem à esquerda representa a topografia da amostra obtida por AFM. A imagem à direita representa a imagem óptica da iluminação da amostra em 980 cm^{-1} obtida por SNOM.

Divisão de Nanobiotecnologia

Laboratório de Processamento de Nanocompósitos

Entrou em operação uma nova instalação para processamento de nanocompósitos e materiais poliméricos (Figura 362). Estão disponíveis os seguintes equipamentos: 1) Extrusora dupla rosca; 2) Mini injetora; 3) Reômetro de torque; 4) Moinho micro pulverizador; 5) Mini extrusora DR164X; 6) Prensa compacta; 7) Moinho granulador de facas e 8) Homogenizadores.



Figura 362. Vista principal da entrada do Laboratório de Processamento de Nanocompósitos (esquerda) e equipamentos para produção e caracterização dos materiais (direita).

Criomicroscopia Eletrônica

Dentre as atualizações e infraestruturas adquiridas pela criomicroscopia eletrônica, que se consolidaram ao longo do último ano, destacam-se: operacionalização do detector direto de elétrons com filtro de energia, Bioquantum K3; instalação de um tanque de nitrogênio líquido próximo ao prédio do laboratório de criomicroscopia; aquisição de novos *dewars* para os criomicroscópios; implantação da área de preparo de amostras de nível de biossegurança 2; instalação de um storage de dados de 1,6PB.

Instalação do detector direto de elétrons com filtro em energia Bioquantum K3

A câmera K3 (Gatan) do sistema de detecção direta de elétrons com filtro em energia, instalado no microscópio Titan Krios G3i, vinha apresentando problemas desde o início de sua instalação. No fim de 2021 foi entregue uma nova câmera, sendo que a instalação só pôde ser iniciada em julho de 2022. A substituição foi finalizada em novembro de 2022 e a câmera encontra-se operacional, juntamente com o filtro de energia GIF Quantum.

Instalação de Tanque de nitrogênio líquido

Nos últimos anos, com a expansão das instalações do LNNano e a aquisição de novos microscópios e criomicroscópios, ocorreu um significativo aumento da demanda por nitrogênio líquido nos laboratórios de microscopia eletrônica, chegando a um consumo mensal de 4 a 5 mil litros/mês de nitrogênio líquido. Anteriormente, o ponto de abastecimento mais próximo estava localizado em outro prédio, demandando um percurso de cerca de 400 metros para abastecimento dos *dewars*. Além de ser uma atividade que envolve risco, esse deslocamento demanda um significativo envolvimento de pessoas de outras atividades. Com a instalação do tanque ao lado do prédio do LNNano, juntamente com um vaporizador atmosférico, foi possível

diminuir a alocação de pessoas e os riscos envolvidos na movimentação. Futuramente, a readequação de linha de N₂ gasoso permitirá maior pressão e estabilidade na linha central, possibilitando a substituição de ar-comprido, utilizado em diversos equipamentos, por nitrogênio gasoso, aumentando a durabilidade dos mesmos e eliminando o uso de compressores (Figura 363).



Figura 363. Imagem à esquerda: novo tanque de nitrogênio líquido do LNNano (2.500L) abastecendo um dewar de 240L. Imagem à direita: novos dewars de 300L para abastecimento dos criomicroscópios.

Novos dewars de nitrogênio líquido para os criomicroscópios

Foi realizada a aquisição de dois novos *dewars* de nitrogênio líquido com capacidade de 300L cada um (Figura XXB), em substituição aos atuais com capacidade de 240L, alugados da empresa White Martins. Os novos *dewars* permitirão uma autonomia maior de abastecimento dos dois criomicroscópios eletrônicos (Titan Krios G3i e Talos Arctica G2), que precisarão ser reabastecidos apenas uma única vez por semana. Também foram adquiridos quatro *dewars* menores de 4L cada, dedicados ao preparo de amostras criogênicas tornando muito mais prática e segura as preparações diárias das amostras criogênicas.

A área de preparação de amostras com Nível de Biossegurança 2 (NB2)

A área de preparação de amostras NB2 encontra-se em fase final de implementação e homologação, tendo a documentação sido enviada para a Comissão Técnica Nacional de Biossegurança - CTNBio.

Instalação de repositório de dados em rede (Network Attached Storage - NAS)

A coleta de dados nos criomicroscópios, para resolução de estruturas ou tomografia, gera grandes quantidades de dados, da ordem de Terabytes por proposta. Para atender a essa crescente demanda por capacidade de armazenamento, foi instalado o *Network Attached Storage* (NAS), composto por um Storage com capacidade bruta de 2 Petabytes (PB) e líquida de 1.6 PB, e sistema de arquivos distribuído (*Distributed Filesystem*) BeeGFS. Com isso foi possível aumentar a capacidade de armazenamento de dados do Cluster do LNNano, que passou de 480 TB líquidos para aproximadamente 2.1 PB líquidos. A instalação física ocorreu em julho e a instalação lógica (RAID, sistema de arquivos, montagem de volumes, compartilhamento etc.), foi finalizada em dezembro.

Fotoeletroquímica

No ano de 2022 uma nova instalação dedicada a produção de hidrogênio verde foi aberta a comunidade científica. O Laboratório de Fotoeletroquímica (FTQ), como foi chamado, está equipado com toda infraestrutura necessária para a fabricação de filmes nanoestruturados em diferentes plataformas e dimensões via rota química.

O FTQ possui uma sala escura preparada para caracterização eletroquímica e fotoeletroquímica, com potenciostatos/galvanostatos acoplados a espectrofotômetros e cromatógrafos (análise de gases) para monitoramento in situ de processos de (foto)eletrólise (geração de gás Oxigênio e Hidrogênio), de fotodegradação sob influência de luz solar simulada ou radiação ultravioleta. Contém potenciostatos com acessórios para caracterização por espectroscopia de impedância eletroquímica, gaiola de Faraday, os experimentos podem ser realizados em condições sem e com iluminação utilizando simuladores solares (certificados e com diferentes filtros para simularem diferentes condições de irradiação). Também é possível realizar caracterizações óticas, elétricas (espectroscopia de impedância elétrica) e fotodegradação e eletrólise em materiais na forma de pós, pois os equipamentos destacados acima foram adquiridos com acessórios que permitem essas análises. O laboratório possui um sistema para análise de dinâmica de carga utilizando técnica espectroscópica que combina monitoramento da resposta elétrica e ótica por luz modulada (LEDs com diferentes comprimentos de onda), e um equipamento para monitoramento da eficiência quântica dos materiais monitorando a razão de fótons absorvidos e convertidos em fotocorrente.

Em resumo, o laboratório oferece uma infraestrutura bastante versátil para caracterizações eletroquímicas e fotoeletroquímicas, principalmente com foco em compreender os fenômenos que limitam potenciais materiais para aplicação como fotoeletrodos para geração de H₂ por eletrolise assistida por luz solar.

Treinamento, Educação e Extensão

Seminários e Palestras

Durante o ano de 2022, o LNNano organizou semanalmente seminários para toda a comunidade do CNPEM. As apresentações foram realizadas tanto por pesquisadores do CNPEM, quanto por convidados de instituições externas, com o objetivo de divulgar e propor a discussão de temas relacionados às pesquisas do LNNano e de relevância para o Centro, promovendo integração e colaborações entre os Laboratórios Nacionais. Na Tabela abaixo, segue a lista dos eventos organizados em 2022:

Tabela 12. Seminários internos do LNNano em 2022

Data	Apresentação	Título
03/02/2022	Dra. Patrícia Toledo - CNPEM	"Superando o vale da morte: como converter mais invenções em inovações"
10/02/2022	Dr. Renato Sousa Lima / LNNano	"Biossensores eletroquímicos para o mundo real"
17/02/2021	Alisson Ronieri Cadore - Universidade Presbiteriana Mackenzie-SP	"O uso de materiais 2D em heteroestruturas de van der Waals e suas aplicações em nanoeletrônica"
24/02/2022	Murilo Santhiago / LNNano	"Obtenção de monocamadas de dissulfeto de molibdênio com alta razão de aspecto para estudos eletroquímicos na área de energia"
17/03/2022	Prof. Dr. Jose Antonio Souza - Universidade Federal do ABC	"A Semiconducting Family for the New Generation of Optoelectronic Devices: Hybrid Halide Perovskites"
24/03/2022	Prof. Assoc. Hudson W. P. Carvalho Universidade de São Paulo, Centro de Energia Nuclear na Agricultura	"Nanomateriais na Agricultura"
31/03/2022	Prof. Dr. Francisco Paulo Marques Rouxinol - UNICAMP	"Quantum Sensing Applications using Macroscopic Scale Elements"

08/04/2022	Prof. Dr. Juan Andrés - Department of Physical and Analytical Chemistry, Universitat Jaume I, Spain.	"Origami/Kirigami during the Morphology Mapping of Synthetized (Nano)crystals"
28/04/2022	Prof. Ana Flavia Nogueira Laboratório de Nanotecnologia e Energia Solar, University of Campinas (UNICAMP)	"In situ experiments using Synchrotron radiation: an experience with halide perovskites"
05/05/2022	Profa. Dra. Lara Kühl Teles Dep. de Física - Instituto Tecnológico de Aeronáutica - ITA	Accurate and Efficient Approximate Quasiparticle DFT-1/2 Band Structure Calculations applied to Perovskites
12/05/2022	Prof. Ado Jorio - Universidade Federal de Minas Gerais	"Nano-Optics of Two-dimensional Systems"
19/05/2022	Prof. Alexander Weber- Bargioni - Lawrence Berkeley National Laboratory - Estados Unidos	"Engineering heterostructures in 2-D solids to define new localized quantum states with quantum coherent properties"
26/05/2022	Andre Saraiva - UNSW Sydney - Austrália	"Quantos qubits eu preciso?"
02/06/2022	Marcelo L. Peres - Unifei	"Magnetotransport measurements for detection of Dirac fermions in topological insulators"
09/06/2022	Fernando Stavale Brazilian Center for Research in Physics, Rio de Janeiro	"Core-level binding energy shifts between Interior, Terrace and Edge Atoms in MnO(001) thin films"
23/06/2022	Edson Roberto Leite LNNano	"Visualization of the sintering and the desintering in nanoceramics with atomic resolution"
30/06/2022	Lucas Sassi - Universidade Nacional de Singapura	"Métodos de Síntese para a Integração de Dicalcogenetos de Metais de Transição à Dispositivos Eletrônicos e Opto-Eletrônicos"
14/07/2022	.James M. LeBeau - Massachusetts Institute of Technology	"Connecting atomic scale chemistry and structure in bulk and thin film relaxor ferroelectrics using scanning transmission electron microscopy"

21/07/2022	Francesco Tumino - Department of Energy, Politecnico di Milano	"In-situ growth and nanoscale investigation of metal-supported low-dimensional materials"
28/07/2022	Koiti Araki - Instituto de Química, Universidade de São Paulo	"Insumos para o Desenvolvimento de Produtos Nanotecnológicos"
04/08/2022	Bruna F. Baggio - University of Liverpool	"STM Studies of Single-Molecules: Cobalt Porphyrins Deposited on Cu ₂ N and Cu ₃ N Ultrathin Insulating Films"
11/08/2022	Leonardo Fernandes Fraceto - UNESP	"Nanotecnologia e Agricultura: do desenvolvimento à avaliação dos mecanismos de ação de nanopesticidas"
17/08/2022	Dra. Camila Guindani - Instituto Alberto Luiz Coimbra de Pós-Graduação e Pesquisa em Engenharia, Universidade Federal do Rio de Janeiro (PEQ/COPPE/UFRJ).	"Polímeros e nanocompósitos poliméricos projetados para aplicações biomédicas"
18/08/2022	Dr. Marcos Vinicius Lorevice - LNNano	"Processing strategies to build on-demand properties and functionalities of bio-nanocomposites"
22/08/2022	Dr. Gabriel Ravanhani Schleder - Harvard University	"Convergence of theory, simulations, experiments, and data science for materials and nanoscience"
25/08/2022	Dr. Marcelo Carmo - Nel Hydrogen – USA	"Next-Generation of Materials and Components for green-Hydrogen using Water Electrolyzers"
29/08/2022	Filipe Matusalem - Instituto de Física "Gleb Wataghin," Universidade Estadual de Campinas, UNICAMP, Brazil	"Mobilidade de discordâncias em gelo superiônico via técnicas de aprendizado de máquina"
01/09/2022	Gustavo Wiederhecker - Instituto de Física "Gleb Wataghin" - IFGW – Unicamp	"Harnessing optical non-linearities with integrated photonic structures"

08/09/2022	Jefferson Bettini - LNNano	"Estudo por microscopia eletrônica de transmissão em nucleação e cristalização de materiais vítreos/amorfos: aspectos cinéticos e termodinâmicos"
15/09/2022	Juliana Bernardes - LNNano	"Transformando celulose em nanoestruturas para a produção de materiais renováveis"
22/09/2022	Prof. Fabio Biscarini - University of Modena and Reggio Emilia - Italy	"Reduced Graphene Oxide Electrolyte-Gated Transistor Immunosensor for Anti-Drug Antibody Detection"
13/10/2022	Dr. Bruno D. Mattos, Aalto University - Finland	"Nanocelulose como um adesivo estrutural para o preparo de materiais e sistemas superestruturados"
14/10/2022	Dra. Elisa S. Ferreira - University of British Columbia, Canadá	"Repensando as propriedades da celulose para a síntese de materiais"
20/10/2022	Fernando Aparecido Sigoli - Unicamp	"Engineering core@multishell lanthanide doped nanoparticles applied to optical probes"
21/10/2022	Luiz Galvão Tizei - Université Paris-Saclay	meV-resolved electron energy loss spectroscopy (EELS) and breaking its limits using time-resolved experiments'
27/10/2022	Christiano José Santiago de Matos - Universidade Presbiteriana Mackenzie	"Materiais 2D: da caracterização óptica à aplicação fotônica"
03/11/2022	Luiz F. Zagonel - Departamento de Física Aplicada - Instituto de Física Gleb Wataghin - Universidade Estadual de Campinas	"Using an Scanning Tunneling Microscope to excite" light emission from 2D materials
09/11/2022	Renato Cerqueira - IBM Research Brazil	"Acelerando a descoberta de novos materiais com sistemas baseados em cocriação Humano-IA"
10/11/2022	Amauri Jardim de Paula - Illum School of Science / CNPEM - Department of	"Como o computador lê um artigo científico?"

	Physics / Universidade Federal do Ceará	
17/11/2022	Ítalo Ricardo Serrão Bezerra - LNNano	"Electrochemical Biosensor Loading Nature-Inspired Peptide toward the Widespread Use of COVID-19 Antibody Tests"
01/12/2022	Prof. Antonio Ferreira da Silva - Instituto de Física da UFBA	"Materiais Funcionais para o Desenvolvimento de Pesquisas Básicas e Aplicadas e suas Possibilidades em Nichos Tecnológicos"

Eventos realizados em instituições externas que pesquisadores do LNNano participaram em 2022:

- Building the Brazilian infrastructure for nanosafety data management. Nano Week, Limassol-Cyprus, 20/06/2022, Diego Martinez.
- Interação de Nanomateriais com Biosistemas e Inovação Sustentável. X Workshop da PPG-Nanociências, UFN, Santa Maria-RS, 24/08/2022, Diego Martinez.
- Interação de nanomateriais com biosistemas e ambiente: Ciência para Inovação, Segurança e Sustentabilidade. Seminário Diplomação de Membros Afiliados da ABC (Regional São Paulo), CNPEM, Campinas-SP, 21/09/2022, Diego Martinez.
- Carbon nanomaterials: Interactions with biosystems and ecotoxicity. UFG, Goiânia-GO, 03/10/2022, Diego Martinez.
- Graphene-based materials: from single to mixture ecotoxicity and challenges for nanoinformatics. Beilstein Nanoinformatics Symposium, Ruedesheim-Germany, 13/10/2022, Diego Martinez.
- Nanotoxicologia. I Simpósio de Nanotecnologia aplicada na Medicina e ao Agronegócio, IFSC-USP, São Carlos-SP, 22/11/2022, Diego Martinez.
- Histórico e perspectivas de biocarbonos nanoestruturados para remediação ambiental, Mathias Strauss, Escola Sirius para Professores do Ensino Médio, julho/22.
- "Achievements and Planed Activities" - Rodrigo V. Portugal - Microbes/Cyted virtual meeting – Universidade Nova de Lisboa, Lisboa, Portugal - Online - 21/01/2022
- "Cryogenic Electron Microscopy: What is Cryo-EM ??" - Marin van Heel – IBM Visit to CNPEM - LNNano/CNPEM - 07/03/2022

- Bernardes, JS, Transformando o bagaço de cana-de-açúcar em nanoestruturas para a produção de materiais renováveis, Nanotecnologia a tecnologia dos átomos, Ciclo ILP-FAPESP de Ciência e Inovação, 28 de março de 2022.
- Bernardes, JS. Nanoestruturas para a produção de materiais renováveis. Seminário no Mackgraph, 12 de maio de 2022
- Bernardes JS, Transformando celulose em nanoestruturas para a produção de materiais renováveis, III Congresso Digital de Nanobiotecnologia e Bioengenharia, 10 de junho de 2022.
- Bernardes JS, Nanoestruturas para a produção de materiais renováveis, 25° Semana de Engenharia Química da Unicamp, 10 de junho de 2022.
- Bernardes JS, Production of cationic NFC-based microfibers by polyelectrolyte complexation, 25th Brazilian MRS Meeting, 27th September 2022.
- Pinto, L.O. Confocal laser scanning microscopy as useful technique for continuous evaluation of lignin removal from sugarcane bagasse cell wall, 25th Brazilian MRS Meeting, 29th September 2022.
- Nascimento, D. M. Synthesis of low-solid content bioadhesive complexes via electrostatic self-assembly, Brazilian MRS Meeting, 26th September 2022.
- Seminário apresentado na UNESP – Campus Bauru intitulado “Solution-gated Transistors: A powerful tool to electrically characterize thin films of molecular semiconductors, 2D materials, and to develop (bio)sensors” em 14 de Abril de 2022. Apresentador: Rafael Furlan de Oliveira (Presencial).
- Seminário apresentado na Escola de Engenharia da USP – Campus Lorena intitulado “Introdução à Fabricação de Dispositivos” em 20 de Maio de 2022. Apresentador: Rafael Furlan de Oliveira (Presencial).
- Seminário apresentado na VI Semana de Física do IFSP Câmpus Votuporanga intitulado “Laboratório Nacional de Nanotecnologia: Instalações abertas e introdução à fabricação de dispositivos” em 14 de Junho de 2022. Apresentador: Rafael Furlan de Oliveira (Presencial).
- Seminário apresentado aos alunos da ILUM intitulado “Introdução à Fabricação e Caracterização de Dispositivos” em 24 de Junho de 2022. Apresentador: Rafael Furlan de Oliveira (Presencial).
- Seminário apresentado no grupo do Prof. Osvaldo N. de Oliveira Jr. do Instituto de Física de São Carlos (USP/São Carlos) intitulado “Solution-processed 2D materials and devices thereof” em 07 de Julho de 2022. Apresentador: Rafael Furlan de Oliveira (Remoto).

- Seminário apresentado VI Curso de Introdução à Nanotecnologia & Nanotoxicologia do LNNano intitulado “Nanobioeletrônica” em 18 de Agosto de 2022. Apresentador: Rafael Furlan de Oliveira (Remoto).
- Seminário apresentado em reunião no LNNano intitulado “Tecnologias habilitadores – Micro e Nanofabricação de Dispositivos” em 05 de Setembro de 2022. Apresentador: Rafael Furlan de Oliveira (Presencial).
- Seminário apresentado XVI Semana Acadêmica de Química e XI Semana da Pós-graduação em Química (Florianópolis) intitulado “Laboratório Nacional de Nanotecnologia: Instalações abertas e introdução à fabricação de dispositivos” em 16 de Setembro de 2022. Apresentador: Rafael Furlan de Oliveira (Remoto).
- Seminário apresentado no XX Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais (SBPMat) intitulado “Reduced graphene oxide solution-gated transistors for wearable chemical sensing technologies” em 27 de Setembro de 2022. Apresentador: Rafael Furlan de Oliveira (Presencial).
- Seminário apresentado no XV Simpósio Brasileiro de Engenharia Física e IX Semana de Engenharia Física (XV SBEF & IX SEMEF) intitulado “Solution-gated Thin Film Transistors: Principles and Applications” em 07 de Novembro de 2022. Apresentador: Rafael Furlan de Oliveira (Presencial).
- Seminário apresentado em visita técnica ao INL – International Iberian Nanotechnology Laboratory (Braga/Portugal) intitulado “Brazilian Nanotechnology National Laboratory (LNNano): Open Facilities & Opportunities for Collaboration” em 15 de Novembro de 2022. Apresentador: Rafael Furlan de Oliveira (Presencial).
- ESPEM Escola Sirius para professores do Ensino Médio, realizada em formato virtual de 25 a 29 de julho de 2022 pelo Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM). Título da palestra: “Sensores vestíveis em folhas para o monitoramento de plantas”.
- Apresentação oral no 20th Meeting of The Brazilian Materials Research Society (B-MRS) and The Brazilian Materials Research Society (SBPMat; XX B-MRS Meeting - SBPMat). Foz do Iguaçu-PR, Brasil, de 25 a 29 de September de 2022. Título da apresentação: “Real-Time and In-Situ Monitoring of the Synthesis of Silica Nanoparticles”. Palestrante: Larissa F. Ferreira.
- Apresentação oral no Encontro Nacional de Química Analítica (20° ENQA) e Congresso Ibero-Americano de Química Analítica (8° CIAQA). Bento Gonçalves-SR, Brasil, de 25 a 28 de maio de 2022. Título da apresentação: “Peptide-based electrochemical biosensing for use in COVID-19 antibody tests”. Palestrante: Ana C. H. Castro-Kochi.
- Apresentação de um seminário no Programa de Pós-graduação em Física da Universidade Federal do Amazonas (UFAM) sobre “O uso de materiais 2D em heteroestruturas de van der Waals e suas aplicações em nanoeletrônica”. Apresentação de uma palestra oral convidada junto ao SBPMat 2022 e uma oral junto ao BWSP 2022. Palestrante: Alisson R. Cadore

- Apresentação de um seminário no Programa de Pós-graduação em Física da Universidade Federal do Amazonas (UFAM) sobre “O uso de materiais 2D em heteroestruturas de van der Waals e suas aplicações em nanoeletrônica”. Apresentação de uma palestra oral convidada junto ao SBPMat 2022 e uma oral junto ao BWSP 2022. Palestrante: Alisson R. Cadore.
- Palestra on-line apresentado no Instituto de Físico-Química da Academia de Ciências da Polônia em Varsóvia. Título: “Ultra-large supported and free-standing MoS₂ monolayers obtained by electrochemical routes”. Palestrante: Murilo Santhiago
- Palestra convidada na 45th Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química (SBQ) em Maceió-AL. Título: “Electrochemical thinning of molybdenum disulfide on gold surfaces: toward millimeter-scale monolayers”. Palestrante: Murilo Santhiago
- Seminário on-line apresentado na Escola Sirius para Professores de Ensino Médio (ESPEM 2022). Título: “Esfoliando grafite sobre papel: Uma abordagem simples para contextualização de dispositivos condutores em sala de aula”. Palestrante: Murilo Santhiago
- Seminário apresentado na Escola EEB Honório Miranda em Gaspar-SC como parte do evento da Cápsula da Ciência. Título da palestra: Cápsula da Ciência: CNPEM em turnê. Palestrante: Murilo Santhiago
- Seminário apresentado no Instituto de Química da Universidade de São Paulo (IQ-USP), São Paulo-SP. Título: “Electrochemical preparation and defect engineering of ultra-large MoS₂ monolayers on gold surfaces”. Palestrante: Murilo Santhiago
- Seminário on-line apresentado no Instituto de Química da Universidade Federal do Rio Grande do Sul. Título: “Defect engineering in molybdenum disulfide (MoS₂) toward hydrogen production: from bulk to monolayer”. Palestrante: Murilo Santhiago

Ações de Capacitação

Abaixo estão descritas as ações de capacitação realizadas pelo LNNano em 2022:

VI Curso de Introdução – Nanotecnologia & Nanotoxicologia, 18 e 19/08/2023. LNNano/CNPEM, Campinas, SP.

- Durante a rotina de atendimento das propostas de pesquisa, foram treinados usuários de diferentes universidades e grupos de pesquisa. Estes foram capacitados para o preparo de amostras, por contrastação negativa (*negative staining*) e criomicroscopia, e operações dos criomicroscópios para a aquisição de imagens.
- A equipe de especialistas em criomicroscopia recebeu o treinamento para uso do sistema de detecção direta de elétrons K3 com filtro em energia (Bioquantum K3), dos especialistas das empresas GATAN (EUA) e Thermo Fisher Scientific (EUA). Este sistema está instalado no Titan Krios, e permite a coletas de dados destinadas a resolução de estruturas (proteínas, complexos proteicos e vírus) e coletas para crio-tomografia. Um diferencial desse sistema é

a utilização de um filtro em energia, que permite a obtenção de imagens da maior qualidade, refletindo numa melhor resolução das estruturas produzidas.

- Foi realizado o Cryo-EM Workshop, de 29 de novembro a 01 de dezembro de 2022, de forma presencial no LNNano, que contou com 25 participantes. O *workshop* abordou todas as atividades de rotina para o uso de criomicroscopia eletrônica, com aulas práticas de preparo de amostra, operação dos microscópios, coleta de dados para resolução de estruturas, tomografia e processamento de dados.
- O pesquisador Rafael Furlan de Oliveira participou como palestrante nos eventos virtuais de capacitação oferecidos pelo CNPEM como a Escola Sirius para Professores do Ensino Médio – ESPEM (Julho) e o VI Curso de Introdução – Nanotecnologia & Nanotoxicologia (Agosto).
- Disciplina ministrada no Programa de Pós-Graduação em Nanociências e Materiais Avançados (PPG-NMA) da Universidade Federal do ABC. Disciplina “NMA-226:
- Caracterização de Nanoestruturas e Materiais Funcionais”. 20 de setembro a 06 de dezembro de 2022. Professores: Renato S. Lima, Murilo Santhiago, Rubia F. Gouveia e Juliana da S. Bernardes.
- Treinamento básico em segurança química oferecido a todos os colaboradores do LNNano. Data: Novembro/2022. Palestrante: Mariane Peres Pereira
- Realização do I Minicurso de Função de Distribuição de Pares em Difração de Elétrons (ePDF)

A divisão de nanomateriais do LNNano realizou de 10 a 11 de outubro de 2022 um minicurso de Função de Distribuição de Pares em Difração de Elétrons (ePDF). O evento baseou-se na introdução à técnica de ePDF que auxilia na determinação atômica estrutural de nanomateriais e materiais amorfos. O ePDF possui uma maior facilidade de interpretação dos dados de distâncias interatômicas, o que facilita na criação do modelo cristalográfico. O curso apresentou desde os aspectos experimentais de coleta de dados, tratamento de dados de difração de elétrons e aquisição da função ePDF. Foram palestrantes, além dos pesquisadores e especialistas do LNNano, o Prof. Dr. Simon Billinge (Columbia University dos Estados Unidos) e do Prod. Dr. Prof. Reinhard Nader (University of Erlangen-Nuremberg da Alemanha). Dessa forma, a disseminação do conhecimento adquirido na aquisição e tratamento de dados de ePDF pelos colaboradores do CNPEM permitirá que a comunidade científica brasileira utilize das instalações abertas do CNPEM para aquisição de uma técnica atual e em evolução na comunidade internacional.



Figura 364. Foto dos participantes do primeiro minicurso de Função de Distribuição de Pares em Difração de Elétons (ePDF), ministrado de 10 a 11 de outubro de 2022, no LNNano.

Realização de workshop online para preparação de usuários externos

A divisão de nanomateriais do LNNano realizou no início de 2022 um *workshop* de preparação para os usuários que tiveram proposta de pesquisa aprovada para execução ao longo do ano em microscopia eletrônica de varredura e duplo feixe. Neste evento online a equipe interna realizou ao longo de um dia diversos seminários para preparar os usuários para a chegada ao CNPEM, apresentando as regras de segurança que devem ser seguidas, os aspectos operacionais das instalações abertas, como as amostras devem ser preparadas antes dos usuários virem ao laboratório e detalhes teóricos e práticos sobre as técnicas analíticas que seriam executadas no LNNano.

Realização de workshop de usuários externos, sobre projetos de longa duração

Em 07 de abril de 2022 foi realizado no LNNano, um *workshop* de 8 horas de duração, sobre as perspectivas e os mecanismos possíveis de implementação da modalidade 'Projetos de Longa Duração', para o atendimento de pesquisas em ciência dos materiais, que requeiram a aplicação das técnicas de caracterização da microscopia eletrônica de transmissão do LNNano, ao longo de um tempo maior que um ou dois semestres consecutivos. O evento contou com a presença de 14 pesquisadores professores de diferentes áreas do conhecimento científico e pertencentes a várias instituições do Brasil. Os pesquisadores convidados apresentaram os focos das suas respectivas pesquisas e a importância que tem a microscopia eletrônica para o avanço delas. Os representantes do LNNano apresentaram, por sua vez, as potencialidades das instalações em microscopia eletrônica e as perspectivas e necessidades de atualizar essa infraestrutura, para melhor atender as demandas apresentadas pela comunidade científica, assim como um programa de capacitação de operadores, por períodos prolongados e em vários níveis, para que possam realizar as próprias análises de forma completamente independente, sem a supervisão

dos especialistas em microscopia eletrônica do LNNano, flexibilizando e aumentando o tempo de acesso às instalações.

- V AFM WORKSHOP

O Laboratório de Microscopia de Força Atômica realizou nos dias 6 e 7 de julho de 2022 a quinta edição do AFM Workshop, retornando de maneira presencial e aberta a estudantes de pós-graduação, pesquisadores, técnicos e profissionais envolvidos em pesquisa, ensino e inovação na área de microscopia de varredura por sonda.



Figura 365. V Workshop de Introdução à Microscopia de Varredura por Sonda (SPM).

Os cursos foram ministrados por pesquisadores e especialistas do Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM) e por profissionais de empresas fabricantes de instrumentos.

O *Workshop* visou promover uma introdução às técnicas de microscopias de varredura por sonda, suas diferentes aplicações, assim como ao estado da arte da tecnologia nesta área. Além da oportunidade de treinamento dos usuários, este evento proporcionou a intensificação da relação usuário-Laboratório Nacional e a relação entre os usuários, recebendo participantes de norte a sul do país.

- LNNANO Minicurso Gwyddion de tratamento de imagens de SPM

Com o objetivo de promover uma introdução ao *software* Gwyddion de tratamento de imagens de microscopias de varredura por sonda, assim como apresentar as principais causas dos artefatos nas imagens, foi realizado um minicurso sobre o assunto no dia 8 de julho de 2022.



Figura 366. Minicurso Gwyddion de tratamento de imagens.

O evento foi aberto a convidados da área, abrangendo grupos de mais de 20 diferentes instituições brasileiras de pesquisa. O minicurso foi ministrado por especialistas e técnicos do Laboratório Nacional de Nanotecnologia (LNNano). Os participantes tiveram uma introdução à instrumentação, artefatos de imageamento, avaliação dos resultados quanto à necessidade de uma nova aquisição ou tratamento de dados, além de um treinamento nos principais recursos de tratamento de imagens adquiridas por microscopias de varredura por sonda.

Eventos Científicos

Abaixo estão listados os eventos científicos que colaboradores do LNNano participaram ao longo de 2022:

- VI Semana de Física do IFSP (Junho em Votuporanga/SP)
- Encontro da Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais - SBPMat (Setembro em Foz do Iguaçu/PR)
- XV Simpósio Brasileiro de Engenharia Física & IX Semana de Engenharia Física (Novembro em Lorena/SP). No evento da SBPMat, o pesquisador do LNNano organizou o simpósio R em eletrônica orgânica, fotônica e bioeletrônica.
- ESPEM Escola Sirius para professores do Ensino Médio, realizada em formato virtual de 25 a 29 de julho de 2022 pelo Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais (CNPEM).
- 45ª Reunião Anual da Sociedade Brasileira de Química. Maceió-AL, Brasil, de 31 de maio a 03 de junho de 2022. Participante: Renato S. Lima.
- Encontro Nacional de Química Analítica (20° ENQA) e Congresso Ibero-Americano de Química Analítica (8° CIAQA). Bento Gonçalves-SR, Brasil, de 25 a 28 de maio de 2022. Participante: Renato S. Lima.

- 20th Meeting of The Brazilian Materials Research Society (B-MRS) and The Brazilian Materials Research Society (SBPMat; XX B-MRS Meeting - SBPMat). Foz do Iguaçu-PR, Brasil, de 25 a 29 de September de 2022.
- Participação como apresentador em dois eventos internacionais, BWSP e SBPMat 2022. Participação de Alisson R. Cadore.
- Murilo Santhiago foi organizador do evento ESPEM 2022 - Escola Sirius para Professores do Ensino Médio (ESPEM) no período de 25 – 29 de julho de 2022. O evento foi conduzido de maneira remota.
- Foi promovido o primeiro Workshop de Hidrogênio Verde no CNPEM. Neste evento fechado, com a participação de lideranças na área acadêmica no tema e empresas dos setores petroquímicos e de energias renováveis, foi discutido profundamente o cenário da produção de H₂ verde e também o desenvolvimento das tecnologias no país. A participação do vice diretor da Associação Brasileira de H₂ e diretor do INMETRO trouxe uma riqueza em detalhes a respeito do processo de regulamentação dessa tecnologia, hoje um dos gargalos para iniciar a produção e exportação dessa “*commodity*” de alto valor agregado. Além do ponto central que é mitigar emissão de CO₂, suprimindo o crescimento do aquecimento global, foi amplamente debatido quais setores podem ser mais positivamente impactado com a produção H₂ verde. Ainda nesse mesmo tópico foi discutido qual seria o principal uso do H₂ no Brasil, tendo grande apelo hoje na produção de fertilizantes, que poderia auxiliar a nos tornar autossuficiente, considerando que hoje o Brasil importa cerca de 70% do fertilizante. O mais interessante é que o Brasil se tornaria autossuficiente na produção de fertilizante usando insumos obtidos a partir de processos com baixa emissão de carbono, duplamente eficaz.
- "Cryogenic Electron Microscopy" - Rodrigo V. Portugal - V Simpósio de Biotecnologia Vegetal – Universidade Federal do Ceará, CE, Brasil - Online - 09/02/2022
- "Cryogenic Electron Microscopy - History, Present and Future" - Marin van Heel - FY2021 Cryo-Electron Microscopy Course - Okinawa Institute of Science and Technology (OIST) - Okinawa, Japão e online – 02/03/2022
- "Expanding Latin American Cryo-EM Biomedical Research" - Marin van Heel - Expanding Global Access to Bioimaging Kickoff Meeting – Chan Zuckerberg Initiative - Online – 23/02/2022
- "Expanding Latin American Cryo-EM Biomedical Research" - Marin van Heel - Proyectos latinoamericanos del programa CZI Expanding Global Access to Bioimaging 2022 - Latin America Bioimaging/LABI CZI - Online - 19/04/2022
- "CeBEM Node at LNNano/CNPEM" - Rodrigo V. Portugal - Kick off meeting of the project "Building Bioimaging capacity in South America: Mercosur Center for Structural Biology (CEBEM)" – CEBEM CZI – Rosario, Argentina e online - 02/09/2022

- "Using (cryogenic) electron microscopy to study biological macromolecules" - Rodrigo V. Portugal - International workshop on high resolution microscopy applied to biomedical research – BioImNet CZI – Belo Horizonte, MG, Brasil e Online - 27/09/2022
- "Integrated RI Ecosystem: the context of Cryo-EM in Brazil" - Rodrigo V. Portugal – International Conference on Research Infrastructures 2022 – European Commission – Brno, Czech Republic – 19-21/10/2022
- "Local Cross Information of Cryo-EM structures of the SARS-CoV2 Spike Protein" - Sayan Bhakta – Simpósio da Sociedade Brasileira de Microscopia e Microanálise em Ciências da Vida – SBMM - Fortaleza, CE, Brasil – 16-18/11/2022
- "Criomicroscopia eletrônica para análise estrutural de proteínas" - Rodrigo V. Portugal – Simpósio da Sociedade Brasileira de Microscopia e Microanálise em Ciências da Vida – SBMM - Fortaleza, CE, Brasil – 16-18/11/2022
- "Mesa redonda: criomicroscopia no Brasil e no mundo" - Rodrigo V. Portugal – Simpósio da Sociedade Brasileira de Microscopia e Microanálise em Ciências da Vida – SBMM - Fortaleza, CE, Brasil – 16-18/11/2022
- "Mesa redonda: centros multiusuários nacionais" - Rodrigo V. Portugal – Simpósio da Sociedade Brasileira de Microscopia e Microanálise em Ciências da Vida – SBMM - Fortaleza, CE, Brasil – 16-18/11/2022
- "An overview of Cryo-EM applied to structural biology" – Rodrigo V. Portugal - International Workshop in Microscopy Techniques: from Electron to Intravital Microscopy – Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto/USP - Ribeirão Preto, SP, Brasil – 23/11/2022
- "Cryo-EM: A cool technique with a rich past and a very promising future" - Marin van Heel - Cryo-EM Workshop – LNNano/CNPEM, Campinas, Brasil – 29/11-01/12/2022
- Membro da comissão do IV Congresso de Estudantes do CNPEM (CEC). 2022. (Congresso).
- ESPEM - Escola Sirius para professores do ensino médio. Biopolímeros extraídos da natureza para a produção de novos materiais sustentáveis. 2022. (Congresso).

Orientação e Supervisão

- Orientação de mestrado concluída. Aluna: Caroline Yumi Nakiri Nicoliche. Título do projeto: "Formação in-situ de nanofilme em papel pirolisado 3D para análises eletroquímicas em fluidos biológicos complexos". 2022. Dissertação (Mestrado em Pós-graduação em Química). Instituto de Química (IQ), Universidade Estadual de Campinas. Orientador: Renato Sousa Lima.
- Em 2022, o pesquisador Murilo Santhiago supervisionou três estagiários e dois alunos de doutorado. Uma estagiária concluiu suas atividades de pesquisa em 2022.

- Explorando efeitos de longo prazo de (nano)biochar em solo: Correlações entre química de materiais e ecotoxicologia, Bolsista PIBIC/CNPEM: Luiza Boff, Orientador: Mathias Strauss
- Interações moleculares e nanométricas em materiais híbridos de óxido de grafeno e lignina, Bolsista PIBIC/CNPEM: Guilherme Albanese Trotta, Orientador: Mathias Strauss
- Gabriele Polezi. Interação entre nanocelulose e materiais de carbono. Início: 2022. Dissertação (Mestrado em Nanociências e Materiais Avançados) - Universidade Federal do ABC. (Orientadora: Juliana S. Bernardes);
- Rafael Giovanini de Lima. Atividade antiviral de materiais preparados a partir de nanocelulose. Início: 2020. Tese (Doutorado em Nanociências e Materiais Avançados) - Universidade Federal do ABC, Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior. (Orientadora: Juliana S. Bernardes);
- Guilherme Fior Correa Ribeiro. Impressão 3D de tintas à base de nanocelulose: efeito da complexação eletrostática na produção de peças resilientes em meio aquoso. Início: 2021 - Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo. (Orientadora: Juliana S. Bernardes);
- Pedro Sales Toro Alonso. Métodos escalonáveis para produção de Nanocelulose a partir de bagaço de cana-de-açúcar. Início: 2022 - Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico. (Orientadora: Juliana S. Bernardes);
- Docente permanente junto ao Programa de Pós-graduação de Nanociência e Materiais Avançados da Universidade Federal do ABC - UFABC (2020-atual).
- (Mestrado) Júlia Batista Grillo Prado. Compósitos produzidos através de nanoestruturas renováveis. Início: 2022. Dissertação (Mestrado profissional em Nanociências e Materiais Avançados) - Universidade Federal do ABC. (Orientador).
- (Mestrado) Égon Piragibe Barros Silva Borges. Exploração morfológica e morfométrica de nanocompósitos porosos usando técnicas computacionais de segmentação de imagens. Início: 2021. Dissertação (Mestrado em Nanociências e Materiais Avançados) - Universidade Federal do ABC, Fundação de Amparo à Pesquisa do Estado de São Paulo. (Orientador).
- (Doutorado) Nadia Andrade Aleixo. Nanocompósitos baseados em espumas porosas de nanocelulose: alternativas ecossustentáveis para prevenção e purificação de meios aquosos contaminados com SARS-CoV-2. Início: 2020. Tese (Doutorado em Nanociências e Materiais Avançados) - Universidade Federal do ABC, Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior. (Orientador).
- (Iniciação Científica) Daniella Souza Santos. Exploração de estruturas porosas tridimensionais baseadas em nanocelulose e funcionalizadas com óxido de zinco, visando o fotossensoriamento. Início: 2022. Iniciação científica (Graduando em Química) - Centro

Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais, Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico. (Orientador).

- (Estágio de Férias) Caio Eduardo Palatin de Souza. A diversidade de aplicações de biopolímeros - Estágio de nível superior. 2022. Orientação de outra natureza. (ILUM - Escola de Ciência) - Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais. Orientador: Rubia Figueredo Gouveia.
- (Estagiária PUE) Gabriela Pereira de Freitas. Nanocompósitos poliméricos: um novo método de dispersão da nanocelulose. Início: 2022. Orientação de outra natureza. Centro Nacional de Pesquisa em Energia e Materiais. (Orientador).
- (Participações em Bancas de Doutorado) GOUVEIA, R.F.. Participação em banca de Aline Tiemi Sugano Segura Ramos. Efeitos da incorporação de celulose microfibrilada (CMF) e nanofibrilada (CNF) nas propriedades de adesivos de TPU dispersos em água. 2019. Exame de qualificação (Doutorando em Nanociências e Materiais Avançados) - Universidade Federal do ABC.
- Daniela Cristina Serdan – Mestrado - UFABC – Orientador Rodrigo V. Portugal (em andamento)
- Deborah Mendonça - Doutorado – IFSC/USP São Carlos – Co-orientador: Rodrigo V. Portugal (em andamento)
- Sayan Bhakta - Pós-Doutorado – LNNano/CNPEM - Supervisor: Marin van Heel (em andamento)
- O pesquisador Rafael Furlan de Oliveira orientou 2 alunos de iniciação científica, 4 estagiários (3 de nível superior e 1 de nível técnico), 1 aluno de doutorado (co-orientador), e supervisionou 1 pos-doutorando e 1 pesquisador visitante. O pesquisador participou ainda de 1 banca de mestrado, 1 banca de doutorado, 1 exame de qualificação de doutorado, 1 banca de trabalho de conclusão de curso.

Outros eventos

- Visitas institucionais do LNNano nas seguintes instituições no exterior: International Iberian Nanotechnology Laboratory - INL (Braga/Portugal), Centro de Nanotecnologia e Materiais Técnicos, Funcionais e Inteligentes – CENTI (Famalicão/Portugal), e ao Instituto de Telecomunicações & Universidade de Coimbra (Coimbra/Portugal). Pesquisador Rafael Furlan de Oliveira (Novembro/2022)
- Ciclo de seminários a pesquisadores do projeto temático coordenado pelo Prof. Dr. Osvaldo Novais de Oliveira Júnior, do Instituto de Física de São Carlos (IFSC) da Universidade de São Paulo (USP). Título do seminário: “Solutions toward the practical use of electrochemical biosensors at the point-of-care”. Palestrante: Renato Sousa Lima.
- Participação do 8º encontro do INCT Nanocarbono por Alisson R. Cadore.

- XX Brazil MRS Meeting, Mathias Strauss, Setembro/2022
- Pôster: Advances on the development of LLZO solid electrolytes for all solid-state lithium batteries by metalorganic decomposition (MOD), Mathias Strauss, XX Brazil MRS Meeting, Setembro/2022
- Pôster: Insights on the photoelectrochemical localized thinning of MoS₂: A dual task for an electrochemical cell for in situ Raman analyses, Mathias Strauss, XX Brazil MRS Meeting, Setembro/2022
- Pôster: Conversion of sugarcane residue into a novel biochar fertilizer with increased phosphorus use efficiency and plant yield, Bernardo M.M.N. Borges, Henrique C.J. Franco, Mathias Strauss, Outubro/2022
- Flash talk: Pyrolysis temperature dependent electrical anisotropy and hierarchical properties of biocarbons from wood cellulose, Marcus V. de Paiva, Jefferson Bettini, Felipe M. Colombari, Adalberto Fazzio, Mathias Strauss, H2Mat, Outubro/2022
- Sessão Design Thinking IBM, Mathias Strauss, Agosto/2022
- Participação no "CZI Imaging 2022 Annual Meeting" - Rodrigo V. Portugal e Marin van Heel - São Francisco, CA, USA – 9-12/05/2022

5. Engenharia e Tecnologia

Programas de P&D em Áreas Estratégicas

Subprograma de P&D em Supercondutividade

No que se refere ao subprograma de P&D em Supercondutividade, cabe destacar diferentes atividades ligadas à Supercondutividade, como o estudo e desenvolvimento de materiais supercondutores, além do estudo de dispositivos supercondutores com diferentes aplicações como SMES (*Superconducting Magnetic Energy Storage*), MRI (*Magnet Ressonance Imaging*), entre outros.

Em dezembro 2022, o projeto preliminar do *Wavelength Shifter Supercondutor (SWLS)* foi concluído. Esse dispositivo deve ser capaz de gerar um campo de pico superior a 6 T para ser usado como uma fonte de fótons de alta energia a ser instalada no Sirius. O projeto vem sendo desenvolvido em uma colaboração entre CNPEM e CERN (*European Organization for Nuclear Research*). O CERN tem tido papel fundamental nesse desenvolvimento, pois tem contribuído com o compartilhamento de conhecimento e vem guiando as equipes do CNPEM no projeto dos diferentes subsistemas do SWLS. Já está em negociação a prorrogação do acordo de colaboração para que o projeto caminhe para a fase de projeto final, além de permitir também testes, no CERN, dos componentes fabricados para o SWLS. Isso permitirá que as equipes do CNPEM envolvidas no projeto possam ser treinadas na prática lá no CERN. Além de permitir um futuro benchmark com os testes que serão realizados no CNPEM. Portanto, para o ano de 2023 estão previstas as entregas do projeto final, prototipagens de componentes, incluindo a prototipagem das bobinas supercondutoras propostas para o SWLS.

Wavelength Shifter Supercondutor (SWLS)

Um SWLS com campo maior que 6 T está sendo desenvolvido para atender uma demanda de uma futura linha de luz de raios-X de alta energia que deverá ser capaz de produzir um bom fluxo de fótons com energia maior do que 150 keV. Esse dispositivo permitirá ampliar a faixa de emissão de fótons de alta energia do Sirius, que atualmente não é atendida pelos atuais dipolos de alto campo, pois o campo magnético desses ímãs é de 3,2 T.

Neste ano de 2023, o projeto do SWLS avançou com a entrega dos projetos conceitual e preliminar do ímã proposto. A fim de gerar uma economia de custos e tempo, o projeto proposto considera a reutilização de muitos componentes e equipamentos de alto custo do Wiggler Supercondutor (SCW) que foi removido da UVX, antiga fonte de luz síncrotron do CNPEM.

A execução desse projeto é fruto de um esforço multidisciplinar de vários grupos da ENT. Além dos desafios técnicos de cada subsistema que compõe o SWLS, o projeto ainda tem que satisfazer os exigentes requisitos de dinâmica de feixe do Sirius, os quais já foram validados com o grupo de física de aceleradores do Sirius de forma preliminar.

Na sequência, serão apresentados os principais avanços e detalhes do projeto do SWLS, dando-se ênfase nos principais subsistemas do dispositivo. Além disso, também será apresentado o status atual da reativação/testes de funcionamento do SCW, que validará o funcionamento

desse dispositivo para posterior processo de desmontagem e reutilização dos componentes/equipamentos conforme mencionado. Por fim, pode-se dizer que o projeto do SWLS tem sido uma excelente oportunidade para capacitar as equipes de Engenharia e Tecnologia do CNPEM na área de dispositivos supercondutores.

Projeto Eletromagnético

Nessa etapa do projeto eletromagnético, houve inicialmente a formulação de uma proposta de geometria e escolha de materiais para o núcleo, os polos e as bobinas supercondutoras do SWLS (vide Figura 367). Com o modelo definido, otimizado e validado, pôde-se obter um dispositivo de inserção capaz de atingir o perfil de campo próximo ao idealmente proposto (vide Figura 368) e de operar em um trecho reto do Sirius sem alterar as características do feixe de elétrons.

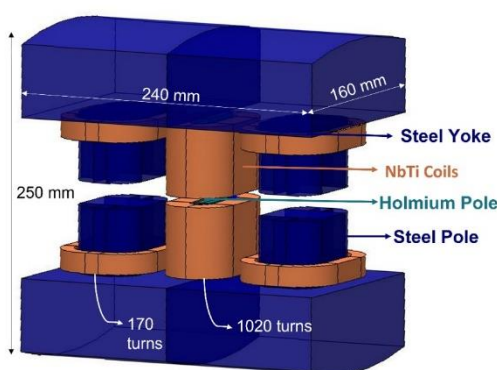


Figura 367 – Modelo eletromagnético proposto para SWLS.

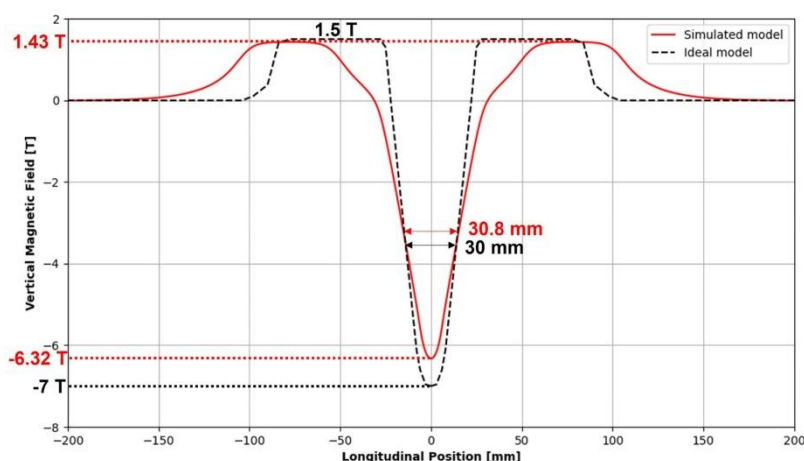


Figura 368 – Comparação entre o perfil de campo longitudinal obtido com o modelo magnético proposto e o perfil ideal especificado.

Para respeitar às restrições do acelerador e atingir o fluxo de fótons desejado, foram estipuladas as seguintes premissas: campo magnético acima de 6 T; perfil de campo estreito na região do polo central (FWHM \approx 30 mm); perfis de campo integrado totais e perfis multipolares dentro de tolerâncias aceitáveis; e uma margem de operação acima de 20% (para uma temperatura de operação de 5 K).

O modelo proposto foi capaz de atender às especificações de projeto solicitadas, tendo como resultados principais: campo de pico de 6,3 T com FWHM de 30,8 mm; integrais de campo e multipolos dentro das tolerâncias; margem de operação em 24% (dada uma temperatura de 5 K). Além disso, importantes discussões sobre o comportamento do dispositivo durante a rampa de corrente (relacionadas às perdas de energia, à indutância do modelo, entre outros parâmetros de interesse) foram levantadas. Finalmente, últimas análises do espectro de emissão confirmaram a viabilidade em se utilizar o SWLS para gerar fótons de alta energia para o Sirius, cuja densidade de fluxo de fótons foi de $1,18 \times 10^{10}$ [ph/s/mm²/0.1%B.W.] para uma energia de 150 keV.

Fabricação das bobinas

Devido ao alto custo do fio supercondutor, dois protótipos da bobina lateral (10 camadas e 18 espiras com fio de diâmetro de 0,9 mm) usando fio de cobre foram feitos a fim de validar, otimizar e detalhar a rota de fabricação das bobinas supercondutoras. Os desenhos técnicos detalhados do mandril da bobinagem e do molde de impregnação foram preparados, e os respectivos componentes usinados. Os dois protótipos foram fabricados seguindo a rota de fabricação de bobinagem de camada por camada e a impregnação foi feita a vácuo com o composto de resina epóxi Araldite F, conforme o setup experimental da Figura 369. Diferentemente do primeiro protótipo, no segundo protótipo foram adicionadas camadas de fibra de vidro nas bordas de cima e de baixo, além de ter sido controlada a pressão no recipiente da resina durante a impregnação. O desmolde da bobina do segundo protótipo também foi mais fácil, o que certificou as melhorias implementadas. Os resultados mostraram que a impregnação do segundo protótipo se deu de maneira mais homogênea, em que a superfície e o preenchimento entre fios apresentaram poucos defeitos, conforme mostram as Figura 370 e Figura 371.

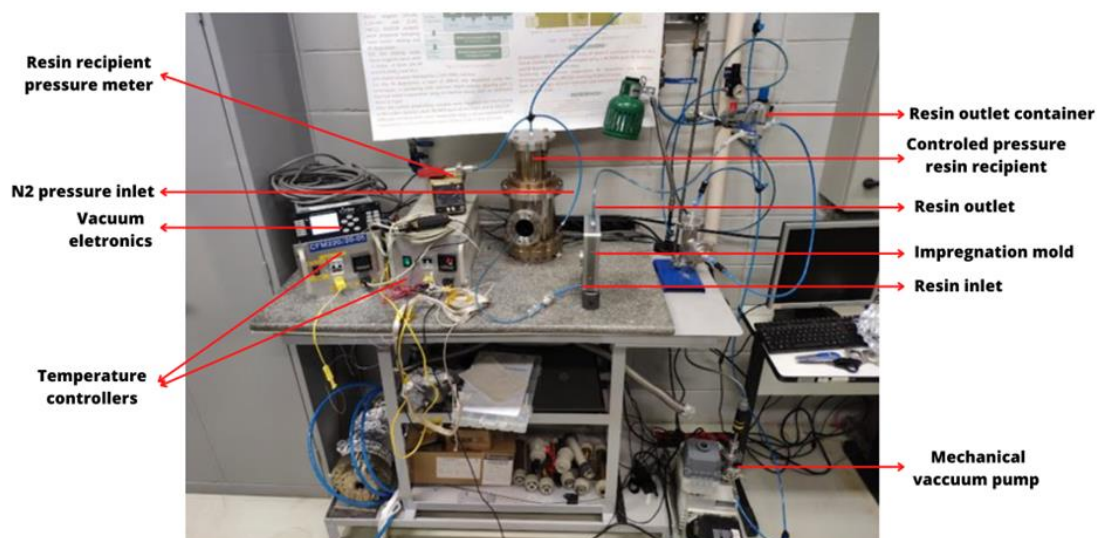


Figura 369 – Setup de impregnação utilizado na fabricação do segundo protótipo da bobina lateral de cobre.

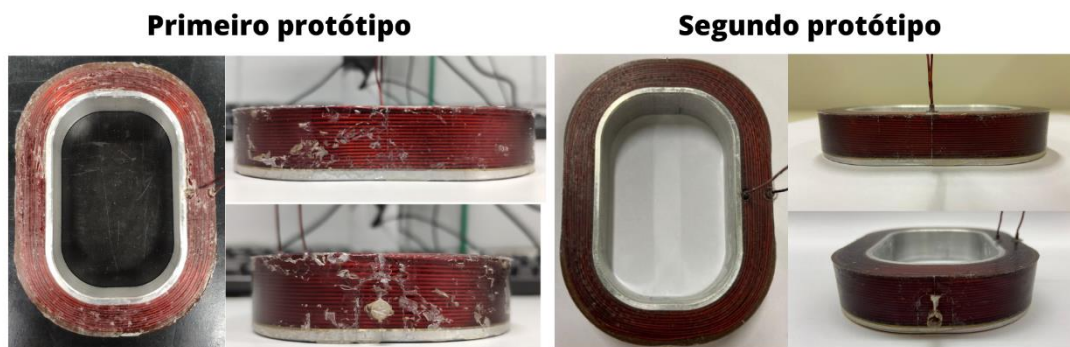


Figura 370 – Primeiro e segundo protótipos da bobina lateral de cobre após o processo de desmolde.

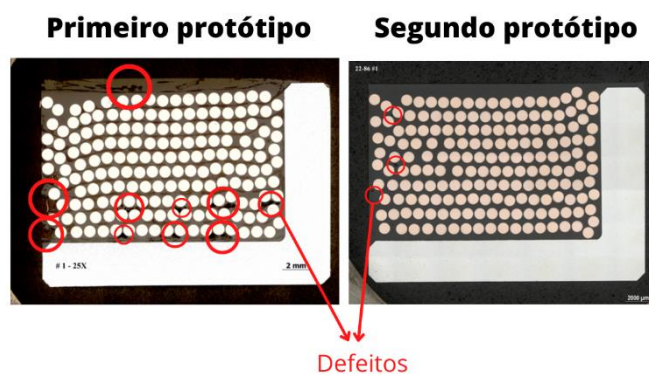


Figura 371 – Análise da seção transversal do primeiro e segundo protótipos da bobina lateral de cobre.

Para os próximos protótipos, pretende-se: redimensionar o mandril e o molde; otimizar as conexões, mangueiras e válvulas do setup de impregnação; adicionar uma janela transparente no recipiente da resina para a visualização da resina durante degasagem; acoplar um misturador ao recipiente da resina para auxiliar no processo de degasagem da mesma; e realizar o procedimento de “*milking*” invertido, que consiste em aplicar uma pressão da ordem de 2000 mbar no molde pelo lado da saída da resina para forçar a resina a preencher possíveis vazios. Finalmente, após as correções e melhorias propostas, que serão certificadas com a fabricação de mais protótipos com fios de cobre, pretende-se fabricar protótipos usando os fios supercondutores.

Projeto Mecânico

O projeto mecânico do SWLS tem como base a estrutura do SCW, visando reaproveitar a maior quantidade possível de componentes desse dispositivo para que o custo do projeto seja significativamente reduzido. Isso é possível pois o projeto mecânico do SCW é muito similar ao projeto de SWLSs utilizados por outros laboratórios, uma vez que esse projeto de criostato é comumente utilizado no projeto de dispositivos de inserção supercondutores, sendo necessário apenas trocar a massa fria que é composta por: câmara de vácuo, núcleo magnético (yoke e bobinas supercondutoras), suportes e links térmicos.

Os principais componentes do criostato do SWLS são: refrigeradores criogênicos; câmara de vácuo externa com flanges e passantes para instrumentação e dispositivos de segurança; dois escudos térmicos operando em 60 K e 20 K; câmara de vácuo do feixe de elétrons e a massa fria. Os componentes desenvolvidos foram analisados através de simulações estruturais, térmicas e eletromagnéticas buscando mitigar as tensões e deformações nos componentes para viabilizar a operação do dispositivo, tendo em vista as grandes contrações térmicas (encolhimento da câmara de vácuo do feixe de elétrons da ordem de 3,8 mm) e as forças magnéticas de amplitude elevada devido aos altos campos gerados. A Figura 372 mostra uma vista em perspectiva da massa fria, câmara do feixe de elétrons e estruturas de suporte.

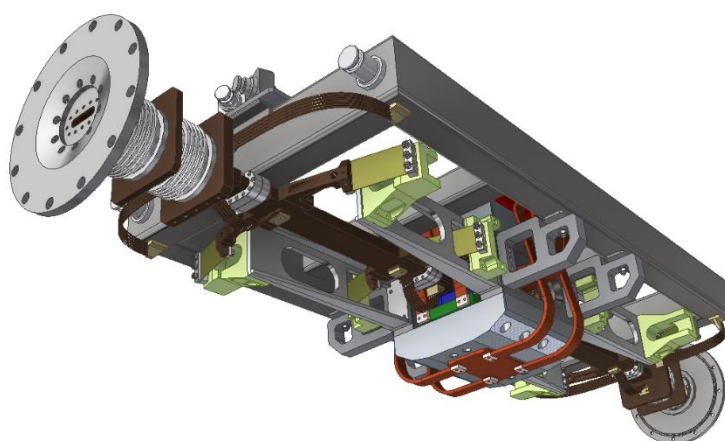


Figura 372 – Massa fria, câmara do feixe de elétrons e estruturas de suporte do SWLS.

A instalação do dispositivo e de outros componentes periféricos tais como válvulas, bellows e bombas de vácuo em um dos trechos retos de baixo beta do Sirius foi analisada e proposta como na Figura 373.

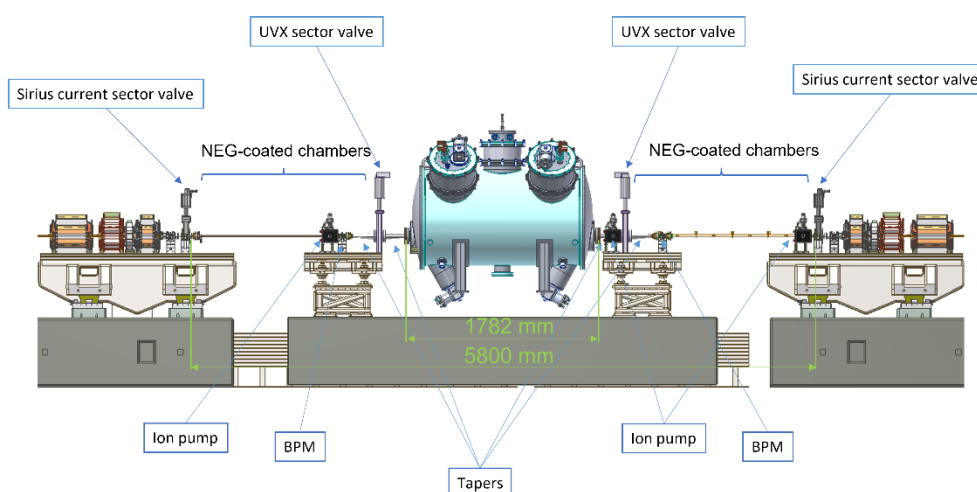


Figura 373 – Configuração da instalação do SWLS em um trecho reto de baixo beta do Sirius.

Projeto Criogênico

O design criogênico do SWLS tem que permitir que as bobinas permaneçam no estado supercondutor sob diferentes condições. O modelo apresentado é baseado num conceito “seco”

(*cryogen-free*), onde os refrigeradores criogênicos irão refrigerar o sistema por condução através de *links* térmicos. Baseado nas cargas térmicas estimadas, o modelo é capaz de manter a temperatura das bobinas centrais em 3.81 K durante a operação normal, como mostra a Figura 374, provendo margem de temperatura suficiente para o design eletromagnético.

O sistema apresenta boa performance durante eventos transientes, satisfazendo as premissas do projeto. O tempo de *cooldown* da massa fria, circuito de 20 K e circuito de 60 K foram calculados sendo 75 horas, 55 horas e 20 horas (vide Figura 375), respectivamente. Foi estimado que o sistema consiga suportar uma rampa de corrente de 10 minutos ou mais longa, e o tempo de recuperação de um quench pessimista foi estimado como sendo 1 hora. Além disso, um tempo de warm-up conservador de 30 horas pôde ser atingido utilizando aquecedores.

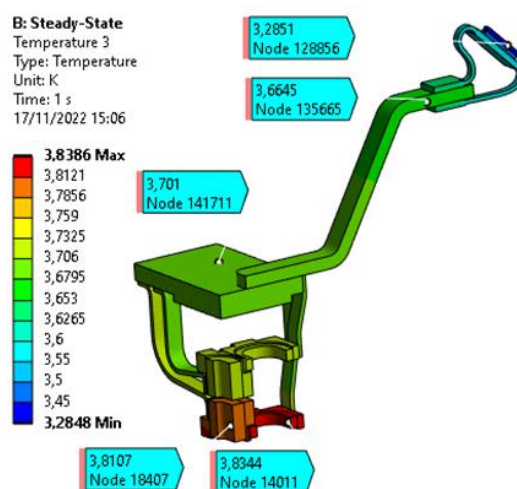


Figura 374 – Distribuição de temperatura do caminho condutivo da massa fria em regime permanente

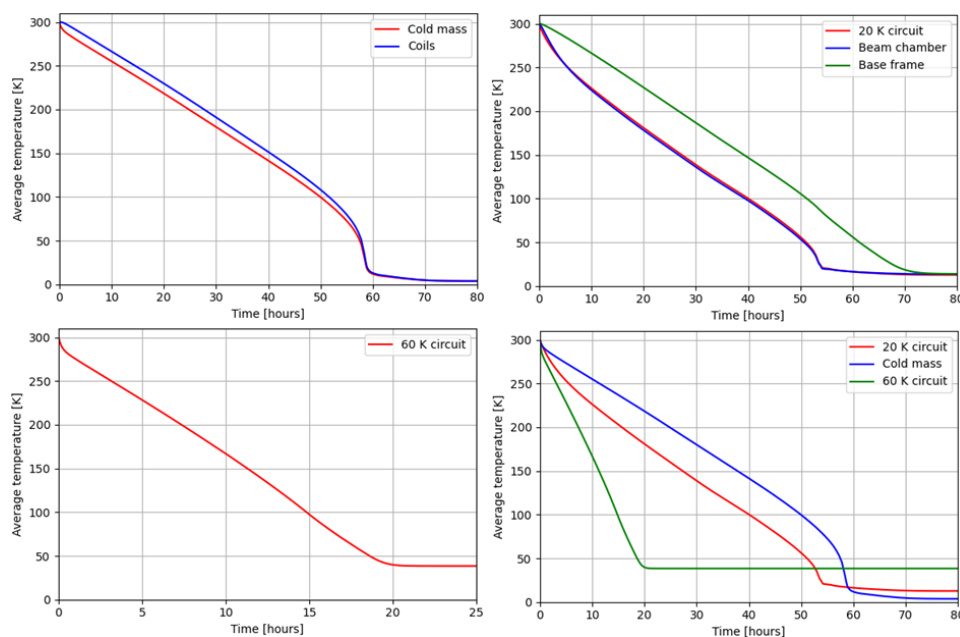


Figura 375 – Evolução da temperatura média de diferentes circuitos térmicos e componentes em função do tempo de cooldown.

Current Leads

As *current leads* são os componentes em um sistema criogênico responsáveis pela condução de corrente elétrica da temperatura ambiente até as bobinas supercondutoras em ambiente criogênico. *Current leads* precisam ser otimizadas para cada aplicação, pois geralmente são responsáveis pela maior contribuição da carga térmica em sistemas criogênicos. Um design híbrido foi proposto para as *current leads* do SWLS, que consiste em uma parte resistiva e uma parte supercondutora de alta temperatura.

O design proposto leva em conta as condições de montagem no refrigerador criogênico que a parte resistiva deve se encaixar, considerando um passante de cobre para vácuo e links de chapas de cobre entre as partes resistiva e supercondutora. A montagem do conjunto pode ser vista na Figura 376.

É estimado que a parte resistiva entregará uma carga térmica total de 24,44 W ao circuito de 60 K, e as partes supercondutoras darão aproximadamente 150 mW ao circuito de 4 K. As *current leads* supercondutoras foram especificadas para ter um lastro metálico que se comporta como um caminho para a condução da corrente e descarga do circuito quando ocorre um *quench* no material supercondutor da própria *current lead* (Figura 377). Esse lastro metálico tem que ser capaz de conduzir a corrente nominal durante um tempo, além de não aumentar significativamente a carga térmica para o circuito de 4 K.

As *current leads* supercondutoras já foram compradas e a entrega está prevista para o início de 2023.

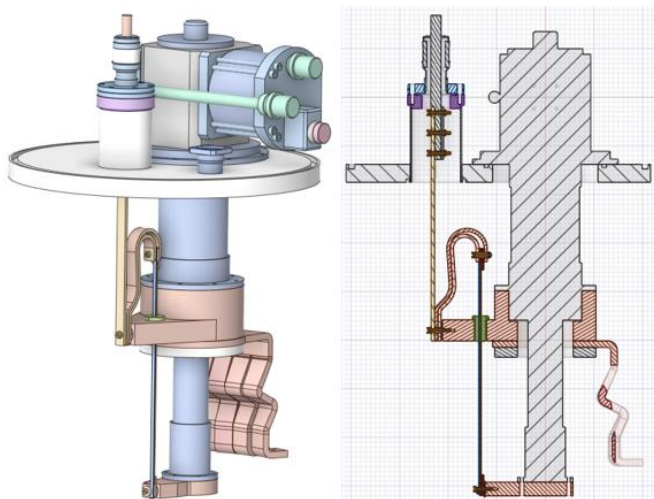


Figura 376 – Vista em perspectiva e seção transversal da estrutura integrada da *current lead* híbrida e o refrigerador criogênico SRDK-415.

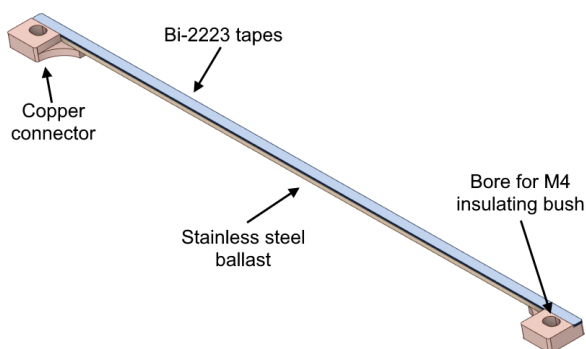


Figura 377 – Current Lead customizada modelo HTS-110 CryoSaver 300 A com lastro metálico de aço inoxidável que foi especificada para o SWLS.

Fontes

As fontes de corrente de um ímã supercondutor devem possuir as seguintes características: baixa tensão, alta corrente, alta estabilidade e baixo *ripple*. Para o projeto do SWLS foram considerados os seguintes cenários: reutilizar as fontes do SCW; projetar e construir uma nova fonte; e comprar uma nova fonte. Após testes com as fontes antigas, apesar da constatação de que elas estão funcionando adequadamente, foi decidido que se trata de um equipamento antigo e tecnologicamente obsoleto, dificultando eventuais manutenções e podendo comprometer a confiabilidade requerida para tal equipamento. Sendo assim, foram levantadas as especificações necessárias para o projeto ou compra de uma nova fonte compatível com o SWLS.

Visto que o projeto do SWLS é uma oportunidade de trazer novos conhecimentos para o CNPEM, o foco da equipe foi projetar uma nova fonte. O projeto se baseou em um conversor do tipo ressonante, que apresenta a vantagem de ter um acionamento suave, reduzindo perdas, além de possibilitar o uso de um transformador no estágio de saída, reduzindo seu tamanho devido à alta frequência de operação. Uma prova de conceito desse circuito foi montada em bancada (Figura 378), utilizando materiais disponíveis em estoque. Os testes até aqui mostraram resultados positivos. Mesmo o circuito montado não atendendo as especificações finais do SWLS, ele mostrou que o conversor escolhido é adequado para a demanda deste projeto.



Figura 378 – Protótipo de prova de conceito de um conversor ressonante montado em bancada.

Proteção contra quench

Os cálculos e simulações computacionais utilizados para a análise de parâmetros após *quench* e da eficácia do sistema de proteção receberam melhorias. Através dessas ferramentas, obteve-se especificações atualizadas para o sistema de detecção e proteção de *quench*, com base na versão atual do projeto eletromagnético. Os circuitos de extração de energia, detecção e acionamento das chaves de proteção foram detalhados. Para os circuitos de extração e acionamento, protótipos foram construídos e testados com uma carga não supercondutora. O esquemático e o protótipo do circuito de extração podem ser vistos na Figura 379. Os circuitos prototipados foram modelados em computador e os resultados dos testes comparados a simulações para análise dos sinais observados. Os tempos de acionamento medidos atenderam as especificações do SWLS.

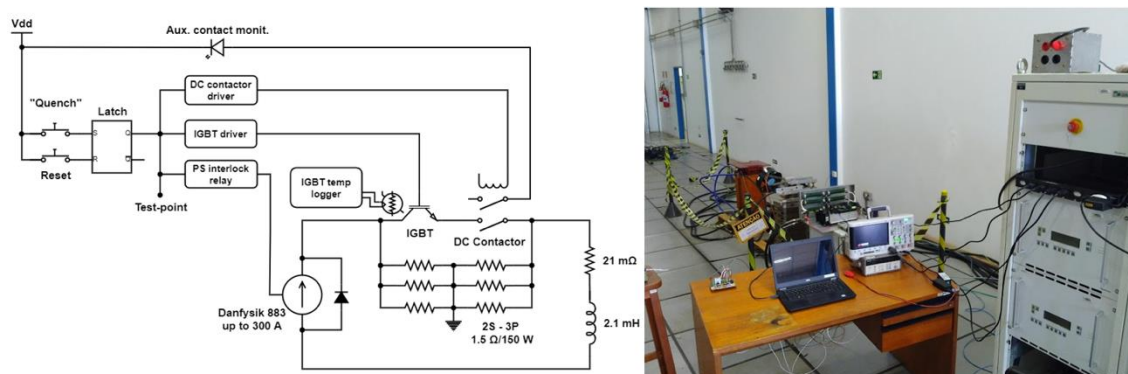


Figura 379 – Esquemático e protótipo do circuito de extração.

Criostato Vertical para Testes

Com o objetivo de testar as bobinas supercondutoras que serão fabricadas para o SWLS, um criostato vertical de pequeno porte está sendo projetado e construído. O criostato permitirá avaliar a capacidade dessas bobinas de atingir o estado supercondutor e operar na corrente de projeto em temperaturas abaixo de 5 K. Para que o criostato cumpra esse objetivo, alguns requisitos foram estabelecidos: reaproveitar câmaras de vácuo dos *gamma shutters* da UVX, implementar um sistema *cryogen-free* (isto é, utilizar *cryocoolers* como fonte de refrigeração) e ser capaz de realizar medições de tensão, temperatura e campo magnético na bobina. Além disso, o criostato permitirá realizar ensaios e testes em temperaturas criogênicas de outros componentes do SWLS. Seu layout conceitual está ilustrado na Figura 380.

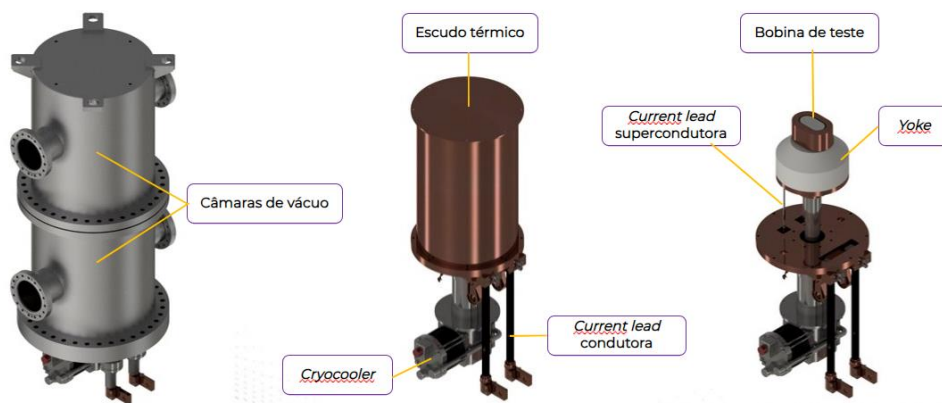


Figura 380 – Layout conceitual dos componentes do criostato.

O projeto vem sendo executado a partir da definição dos requisitos de projeto e de um levantamento bibliográfico. Na sequência, foram elaborados os modelos 3D dos componentes e subsistemas, os quais foram validados através de simulações termo-estruturais e cálculos analíticos. Posteriormente, foram feitas as especificações e compras de componentes comerciais como as mantas de *multilayer insulation* (MLI), *feedthroughs*, sensores e módulos de temperatura; além da elaboração de uma proposta de arquitetura de controle e automação. Para permitir o teste das bobinas propostas para o SWLS, foi elaborado um projeto eletromagnético de um *yoke* especial (Figura 381). Por fim, o projeto de detecção e proteção de *quench*, elaboração de desenhos técnicos, usinagem de alguns componentes e testes (como mostrado na Figura 381) também estão em andamento. A montagem do criostato e início dos testes com as bobinas supercondutoras estão previstas para o primeiro semestre de 2023.

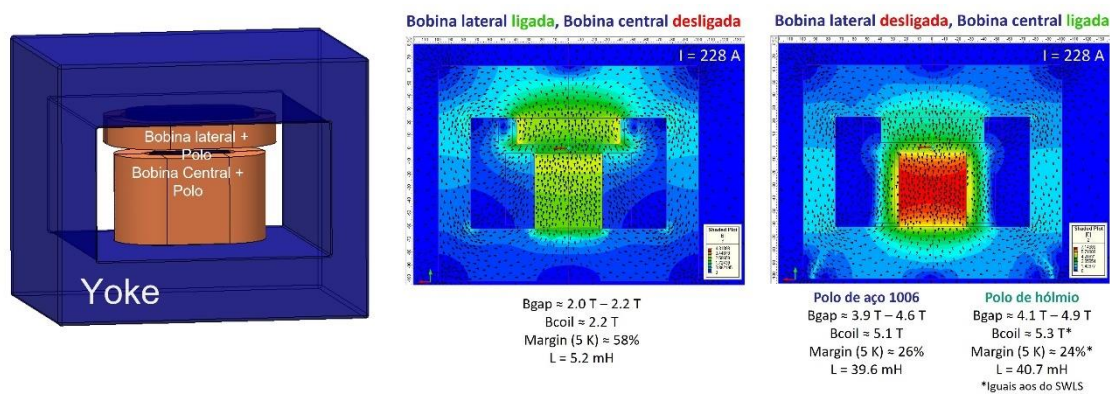


Figura 381 – Yoke para testes e resultados das simulações com as bobinas do SWLS.



Figura 382 – Teste de leak na câmara de vácuo do criostato vertical.

Reativação do Wiggler Supercondutor (SCW) de 4T do UVX

Visto que o atual projeto do SWLS visa utilizar boa parte da infraestrutura já existente do SCW, torna necessário testar a integridade dos subsistemas do SCW antes de iniciar a transição para o SWLS. Dado isso, o SCW foi alocado na antiga sala de fontes da UVX, como indica a Figura 383, e diversos testes iniciais foram efetuados ao longo do ano.



Figura 383 – SCW instalado na sala de fontes da UVX.

Primeiramente foi avaliado o funcionamento das fontes de corrente da fabricante Danfysik (Figura 384), onde se verificou que apenas dois dos cinco módulos (um deles reserva) estavam funcionando. Após uma análise, foi identificado o problema de dois dos módulos que não

estavam funcionando e eles foram consertados. O quinto módulo, por ser apenas reserva, por enquanto, não foi feita a manutenção.

Os quatro módulos da fonte, necessários para o funcionamento do SCW, passaram por diversos testes, e conclui-se que eles estão adequados para serem utilizados nos primeiros testes do sistema completo.



Figura 384 – Fontes Danfysik do SCW em testes.

Todos os componentes e funcionalidades do sistema de automação e proteção do Wiggler foram inspecionados, reparados quando necessário e testados. Também foram feitas verificações da integridade de cabos e conexões, testes em todos os canais e modos de operação da eletrônica de automação e instrumentação (*Junction Box*), exploração de todas as funcionalidades do *software* de operação e substituição do computador original onde o *software* era executado, devido a falhas de *hardware* ocorridas durante os testes.

Uma vez reativado o sistema de monitoramento, foram iniciados os testes iniciais dos sistemas de vácuo e refrigeração. Inicialmente foram recolocados sob vácuo os 3 ambientes internos do Wiggler, isto é, câmara de elétrons, criostato e tanque de hélio. Posteriormente, foram instalados os 4 compressores de hélio, reativando-se a infraestrutura da UVX para a alimentação de água de resfriamento, como mostra a Figura 385. Com isso, os compressores foram conectados aos seus respectivos *cryocoolers* e alguns testes rápidos foram efetuados. Todos os compressores e *cryocoolers* se mostraram funcionais e sem defeitos, porém os testes não alcançaram as temperaturas finais de operação, sendo necessário o teste do sistema completo para verificar suas performances. Os testes finais criogênicos requerem o uso de aproximadamente 500 litros de hélio líquido.



Figura 385 – Compressores de hélio, manifold e rotômetros da água de resfriamento.

Em suma, os sistemas auxiliares do SCW estão operantes e prontos para a realização dos testes finais do equipamento. Os testes estão planejados para o início do próximo ano, mediante a disponibilidade de hélio líquido para atingir as condições de operação do magneto.

Projetos de Futuro

Projeto Sirius

Projeto de Cavidade Supercondutora para o Sirius

O marco principal deste ano foi o recebimento da segunda cavidade supercondutora e de todo o conjunto de equipamentos necessários para a sua instalação e operação. Em junho de 2022 foi realizado o teste de aceitação na fábrica (FAT) da segunda cavidade supercondutora do sistema de RF do Sirius. A Figura 386 mostra o criomódulo na área de testes da *Research Instruments GmbH (RI)*, na Alemanha, durante a realização dos testes. O criomódulo compreende o criostato que acomoda a cavidade de RF supercondutora, um conjunto de periféricos necessários à sua manutenção no estado supercondutor, os dispositivos de absorção dos modos de ordem superior da cavidade e as válvulas que conectam a cavidade ao trecho de vácuo do Sirius.

Uma das finalidades dos testes é certificar a estanqueidade de vácuo entre a cavidade e o criostato, entre o criostato e o vácuo de isolamento do criomódulo. Foram medidas as taxas de vazamento entre os vasos em vácuo e o tanque de hélio. O segundo objetivo é ajustar a sintonia da cavidade ao valor de projeto e certificar o funcionamento do sistema de sintonização da cavidade dentro da banda especificada. Outro objetivo importante é medir o fator de qualidade externo do acoplador de potência e o acoplamento das antenas de monitoração. Foi também testado o sistema de controle e de proteção do criomódulo. Após o resfriamento para o estado supercondutor (Figura 387), a cavidade foi sintonizada em 499,654 MHz e a sintonia foi variada entre ± 150 kHz. O fator de qualidade medido foi de $1,65 \times 10^5$, atingindo as especificações. Os testes de estanqueidade foram positivos. Os testes foram bem-sucedidos, com a cavidade alcançando as especificações de projeto. A cavidade foi aprovada para ser enviada ao CNPEM.

Em setembro a cavidade chegou ao CNPEM juntamente com todos os periféricos, o que inclui racks de controle dos dois criomódulos, a *valve box* e as linhas de transferência multicanal (MCTL). Os racks de controle e a *valve box* são mostrados na Figura 388. A *valve box* é o dispositivo que distribui hélio e nitrogênio líquidos para os dois criomódulos e retorna hélio gasoso frio para a planta criogênica, e que controla a pressão no criostato da cavidade. A MCTL é a linha isolada a vácuo que transfere fluidos criogênicos entre a *valve box* e os criomódulos. O primeiro criomódulo foi recebido pelo CNPEM em dezembro de 2021. Desta forma, todos os equipamentos adquiridos da *Research Instruments GmbH* já se encontram no CNPEM.



Figura 386 - Criomódulo 02 sendo abastecido com hélio líquido para os testes de aceitação na Research Instruments, fabricante das cavidades supercondutoras do Sirius.

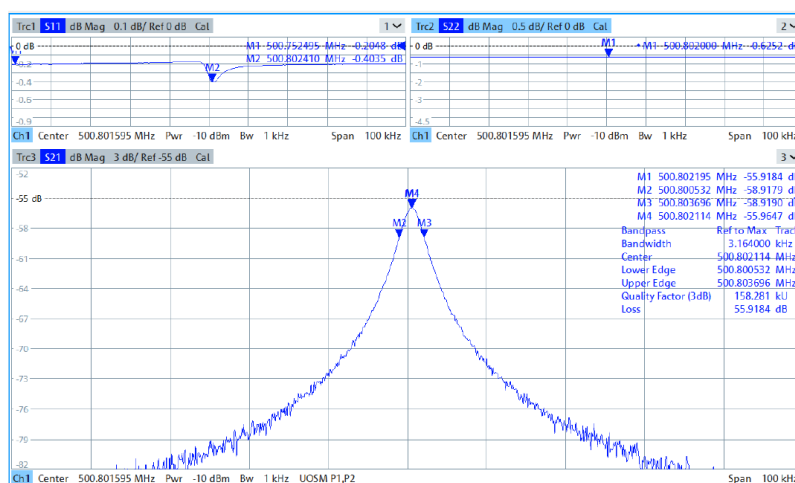


Figura 387- Medida da sintonia da cavidade na temperatura de 4K



Figura 388 – (Esquerda) Valve box para o controle de fluxo de hélio dos dois criomódulos das cavidades supercondutoras do Sirius; (Direita) Racks de controle dos criomódulos e da valve box.

Projeto de recuperação dos Scrapers do Sirius

Os scrapers são componentes utilizados no Sirius que atuam na colimação do feixe de elétrons para proteção de câmaras de vácuo de seções transversais pequenas, em especial, as câmaras de ondulator.

No primeiro semestre de 2022, foi finalizado o projeto detalhado de ambos os modelos de scrapers e as peças foram usinadas e medidas. Em seguida, o scraper horizontal passou pelo processo de solda dos flanges modelo CF 40. *Bellows* foram soldados, peças foram limpas, e foi realizada uma primeira montagem para avaliação dos *scrapers* horizontal e vertical. A Figura 389 mostra peças usinadas para o *scraper* vertical. A Figura 390 ilustra o conjunto “pistão e lâmina” brasado para o *scraper* vertical.



Figura 389 – Peças usinadas para o scraper vertical.



Figura 390 – Lâminas usinadas e brasadas para o scraper vertical.

Foram testados dois sistemas de movimentação para as hastes da liga de CuCrZr. O primeiro sistema utilizou um conceito de pino-bucha, mas as folgas existentes entre as peças

inviabilizaram o posicionamento preciso da haste. Em seguida, foi desenvolvido um sistema de “*weak-link*” que não apresentou folgas e atendeu aos requisitos de movimentação.

Dois modelos de rolamentos (híbrido e cerâmico) foram montados no scraper horizontal e, em ambos os casos, a movimentação do sistema de mesas e suportaç o das hastes ocorreu sem travamentos, ruídos, e respeitando o limite de torque da mesa de movimentação. Esta montagem inicial foi realizada sem executar todo o processo de limpeza das peças para ultra alto vácuo.

Na primeira rodada de montagem, a precisão de movimentação dos componentes internos do scraper horizontal foi medida com braço de medição FARO. Ao analisar a repetibilidade das medidas, notou-se que estas se encontram dentro da faixa de 0,15 mm, o que corresponde à precisão deste equipamento de medição para este caso. Medidas de precisão, acurácia e menor passo foram realizadas na máquina tridimensional do CNPEM. As Tabela 13 e Tabela 14 ilustram os valores obtidos para os *scrapers* horizontal e vertical, respectivamente.

Tabela 13 – Resultados obtidos para as lâminas do scraper horizontal.

Scraper Horizontal	Lâmina Direita	Lâmina Esquerda
Backlash (mm)	0,042	0,024
Precisão (mm)	0,012	0,008
Acurácia (mm)	0,025	0,022
Menor Movimento (mm)	0,003	0,003

Tabela 14 – Resultados obtidos para as lâminas do scraper vertical.

Scraper Vertical	Lâmina Inferior	Lâmina Superior
Backlash (mm)	0,01	0,016
Precisão (mm)	0,012	0,004
Acurácia (mm)	0,01	0,06
Menor Movimento (mm)	0,002	0,002

O valor tido como meta para o menor movimento da lâmina era de 10 micrometros, podendo chegar até a 20 micrometros. Dessa forma, nota-se que o sistema de movimentação atende aos requisitos de projeto.

Foi realizado teste de aquecimento à 150°C para avaliação da integridade dos rolamentos após aquecimento e dilatação das peças. Observou-se que não houve degradação dos rolamentos.

Após a limpeza final das peças, montagem para ultra alto vácuo e *baking*, notou-se que a lâmina direita do *scraper* horizontal apresentava um significativo atrito durante a movimentação. Foram propostas então melhorias no sistema de fixação das molas que evitam que as mesmas rotacionem. Além disso, como o problema não foi sanado apenas com a melhoria das molas, foi proposta a redução das folgas existentes entre o diâmetro interno do rolamento e a caixa de inox, bem como o diâmetro externo do rolamento e a peça de cobre (lâmina). Foi realizado um processo de eletrodeposição de níquel nos diâmetros interno e externo dos rolamentos. Após dois ciclos de aquecimento à 120°C, não foi verificado o atrito ou raspagem da lâmina direita. Dando continuidade às melhorias, foi usinada uma nova lâmina para ser montada na posição direita. A usinagem da nova peça reduziu a folga existente entre o diâmetro interno da lâmina e o externo do rolamento.

A montagem da nova lâmina levou a realização de um novo processo de *baking*, no qual não foi observado raspagem ou travamento. Em seguida, realizou-se teste de ciclagem e fiducialização na máquina tridimensional do CNPEM para referenciamento da geometria visando a instalação no Sirius. A Figura 391 mostra as lâminas montadas no *scraper* horizontal no início da fase de testes, e o *scraper* horizontal após montagem.

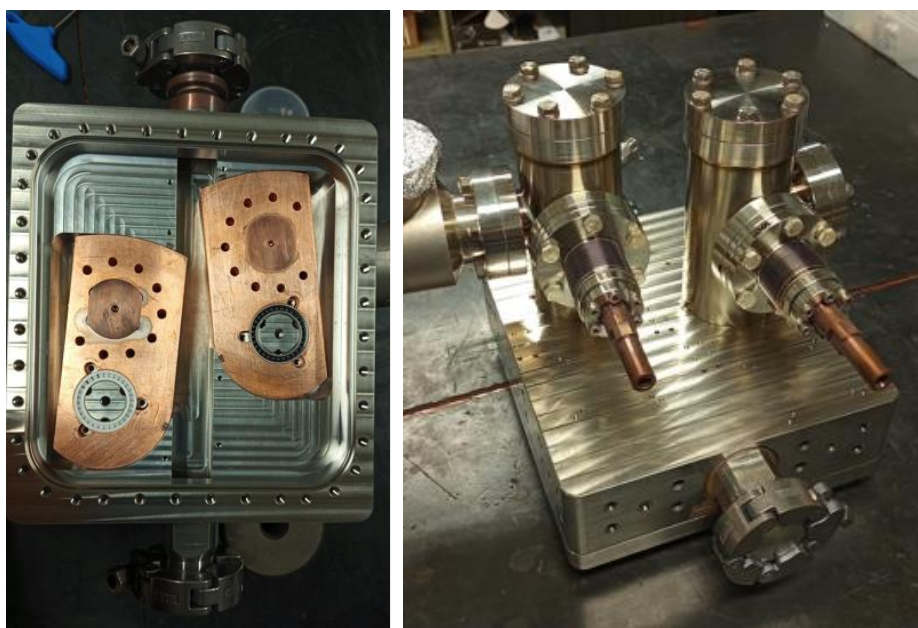


Figura 391 – Vista das lâminas de cobre após montagem inicial e *scraper* horizontal montado e em vácuo.

Foram realizados mais dois ciclos de *baking* simulando o processo que será realizado no Sirius, mais 200 ciclos de movimentação e não foram observados travamentos e erros de posição da mesa durante os testes. Preparativos foram realizados para que a instalação dos scrapers no sistema de vácuo do Sirius ocorra na parada de janeiro de 2023.

O projeto dos amplificadores de potência continua em andamento, agora por meio de uma parceria com a empresa Pi Tecnologia (Pitec). O objetivo da parceria é finalizar o desenvolvimento dos componentes de RF dos amplificadores, projetar os amplificadores de alta potência, e produzir e comissionar quatro unidades de torres para serem instaladas no Sirius. Os componentes de RF estão em fases distintas de desenvolvimento. O componente mais crítico é o módulo amplificador, que teve protótipos testados, permitindo disparar a produção de um lote piloto. Os divisores de potência já foram projetados, prototipados e validados, e estão em fase de produção. A cavidade combinadora teve seu projeto mecânico concluído e a produção do primeiro protótipo para testes em bancada está em andamento. Em paralelo estão sendo realizados os projetos mecânico, elétrico e hidráulico do amplificador de 65 kW.

Módulos amplificadores

O principal componente dos amplificadores são os módulos amplificadores. O projeto em desenvolvimento no CNPEM foi iniciado em 2019 visando projetar um módulo que pudesse ser produzido no Brasil para ser utilizado nos quatro últimos amplificadores de alta potência do sistema de RF do anel de armazenamento do Sirius. A principal motivação foi o envelhecimento do projeto utilizado nos primeiros amplificadores, desenvolvido pelo Síncrotron Soleil no início da década de 2010. Por não ser um projeto do CNPEM não foi possível modificá-lo para poder contornar a dificuldade de fornecimento de alguns componentes que deixaram de ser fabricados.

O desenvolvimento do projeto sofreu uma mudança de direção em meados de 2020 devido ao lançamento de um novo transistor para a faixa de UHF e o anúncio do fim da fabricação do antigo transistor. O módulo foi completamente reprojetoado, protótipos foram produzidos e testados, modificações realizadas a partir da análise das medidas eletromagnéticas e térmicas. No circuito de RF foram implementadas modificações com relação às versões anteriores visando reduzir a temperatura de operação dos componentes mais críticos. As principais melhorias foram alterações na linha de casamento de impedância e no balun de saída. Havia uma incerteza com relação à eficácia da refrigeração embutida no bloco de alumínio da blindagem, que foi derivada do conceito utilizado nos amplificadores anteriores. Uma versão com o módulo montado sobre um dissipador de cobre foi projetada, com as simulações mostrando ser esta uma solução bem mais eficiente, mas mais cara e mais sujeita a necessidades de manutenção. A versão da blindagem em alumínio foi construída e testada, mas a eficiência de refrigeração se mostrou insuficiente, não permitindo que o módulo atingisse a potência máxima. A versão em cobre funcionou perfeitamente e permitiu a otimização da operação do módulo em alta potência. A Figura 392 mostra a última versão do módulo amplificador com duas versões da blindagem refrigerada.

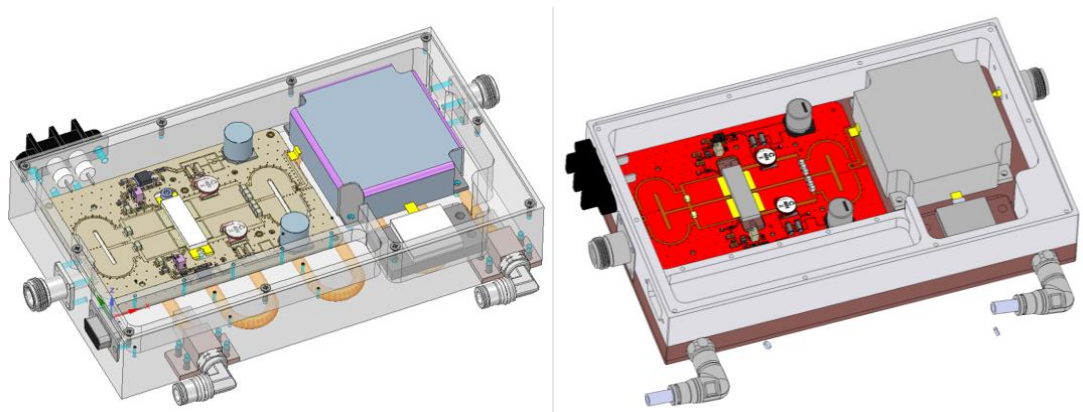


Figura 392 – Projeto preliminar do módulo amplificador, com redesenho dos baluns e duas versões de refrigeração direta da blindagem, em Al (esquerda) e Cu (direita).

A sintonização do módulo, de forma a otimizar o casamento na porta de entrada e da linha de saída, levaram a uma configuração que foi replicada em um novo protótipo, mostrado na Figura 393. O último protótipo do módulo atingiu 845 W de potência de saída em 1 dB de compressão, com uma eficiência de 70%. O ganho máximo de 24,5 dB é obtido na potência de 637 W. Na potência nominal de 800 W o ganho é de 23,9 dB e a eficiência, 69%. As curvas de ganho e eficiência com a potência de saída do módulo são mostradas na Figura 394.

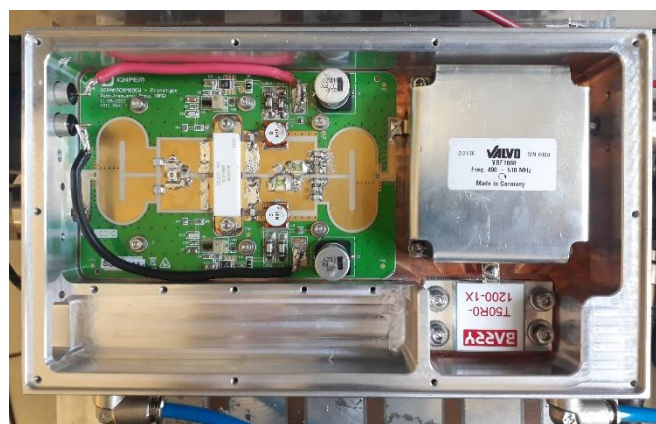


Figura 393 – Versão final do módulo amplificador desenvolvido no CNPEM para os amplificadores de RF do Sirius.

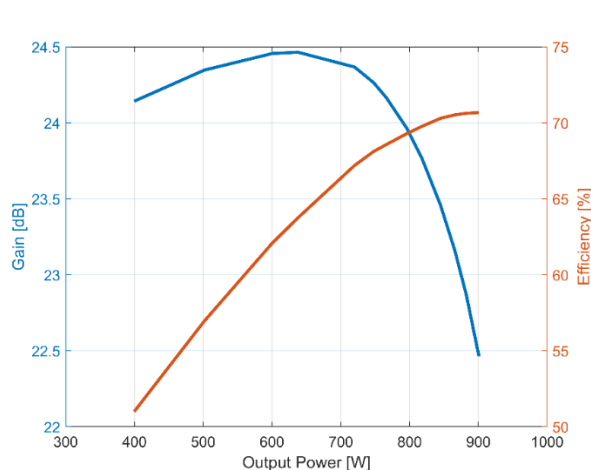


Figura 394 – Curvas de ganho e eficiência da versão final do módulo amplificador.

O projeto do módulo amplificador para os novos amplificadores de alta potência do sistema de RF do Sirius está em etapa final de validação, com a liberação da produção de um lote piloto para validação do processo de produção. Para o início da instalação do sistema de RF do Sirius haviam sido adquiridos componentes para os quatro primeiros amplificadores, metade do previsto para o sistema completo. Com o novo transistor foi possível desenvolver um módulo capaz de entregar 50% mais potência que o anterior, com maior ganho e maior eficiência (Tabela 15).

O novo módulo é capaz de produzir 840 W de potência em 1 dB de compressão. Esta potência mais elevada levou à necessidade de modificar o conceito de refrigeração e de combinação dos módulos, mudando completamente a topologia do amplificador de alta potência. A necessidade de reforçar a refrigeração decorre do fato de que, na eventualidade de falha do módulo ele passa a enxergar uma alta potência refletida proveniente do acoplador e a carga do circulador precisa ser protegida para não danificar o módulo, continuando a ser possível manter o amplificador em operação mesmo com módulos em falha. Assim, a nova blindagem projetada com uma superfície de cobre refrigerada, capaz de manter a temperatura dos componentes dentro das especificações de trabalho, não permite que seja utilizada a mesma solução de refrigeração dos primeiros amplificadores.

	Módulo antigo	Módulo novo
Transistor	Ampleon BLF578	Ampleon BLF978P
Potência (@1dB comp)	580 W	840 W
Ganho máximo	17,3 dB	23,5 dB
Eficiência máxima	62%	71%

Tabela 15 – Comparação de desempenho entre os módulos utilizados nos primeiros amplificadores do Sirius e os novos módulos desenvolvidos no CNPEM.

Cavidades combinadoras

Além dos módulos amplificadores, a cavidade combinadora é o segundo componente crítico do circuito de RF dos amplificadores de alta potência. Com a potência dos módulos amplificadores em torno de 800 W, a combinação de 80 módulos permitiria atingir 65 kW ainda com os módulos longe de 1 dB de compressão. A combinação dos módulos será realizada utilizando uma cavidade combinadora, visto que a elevação da potência de saída torna inviável a utilização do esquema de combinação utilizado nas primeiras torres, baseado em uma combinação de combinadores coaxiais. A razão é a pouca flexibilidade dos cabos coaxiais que trabalham com essa potência, e a dificuldade de instalar os módulos diretamente nesses combinadores.

Assim, um novo combinador foi projetado utilizando como base uma cavidade ressonante cilíndrica. Nesse combinador os módulos são conectados a antenas que acoplam a potência do módulo diretamente à cavidade. Modelos de cavidades combinadoras foram estudados e simulados. Foram analisados vários aspectos relacionados com a fixação dos módulos à cavidade, a instalação do circuito de refrigeração e a facilidade de instalação e manutenção. As simulações eletromagnéticas mostraram também que o ajuste do acoplamento dos vários módulos é simplificado para cavidades mais curtas. Um projeto mecânico da cavidade foi realizado e o resultado é mostrado na Figura 395, que mostra uma cavidade para combinar a potência de 80 módulos e o protótipo em fase de fabricação. O protótipo deve receber as antenas e os demais dispositivos e ser testado em bancada. A cavidade inclui um sintonizador, portas de monitoração, acoplador de saída no padrão EIA 6-1/8", e 80 antenas para acoplamento dos módulos.

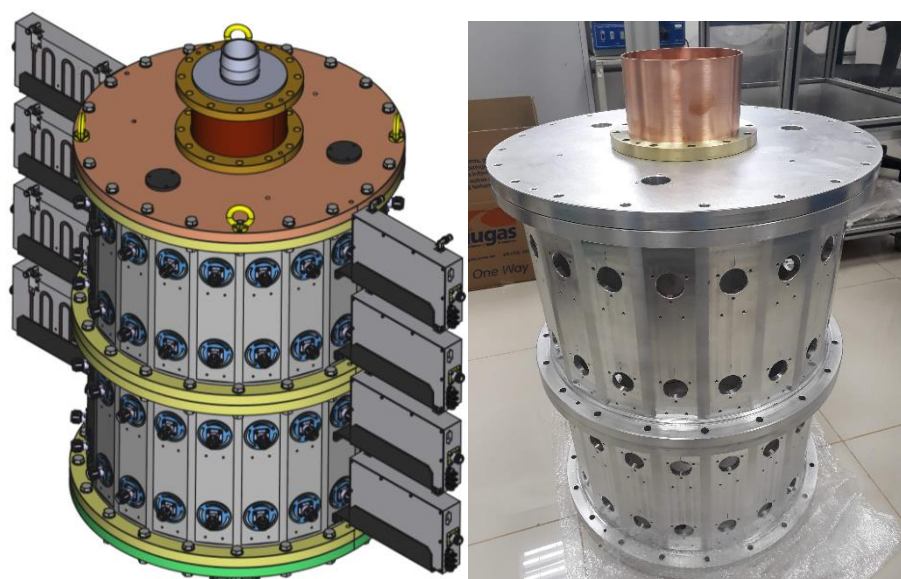


Figura 395 – Projeto e protótipo em construção da cavidade combinadora dos amplificadores do Sirius. Na lateral pode-se ver as aberturas para as antenas de acoplamento dos módulos e na tampa superior, o trecho do tubo de cobre do acoplador de saída.

Divisores de potência

Os divisores são utilizados para dividir o sinal de um único pré-amplificador por 80 e assim alimentar os módulos amplificadores para a posterior combinação na cavidade. Os divisores de potência foram testados em 2021. No primeiro semestre os projetos foram revisados pela

equipe da empresa parceira. Os dispositivos projetados são o divisor de 8-vias e o divisor de 10-vias, este mostrado na Figura 396. No segundo semestre foi produzido e validado um lote piloto dos divisores de potência para os amplificadores (Figura 397). Os projetos estão aprovados para produção.

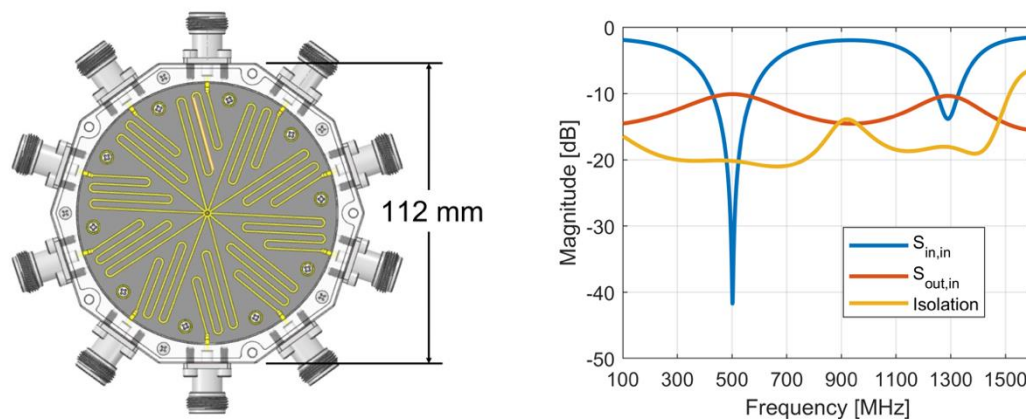


Figura 396 – (Esq) CAD do divisor de 10-vias; (dir) casamento na porta de entrada, perda de inserção e isolamento entre as portas de saída obtidos de simulação.

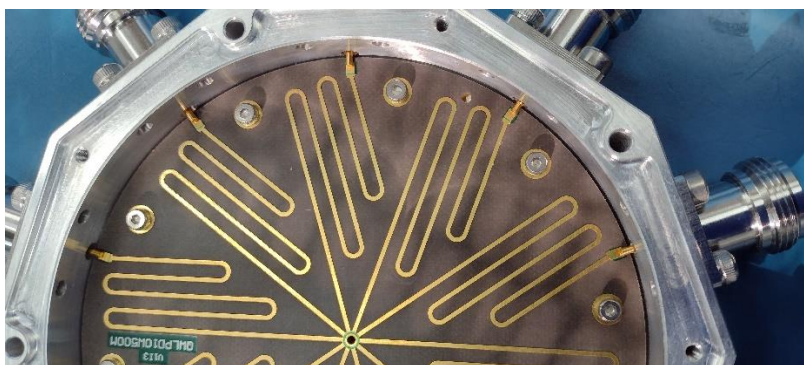


Figura 397 – Detalhe do divisor 1:10 portas montado.

Projeto do amplificador de alta potência

No primeiro semestre de 2022 o projeto dos amplificadores de RF de alta potência passou a ser desenvolvido em parceria com a Pitec, a partir de um conceito que já vinha sendo estudado desde 2020, quando o aumento da potência dos módulos amplificadores forçou uma mudança radical na estrutura de combinação dos módulos. A Figura 398 mostra um esquema da nova topologia de combinação dos módulos amplificadores. Devido ao alto ganho dos módulos um único módulo pode ser utilizado como pré-amplificador dos demais. Para a alimentação elétrica dos módulos será mantido o conceito de utilizar fontes modulares de 50 V, combinadas para disponibilizar até 120 kW para o amplificador. Foram selecionados e estão em processo de aquisição os conversores AC/DC para alimentação dos módulos, assim como os componentes do sistema de proteção dos amplificadores.

O circuito hidráulico de refrigeração está sendo reprojetoado para as novas condições. O detalhamento do projeto está em andamento, realizado em parceria com a Pitec.

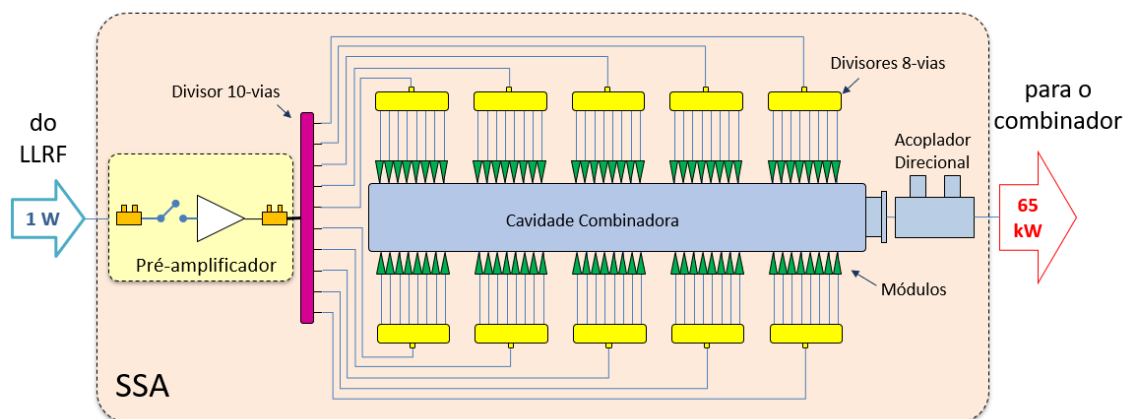


Figura 398 – Esquema da combinação dos módulos para os novos amplificadores de 65 kW do Sirius.

Para a combinação dos amplificadores de forma a alcançar os 240 kW de potência em 500 MHz, que é a potência de projeto da planta, será utilizado um combinador comercial 4:1 em guia retangular no padrão WR1800. Um Projeto Conceitual, apresentando os conceitos e atividades realizados, está disponível.

Projeto e Instalação das Plantas de RF para a operação com as Cavidades SC

Os preparativos para a instalação das cavidades de RF definitivas do anel de armazenamento do Sirius continuam em andamento. O marco principal deste ano de 2022 foi a realização, pela Research Instruments (Alemanha), do teste de aceitação de fábrica da segunda cavidade supercondutora e o recebimento de todos os componentes associados às cavidades no CNPEM. Com relação à planta criogênica, foi aprovado o projeto de execução apresentado pela contratada, a Linde Cryotechnik AG (Suíça). Os principais componentes da planta criogênica encontram-se em estágio final de fabricação e testes. Com relação ao projeto dos amplificadores, a montagem das torres 3 e 4 continuam em andamento. Foram iniciados os preparativos para a instalação de vácuo das cavidades, com o início do processo de aquisição dos equipamentos necessários. Foi preparado um Relatório do Projeto Conceitual listando e descrevendo as atividades que precisam ser realizadas para que os componentes do sistema de RF e toda a infraestrutura necessária para a instalação estejam disponíveis até o final de 2023.

Amplificadores de alta potência

Além dos dois amplificadores já instalados e atualmente em operação no Sirius, seis outros amplificadores estão em construção para as plantas de RF definitivas. Dois desses amplificadores, as torres 3 e 4, são versões melhoradas dos amplificadores atuais, mas utilizam os mesmos módulos amplificadores e a mesma topologia de combinação de potência. Esses amplificadores utilizam módulos amplificadores adquiridos da empresa BBEF, que forneceu também os divisores e combinadores de potência. Todos os componentes do circuito de RF foram adquiridos em um mesmo processo, ainda que as entregas tenham sido realizadas em diferentes lotes. As principais mudanças que estão sendo implementadas referem-se ao sistema de intertravamento, agora embutido na estrutura do amplificador. O amplificador possui um módulo local que processa todos os sinais da torre e se comunica com o sistema de intertravamento da torre via comunicação ethernet. Isso permite uma portabilidade que os

amplificadores atuais não possuem. Uma segunda mudança está no painel de alimentação elétrica, agora posicionado de modo a facilitar o acesso ao interior do amplificador para manutenções. Cada amplificador possui o seu quadro de alimentação elétrica, que é conectado ao painel de alimentação da planta.

Os dois amplificadores estão em estágios diferentes de montagem, que progrediu lentamente em função da dificuldade na aquisição de alguns componentes utilizados nos circuitos de monitoração. Essas dificuldades forçaram algumas mudanças nos projetos, o que atrasou a montagem desses bastidores, mas os bastidores estão em estágio avançado de montagem. As torres amplificadoras 3 e 4 estão em processo de montagem na área de testes do grupo de RF. As estruturas estão montadas (Figura 399), incluindo as barras de refrigeração e os módulos amplificadores, os miniracks, e os painéis elétricos e de intertravamento. Os painéis elétricos foram instalados e testados. Na torre 3 foram feitas as conexões elétricas entre os miniracks e o painel elétrico e os módulos amplificadores. Os painéis de intertravamento foram produzidos e estão sendo integrados nas duas torres (Figura 400). Os combinadores coaxiais de alta potência foram montados e estão prontos para a instalação nas torres (Figura 401). A expectativa é de que uma das torres fique pronta para testes no início de 2023. A outra será montada parcialmente e será utilizada para testes da cavidade combinadora cujo protótipo está em fase de construção. As modificações introduzidas nos novos amplificadores deverão ser implementadas nas duas torres atualmente em operação no sistema da PETRA-7. Com relação aos amplificadores 5 a 8, seu desenvolvimento e construção estão no escopo da parceria com a empresa Pitec.



Figura 399 – Amplificadores em fase de montagem no laboratório de RF



Figura 400 – Painel de intertravamento da torre (esquerda) e detalhes da montagem interna (direita).

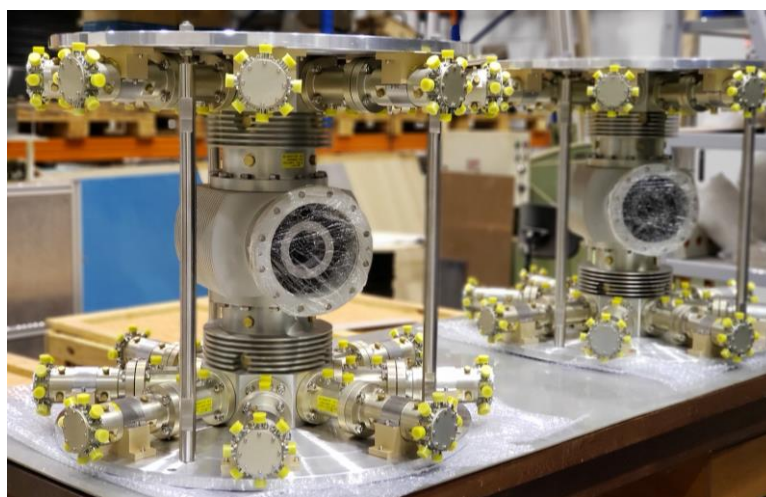


Figura 401 – Combinadores 128:1 das torres amplificadoras 3 e 4.

Sistema de controle (LLRF)

Assim como os bastidores de monitoração, o longo tempo de entrega de componentes atrasou a produção dos componentes do segundo sistema de RF digital de baixo nível (LLRF). O LLRF é responsável por controlar a estabilidade do campo acelerador gerado nas cavidades aceleradoras e é extremamente importante para garantir a estabilidade do feixe de elétrons. O LLRF monitora sinais de RF provenientes das cavidades e dos guias de onda e atua sobre o circuito de amplificação para garantir que a amplitude e a fase do campo acelerador permaneçam constantes ao longo da operação. O LLRF é responsável por manter as cavidades sintonizadas, pela operação das cavidades e pelo sistema de proteção rápido da planta de RF. O LLRF, atualmente em operação no sistema de RF do anel, será transferido para uma das novas plantas e o segundo LLRF fará o controle da segunda planta de RF. A montagem do segundo LLRF está avançada e deve ser concluída no início de 2023. A Figura 402 mostra dois dos bastidores já montados para o segundo LLRF.

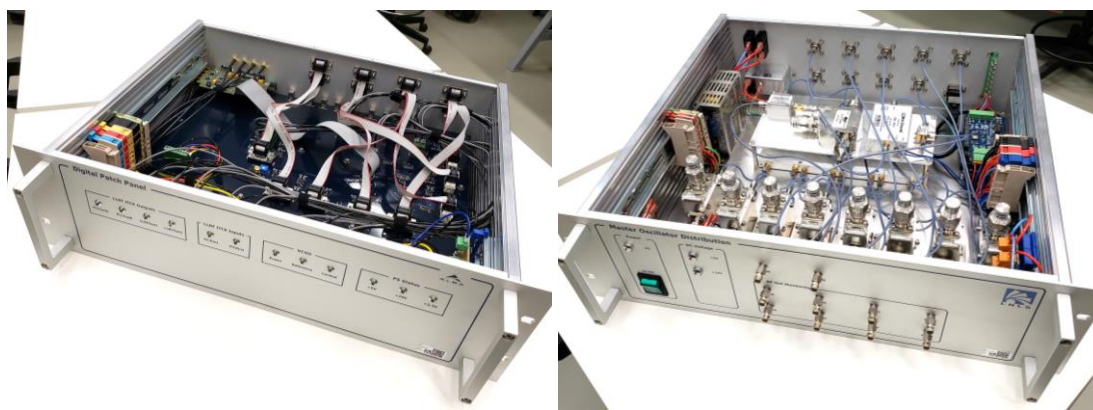


Figura 402 – Bastidores que compõem o segundo sistema de LLRF para as plantas de RF do Sirius.

Linhas de transmissão de alta potência

Um projeto preliminar das linhas de transmissão de alta potência que conectam os amplificadores às cavidades de RF foi realizado. As linhas são formadas por guias de onda no padrão WR1800 e linhas coaxiais no padrão EIA 6-1/8". Parte do conjunto de guias de onda e os circuladores e cargas de alta potência para os dois sistemas de RF foram adquiridos e estão no CNPEM. Há apenas uma indefinição no esquema de combinação dos amplificadores de alta potência, em especial devido ao fato de que o projeto dos novos amplificadores não estar finalizado e haver uma incerteza no seu posicionamento final e no comprimento de alguns trechos de guia. Os guias e linhas coaxiais do esquema de combinação precisam ser definidos e adquiridos. A combinação de quatro amplificadores se dará por meio de um combinador comercial com 4 portas EIA 6-1/8" e saída WR1800. O mesmo esquema de combinação será utilizado para as duas plantas de RF.

A Figura 403 mostra um desenho 3D da montagem dos amplificadores e das linhas de transmissão na sala de RF do Sirius. Assim como na planta atual, circuladores e cargas serão posicionados sobre o mezanino da sala da RF. Os racks de controle dos criomódulos serão posicionados sob o mezanino, mas não são mostrados na imagem.

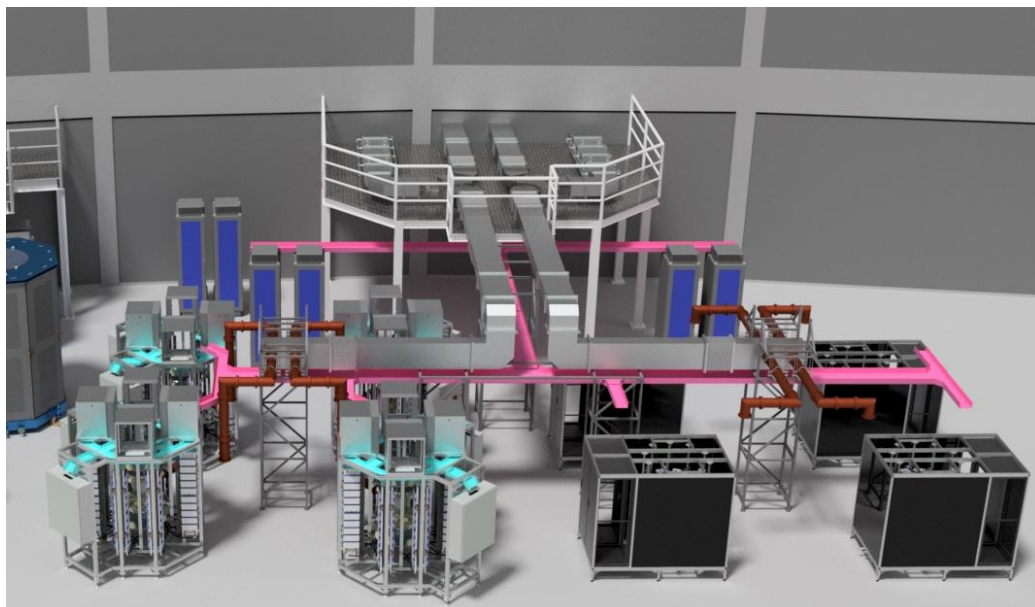


Figura 403 – Projeto de instalação das plantas de RF na sala de RF do Sirius. À esquerda os amplificadores baseados nos antigos módulos de 550W. À direita, os novos amplificadores. O mesmo esquema de combinação de quatro amplificadores é utilizado em ambos os casos.

Trecho de vácuo das cavidades

As cavidades supercondutoras serão instaladas no trecho 03 do anel de armazenamento. O trecho reto atual contém uma câmara de vácuo de seção circular conectando duas válvulas de setor que isolam o trecho do vácuo dos arcos acromáticos. Devem ser instalados no trecho as duas cavidades de RF, o trecho intermediário entre os dois criomódulos que inclui uma estação de bombeamento conectando as válvulas DN240CF dos criomódulos, dois trechos de transição entre as válvulas DN100CF e as válvulas DN25CF que isolam os trechos retos. Os criomódulos incluem a transição DN240-DN100. O trecho intermediário conectando as duas cavidades foi produzido e testado pela RI e está pronto para instalação. As transições DN100-DN25 e as estações de bombeamento desses trechos estão em produção no CNPEM. A Figura 404 mostra dois desses componentes que estão sendo produzidos para a instalação no trecho 03.

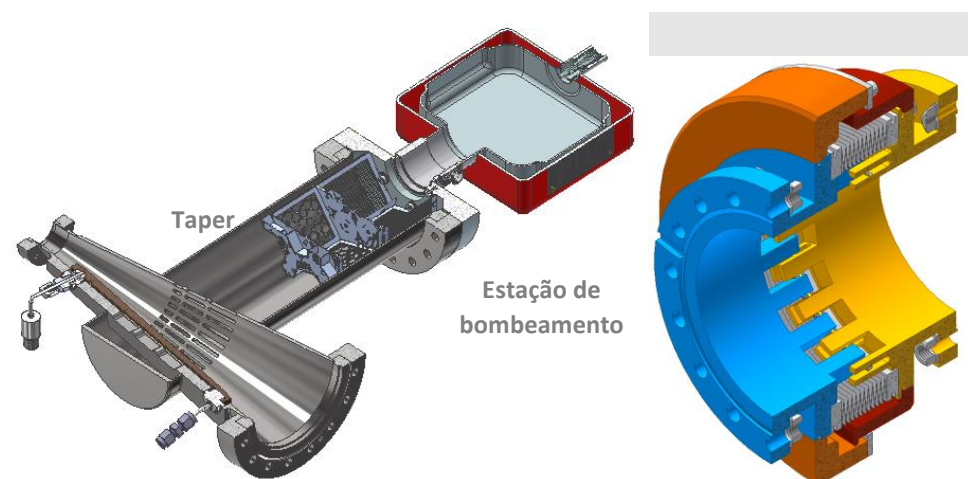


Figura 404 – (Esq) Corte do taper DN100-DN25 mostrando os detalhes internos como as aberturas para bombeamento e o absorvedor de luz síncrotron; (dir) projeto do flexível (bellows) que conecta o taper à válvula DN100 do criomódulo, mostrando a blindagem de RF.

Estão em andamento os processos de aquisição de equipamentos críticos para a instalação das cavidades supercondutoras, como a aquisição de sala limpa portátil e de equipamentos auxiliares compatíveis com salas limpas ISO 4.

Blindagem de proteção radiológica do túnel

A abertura de passagem dos guias de onda e das linhas de transferência deve ser blindada com uma estrutura que formará uma chicane para a passagem desses componentes. A blindagem deve ser dimensionada de modo a fornecer a proteção nos padrões estabelecidos pela Proteção Radiológica. A blindagem será fixada na parede externa do túnel do anel e contempla a passagem dos guias de onda e das linhas de transferência MCTL que ligam a *valve box* aos criomódulos.

Um projeto conceitual da blindagem foi realizado, com base em simulações utilizando o código de simulação Monte Carlo Fluka, considerando cenários pessimistas de perda de elétrons e de espalhamento de luz síncrotron no interior do túnel. Foram propostas três configurações de blindagem visando barrar nêutrons e radiação gama gerada por essas perdas. Uma delas, mostrada na Figura 405, considera uma combinação de aço carbono e polietileno. Os outros dois modelos utilizam blocos de concreto Portland e uma combinação de concreto Portland e chumbo. Nos três casos há um fechamento da saída das MCTL com uma placa de 5 mm de chumbo. O modelo mostrado é o mais compacto e de menor peso (13,5 ton).

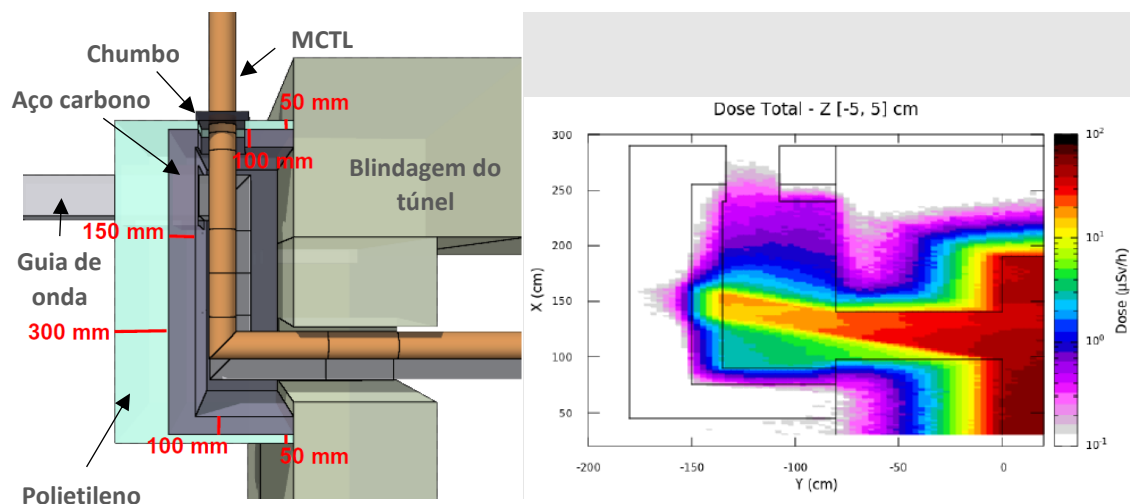


Figura 405 – (Esq) Corte de um modelo de blindagem de aço carbono/polietileno proposta; (Dir) Gráfico de dose simulada para uma simulação pessimista de perda de elétrons no interior do túnel.

Estão em andamento os projetos de instalação da infraestrutura hidráulica e elétrica, e de readequação de infraestrutura já existente, que deverão ser executados ao longo de 2023 visando permitir a instalação das novas plantas de RF e das cavidades supercondutoras.

Projeto de Onduladores para o Sirius

O programa de onduladores para as linhas de luz da Fase I do Sirius teve profundas mudanças ao longo de 2022. Havia uma previsão de utilização de onduladores tipo Delta em seis linhas de luz de dispositivos de inserção (*insertion devices* ou IDs). O projeto do ondulador mostrou-se bem mais desafiador e complexo do que inicialmente previsto, e foi bastante impactado por dificuldades com fornecedores durante o período da pandemia. Em conjunto com dificuldades técnicas que ainda estão sendo superadas, os atrasos levaram a um descompasso entre o tempo de desenvolvimento e as necessidades de instalação de IDs para as linhas de luz. Essas dificuldades resultaram em uma reavaliação das necessidades das linhas, impactando na decisão de instalar em cinco delas IDs adquiridos comercialmente. Assim, estão sendo adquiridos dois onduladores verticais planares (VPU), dois onduladores em vácuo (IVU) e um ondulador de polarização elíptica (EPU). De todos os projetos originalmente previstos apenas o projeto do DU525 da linha de luz Sabiá foi mantido. A linha utilizará dois onduladores com período de 52,5 mm e 1,2 m de comprimento instalados em tandem. O projeto prevê a instalação do primeiro ondulador no Sirius em 2023 para validação e a construção da segunda unidade em sequência.

As linhas de luz estão em diferentes estágios de desenvolvimento e instalação. Para aquelas que ficarão prontas para comissionamento antes dos IDs estarem disponíveis, a solução adotada para prover uma fonte de luz que permita comissionar a linha foi utilizar os antigos Wiggler 2T e Ondulador EPU do UVX, desativados desde o fim da operação da antiga fonte em 2019. Os dois dispositivos foram recuperados e adequados para a operação no Sirius e instalados no segundo semestre de 2022. É preciso mencionar que parte do esforço envolvido no desenvolvimento do DU220 pode ser reaproveitado em futuros projetos.

Projeto do ondulador DU525

Durante o primeiro semestre de 2022 os esforços de desenvolvimento dos onduladores Delta estavam concentrados nos dois protótipos com período de 52,5 mm (DU525) e 22 mm (DU220), ainda que prioritariamente empenhados no DU525. Para o DU220 as atividades foram focadas no retrabalho dos cassetes, produção de subcassetes, medidas dos blocos magnéticos, estudos dos blocos de terminação e preparação de programas para correção de campo. Foram realizados também estudos preliminares para a estrutura e câmara de vácuo do DU525 de 3,2 m, que não será mais construído. Em junho os desenvolvimentos para o DU220 foram encerrados.

A Figura 406 mostra a configuração básica do ondulador Delta. A estrutura do ID é formada pelas longarinas e pelos conectores, que são peças que travam as longarinas formando uma estrutura vazada de perfil quadrado. É nas longarinas que são fixados os cassetes, por meio de guias lineares. Os cassetes são peças móveis que sustentam os subcassetes, que são os suportes dos blocos magnéticos que formam a estrutura magnética do ondulador. É nos conectores que são fixados os fusos, as castanhas e os motores que permitem movimentar os cassetes. A movimentação relativa dos cassetes e conjuntos magnéticos gera as configurações de campo magnético responsáveis por produzir a luz na energia e polarização desejadas.

De particular relevância no primeiro semestre foi a montagem completa do protótipo DU525, o que possibilitou avançar com os testes de automação e, pela primeira vez, realizar uma sessão de medidas magnéticas no dispositivo. Os testes de automação e dos procedimentos de correção de campo do ondulador levaram à identificação de novos problemas, um dos quais foi contornado com a mudança da posição dos *encoders* que indicam a posição dos cassetes. O outro problema, referente a possíveis deslocamentos anormais dos cassetes e subcassetes durante as variações de fase do ondulador, ainda está sendo estudado.

Com relação ao projeto magnético do DU525, foram realizadas simulações magnéticas em diversas fases e condições de operação do ondulador, gerando mapas de campo e deflexões (*kicks*) para análise do grupo de Física de Aceleradores.

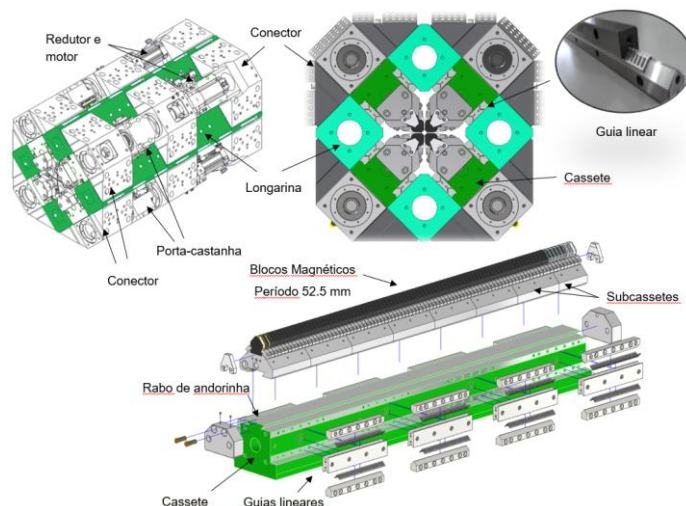


Figura 406 – Estrutura básica do ondulador Delta. A estrutura rígida é formada pelas longarinas e pelos conectores, que travam as longarinas entre si. Nessa estrutura rígida são fixados os guias lineares que, por sua vez, servirão de suporte para os cassetes. Os cassetes são peças móveis aos quais são fixados, por meio de uma estrutura tipo rabo-de-andorinha, os subcassetes. São nos subcassetes que são fixados os blocos de ímãs permanentes responsáveis pelo campo magnético do ondulador. Ao mover independentemente os cassetes os conjuntos de blocos magnéticos são movidos gerando as configurações desejadas de polarização e energia dos fótons emitidos.

Mudanças no acionamento dos cassetes

No final de 2021 foi realizada a montagem do DU525 para testes de automação e posterior caracterização magnética. Na ocasião, ocorreram problemas de travamento do sistema de movimentação, que não era capaz de vencer as forças magnéticas que exigiam do sistema um torque maior do que ele era capaz de fornecer. A solução adotada foi a instalação de um redutor cicloidal com relação de 25:1 em cada um dos cassetes (Figura 407). Na posição do servomotor original foi acomodado um conjunto redutor-servomotor capaz de vencer a força magnética. Os conectores das longarinas foram retrabalhados para a instalação dos redutores e os redutores foram testados para comprovar a especificação de folga zero e checagem de rigidez torsional.

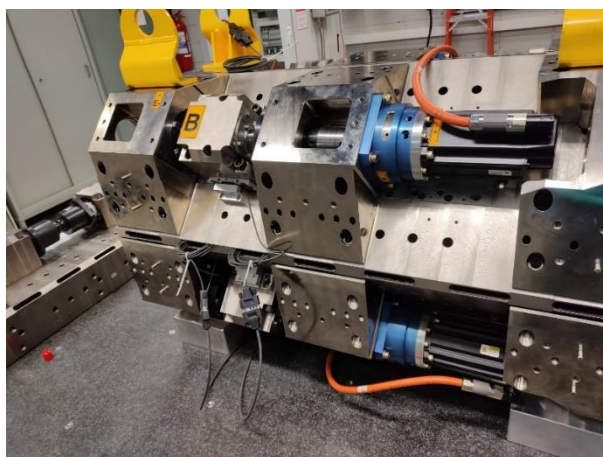


Figura 407 – Ondulador DU525 com o novo conjunto redutor cicloidal-servomotor.

Nova fixação dos guias lineares nos cassetes

Nos testes de movimentação do final de 2021 também foi observado um deslocamento transversal de alguns guias lineares em alguns cassetes do DU525. A causa não foi completamente investigada, mas suspeita-se que as forças magnéticas transversais, vibrações do conjunto de movimentação, coeficientes de atrito desconhecidos entre guia e cassete e a falta de um batente de referência para montagem do guia linear tenham colaborado para ocorrência do problema. Identificou-se também a necessidade de mudar a fixação dos guias para aumentar a sua capacidade de carga, garantindo o posicionamento inicial de montagem, fazendo com que os guias fiquem alinhados entre si e mantenham as características de linearidade do movimento, exigindo menos do sistema de transmissão e, o mais importante, garantindo o posicionamento dos cassetes. Estudos mostraram a necessidade de fazer a fixação dos guias fixos com 5 parafusos M8x30 e mais 2 pinos guia de Ø8mm nas pontas nos guias fixos

Figura 408) e 7 parafusos M8x30 nos guias móveis, onde antes havia apenas 3 parafusos M5x30 instalados em cada uma.



Figura 408 – Instalação do guia linear fixo no cassete, agora com 5 parafusos M8 e dois pinos guia.

Testes de movimentação e automação

Em fevereiro, com as peças retrabalhadas, o DU525 pôde ser remontado para testes de movimentação e automação. Como parte da automação, foram instalados *encoders* lineares absolutos entre as longarinas e os porta-castanhas, para garantir o posicionamento do cassete. O porta-castanha é fixado ao cassete e transfere o torque do motor para o movimento linear do cassete. Durante os testes foi identificado um problema na fixação dos porta-castanhas aos cassetes, pois com o movimento as forças magnéticas longitudinais causam um deslizamento do cassete com relação ao porta-castanha, fazendo com que a referência de posicionamento dos cassetes seja perdida, e causando muita vibração na movimentação.

A solução proposta para o problema é a pinagem dos porta-castanhas utilizando pinos guias cônicos de Ø12mm nas duas laterais do porta-castanha, onde já existem pré-furos para uma possível instalação destes pinos. O procedimento para aplicação dos pinos necessita que os cassetes e porta castanhas estejam montados e alinhados sobre a mesa da fresadora, para o repasse das brocas e alargadores. Para permitir que as medidas magnéticas fossem realizadas

foram modificadas as posições dos *encoders* absolutos que indicam a posição longitudinal dos cassetes, que agora referenciam diretamente os cassetes às longarinas.

O trabalho de instalação ainda não foi concretizado, pois é necessária uma caracterização dos cassetes e seus guias para definição de qual o melhor lado de montagem do porta-castanha. Após os testes magnéticos, o DU525 foi completamente desmontado e suas peças foram cuidadosamente medidas pela equipe de metrologia. Os resultados das medidas estão sendo analisados, de forma que a pinagem ainda aguarda mais dados para poder ser realizada. Após essas medidas o ondulator foi remontado com várias mudanças mecânicas mas sem a pinagem dos porta-castanhas.

Medidas do torque exigido do servomotor

Mesmo com o acionamento incluindo o redutor, observou-se que o torque exigido do motor é excessivo. Foram realizadas medidas da eficiência do sistema de fuso de esferas montado com mancais pré-carregados, para detectar qual a capacidade do equipamento mecânico de transformar o torque real aplicado pelo motor em força linear diretamente no cassete. As células de carga utilizadas não foram adequadas para uma medida precisa, mas, ainda que não conclusivos, os resultados apontam para uma eficiência muito abaixo do desejável, o que explica o alto torque exigido do servomotor.

Caracterização Magnética do DU525

No início de abril foi possível iniciar a caracterização magnética do DU525. A montagem do ondulator foi antecedida pela montagem dos blocos magnéticos nos subcassetes, seguindo a seleção indicada pelo algoritmo de *sorting* (seleção). Os blocos haviam sido caracterizados na bobina de Helmholtz e os dados das medidas foram utilizados para alimentar o algoritmo. Após a montagem, o subcassete foi medido pela bobina girante para checagem das integrais de campo. Os subcassetes de terminação foram otimizados e montados. O ondulator foi então montado para testes de movimentação e automação (

Figura 409), que indicaram o problema de escorregamento dos cassetes mencionados acima. Após os testes de automação, o *encoder* linear foi reposicionado para referenciar o cassete diretamente à longarina, e a velocidade de movimentação foi limitada de modo a minimizar o efeito do escorregamento dos cassetes.

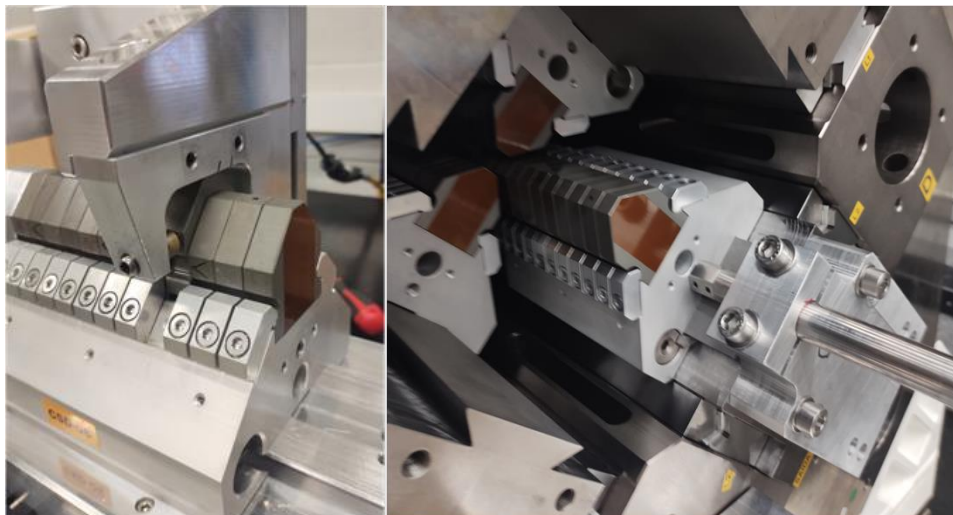


Figura 409 – (esq) Dispositivo para montagem e calçamento (*shimming*) dos blocos nos subcassetes; (dir) montagem dos subcassetes no DU525.

Foi realizada uma iteração para correção de erros de fase, um processo chamado de *shimming* virtual, em que calços são posicionados sob alguns blocos selecionados pelo algoritmo de correção, visando diminuir o erro de fase. O DU525 foi completamente montado, mapas de campo foram medidos para um conjunto de configurações do ondulator utilizando a bancada de medidas com sensor Hall, e os dados foram utilizados no programa de correção. Foram realizadas medidas de campo integrado com a bancada de fio esticado para checar os resultados obtidos a partir dos mapas de campo. Após as medidas, os subcassetes foram retirados, os *shims* (calços) posicionados sob os blocos selecionados, o ondulator foi remontado e as medidas refeitas.

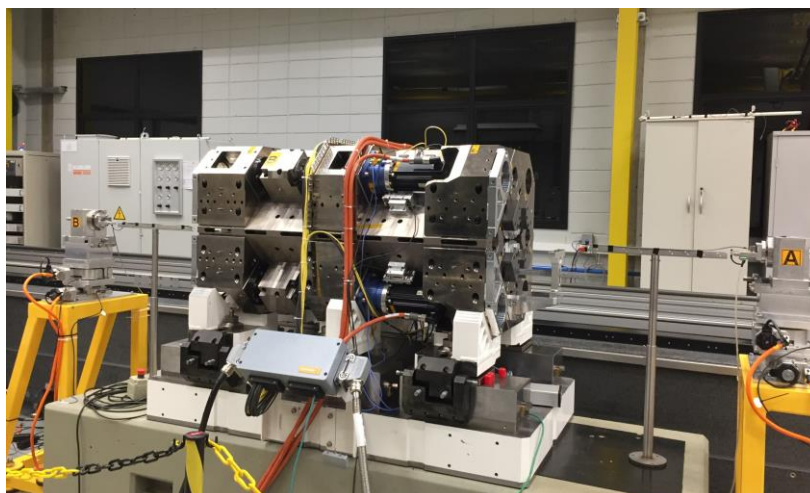


Figura 410 - DU525 posicionado na bancada de caracterização magnética, que permite medir o mapa de campo com um sensor Hall e as integrais de campo com um fio esticado.

O resultado positivo da primeira iteração foi mostrar que na condição de K máximo, os erros de fase medidos estavam muito próximos dos previstos pelo algoritmo após a correção (Figura 411). Entretanto, para valores de K intermediários, a diferença entre os erros medidos e os previstos apresentaram uma distribuição como a mostrada na Figura 412. Foram investigados

possíveis erros nas medidas e nos algoritmos, mas as simulações mostraram que o perfil de erro poderia ser devido a um problema de *taper* (uma inclinação) nos cassetes do DU525. Medidas apresentaram a mudança da inclinação dos cassetes quando o posicionamento longitudinal é repetido, porém chegando-se a essa posição passando por trajetórias diferentes.

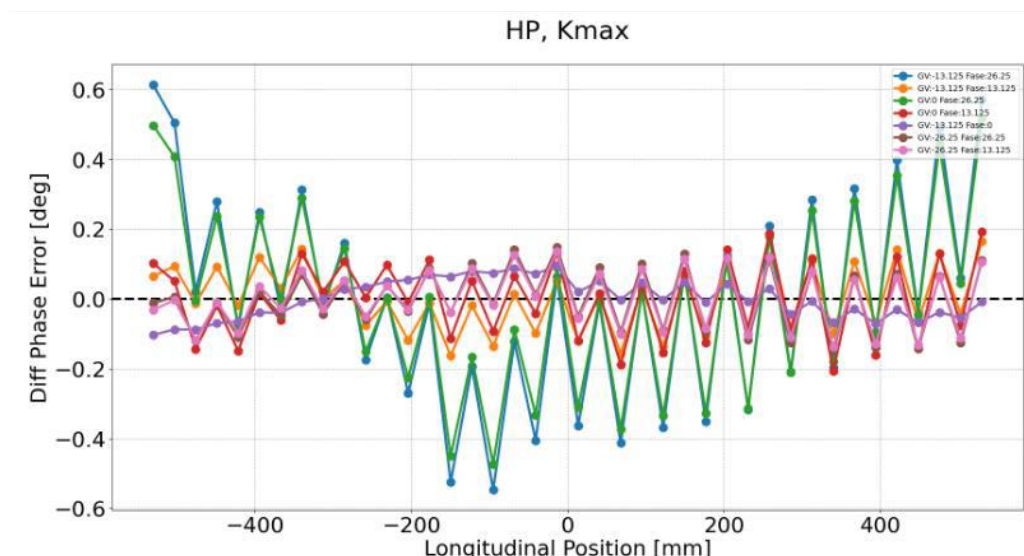


Figura 411 – Diferenças no erro de fase para polarização horizontal com K máximo. Cada curva representa uma trajetória diferente para chegar a essa configuração

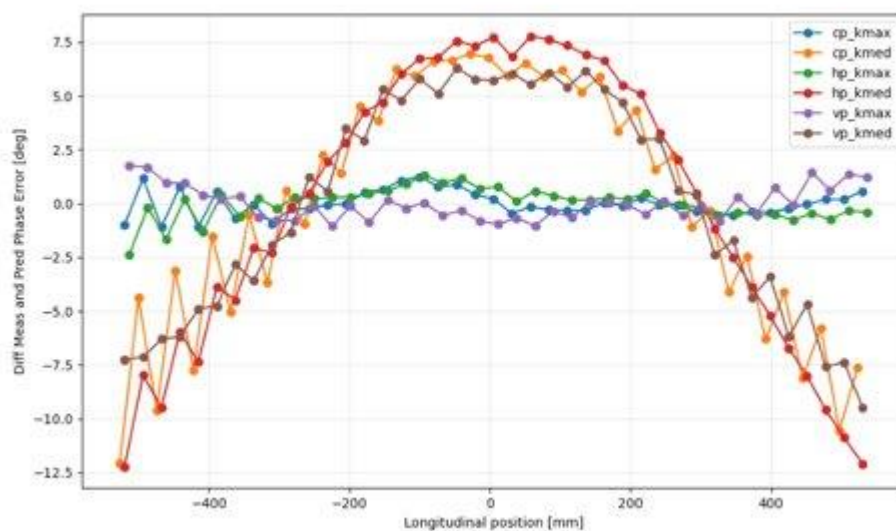


Figura 412 – Diferenças no erro de fase para polarização horizontal com K máximo (k_{max}) e K intermediário (k_{med}) medidas com sensor Hall após procedimento de *shimming*. O comportamento dos resultados para k_{med} indicam a ocorrência de *taper*.

Medição de deformação dos cassetes DU525 com forças magnéticas para detecção do efeito "taper".

Após a primeira iteração para correção de campo com a aplicação de *shimming*, foi observado que uma divergência na medida do erro de fase para as configurações de K intermediário do DU525. A análise dos resultados sugeriu que a causa poderia ser devida à uma deformação dimensional nos cassetes do ondulador, indicando um possível efeito de *taper*, ou o aparecimento de uma angularidade entre os cassetes, ou seja, a medida do gap na entrada é menor do que o *gap* da saída do ondulador. A análise das medidas magnéticas indicou uma possível deformação da ordem de 35 μm em cada cassette, medida entre a entrada e a saída do dispositivo. Medidas realizadas na entrada e saída do DU525 (Figura 413) mostraram deslocamentos ou deformações nos próprios cassetes compatíveis com as análises magnéticas. As medidas apontaram também a movimentação dos subcassetes com relação aos cassetes. As causas desses deslocamentos estão sendo identificadas e as soluções em estudo, como correções de não-parallelismos na posição dos guias lineares, correção das deformações observadas nos guias, o aumento da pré-carga nos guias lineares e o aumento do torque nas cunhas de fixação dos subcassetes. Foi observada ainda uma falta de repetibilidade de posição nas medidas em todos os cassetes, que pode ser relacionada à existência de folgas, reforçando o fator da falta de pré-carga.

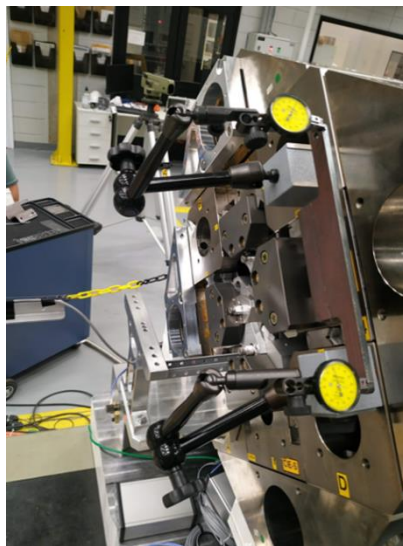


Figura 413. Setup montado para medição das deformações nos cassetes, com dispositivo para acionamento dos relógios apalpadores.

Testes de abertura e fechamento o ondulador

Durante os testes de movimentação dos cassetes do DU525 (Sabiá), a observação do deslizamento dos *cages* dos guias lineares tornou necessário visualizar essa mesma ocorrência nos guias internos, onde o acesso é impossível com o ondulador montado. Foi então possível testar o dispositivo de abertura e fechamento do Delta, projetado e construído para separar e unir a metade superior da metade inferior do módulo com a mesma precisão da montagem inicial. Este dispositivo permite instalação do ID no anel de armazenamento com a câmara de vácuo já montada no trecho, uma vez que possibilita as duas metades serem montadas separadamente. As forças envolvidas são grandes (Figura 414) tendo sido a primeira vez em que o procedimento foi testado com o dispositivo completamente montado. O teste foi bem-sucedido (

Figura 415), e, posteriormente ele terá que ser repetido com a realização da caracterização magnética antes e depois do procedimento.

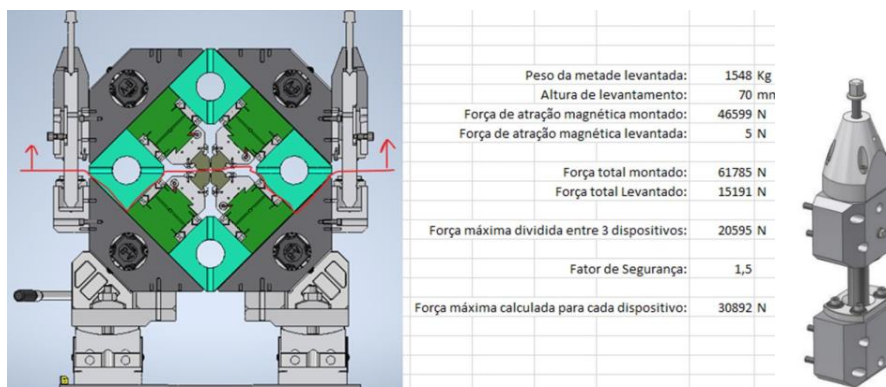


Figura 414 – Dados para cálculo do dispositivo de abertura e fechamento.

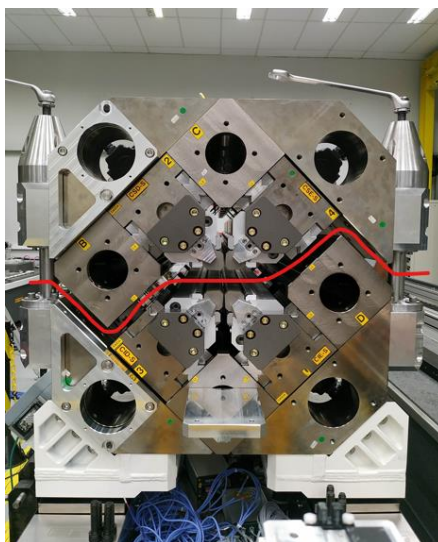


Figura 415 – Teste de abertura e fechamento do ondulador DU525.

Alteração das gaiolas de agulhas dos guias lineares

Também durante as etapas de testes do DU525 foi observado o fenômeno de deslizamento dos *cages* (gaiola de rolos agulhas) para fora dos guias lineares em alguns dos cassetes. Essas gaiolas são responsáveis por manter as separações das agulhas e o correto posicionamento deles na montagem com os trilhos do guiar linear. A causa do problema foi entendida e leva à diminuição da rigidez dos cassetes e a travamentos na sua movimentação longitudinal, podendo resultar em falha completa da montagem caso os *cages* sejam expulsos de dentro dos guias. Os estudos apontaram para a necessidade da instalação de peças finais, ou *stops* mecânicos, para limitar este escorregamento das gaiolas, fenômeno conhecido como *cage creep*. Além disso, foi sugerido também o estudo para aumento da pré-carga dos guias para diminuição das deformações que levaram à anulação das pressões nas agulhas e à ocorrência do fenômeno.

Simulações de dose nos polímeros dos guias lineares

Foram realizadas simulações da deposição de dose nos guias lineares do DU525, de forma a verificar se os polímeros utilizados para a lubrificação desses sofreriam perdas de propriedades físicas devido aos efeitos da radiação advinda do anel de armazenamento do Sirius.

Os resultados das simulações Monte Carlo com o software FLUKA mostraram que, em um cenário com maximização da deposição de dose na região dos guias lineares, no período de um ano de operação com corrente de 350 mA a dose depositada nos guias lineares seria de até 7 kGy (Figura 416).

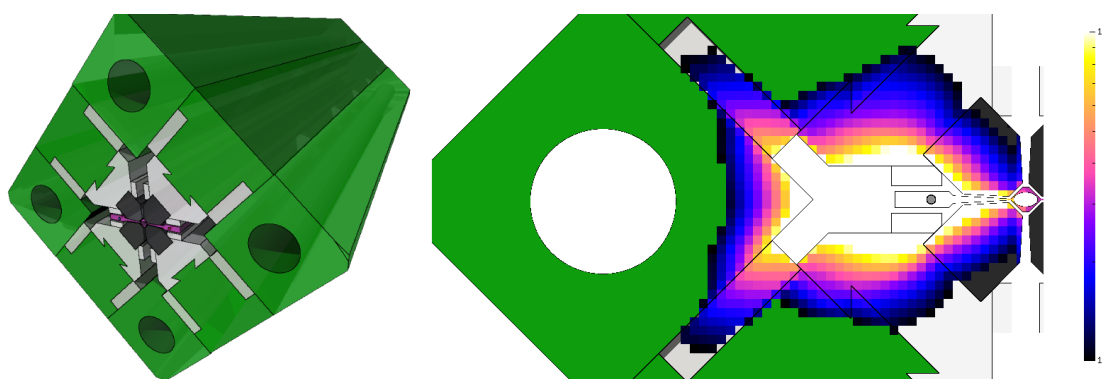


Figura 416 – (esq) Geometria desenvolvida do ondulador DU525 no software FLUKA; (dir) Mapa de dose simulada na entrada do guia linear na região mais crítica em termos de deposição de dose.

Neste cenário, tomando o valor de 100 kGy como limite para observar perdas de propriedades físicas do polímero, limite este baseado em estudos de deposição de doses em polímeros lubrificantes de viscosidade NLGI 2, seriam necessários cerca de 14 anos para ocorrer um aumento de viscosidade do polímero devido aos efeitos da radiação.

Outra análise similar foi desenvolvida com o objetivo de avaliar o potencial de dano por radiação do recobrimento polimérico Xylan no DU525 no Sirius. O valor máximo de dose foi de cerca de $1e7$ Gy/ano para perdas horizontais constantes do feixe. Comparando-o com valores reportados na literatura, seriam necessários cerca de 10 anos para que atingíssemos o valor limite. Isso é um indicativo de que é muito pouco provável que tenhamos algum dano significativo na superfície do recobrimento durante a operação do acelerador. Contudo, caso optem por utilizar o recobrimento com uma maior margem de segurança, uma sugestão seria utilizar um tipo de Xylan 1054 que utiliza o dissulfureto de molibdênio como componente ativo do lubrificante. Isso tornaria o material mais radorresistente e, portanto, aumenta a quantidade de radiação que o material suporta antes de apresentar impactos em suas propriedades físicas.

Problemas na fixação dos subcassetes

As peças da estrutura do ondulador foram medidas no laboratório de metrologia, tendo sido identificadas não conformidades dimensionais que foram compensadas com calçamentos na remontagem da estrutura. A remontagem se deu para verificar o efeito das correções visto que a alternativa seria o retrabalho dos cassetes e troca dos guias lineares, procedimentos demorados e caros. Foram corrigidos os problemas de *cage creep* e houve um aumento na pré-

carga dos guias lineares. O efeito das mudanças foi positivo no sentido de que houve uma redução do esforço exigido dos servomotores para a movimentação dos cassetes. Entretanto, na remontagem da estrutura magnética do dispositivo foram identificados problemas na fixação dos subcassetes. Na montagem os subcassetes são fixados ao rabo de andorinha por uma cunha e são travados ao cassete anterior por um parafuso para garantir que não haja folga entre eles. Durante o processo de fixação a fixação dos cassetes estava criando folgas nas cunhas dos subcassetes já instalados, permitindo que se movessem durante a movimentação dos cassetes. O procedimento de montagem foi todo revisado e testes estão sendo realizados para verificar a efetividade das soluções adotadas.

Procedimentos de correção de campo

Os algoritmos para correção magnética foram trabalhados e otimizados, e incluem arranjo de blocos (*sorting*), posições dos blocos de terminação, deslocamentos transversais finos dos blocos (*shimming*) e estrutura tipo *magic fingers*.

O algoritmo de *sorting*, utiliza as medidas de campo de cada um dos blocos magnéticos realizadas com uma bobina de Helmholtz, para gerar a melhor configuração de campo para o ondulator. Esta foi a configuração inicial do Delta utilizada na primeira montagem do dispositivo. As correções de integrais de campo e erros de fase configuram uma etapa da montagem posterior à validação mecânica final e não chegaram a ser realizadas.

No caso do DU525 os blocos utilizados nos subcassetes de terminação têm $\frac{1}{4}$ da espessura dos blocos normais e a correção das integrais de campo é realizada modificando-se o espaçamento entre esses blocos. Os algoritmos foram desenvolvidos e testados em bancada, mas ainda não foram aplicados ao DU525.

O algoritmo para a correção denominada *shimming*, que calcula a posição e dimensão ótima dos calços utilizados para deslocamentos finos dos blocos e correção do campo, foi testado, validado e documentado e melhorias foram realizadas no sentido de facilitar sua utilização. Uma iteração preliminar de correção realizada com o DU525 mostrou resultados muito promissores.

Foram realizados grandes avanços nos algoritmos de cálculo dos *magic fingers*, conjuntos de blocos magnéticos menores, de posição e orientação ajustável, adicionados ao final dos cassetes do ondulator (**Figura 417**). A função dos *magic fingers* é a de correção dos multipolos do ondulator (tendências de variação do campo em torno do centro magnético do dispositivo) e a otimização dos algoritmos de correção e da estrutura de posicionamento dos blocos magnéticos ainda está em andamento. O modelo proposto utiliza 4 ou 5 blocos de terminação de um ondulator de 20mm de período em cada cassete, e foi proposto tentar compensar a média das integrais do ondulator medidas no plano $Y=0$. Como deve haver dois conjuntos de *magic fingers* (um na entrada e outro na saída), cada conjunto deve compensar metade do valor das integrais do ondulator.

Para a otimização da configuração de *magic fingers*, um algoritmo tipo *simulated annealing* foi implementado permitindo a otimização tanto das orientações dos blocos quanto de suas posições. Em testes do algoritmo para correção de medidas reais, foi verificado que a orientação

dos blocos é o fator principal na correção, seguido pela otimização das posições como uma etapa de ajuste mais fino. O projeto mecânico do suporte, mostrado na **Figura 417**, permite a montagem de blocos em diferentes orientações e alteração de suas posições transversais em ± 5 mm. O projeto mecânico inicial previa a montagem dos blocos em batentes de alumínio fixos nos subcassetes de terminação, porém testes com o relógio apalpador indicaram a movimentação de tais batentes, portanto o projeto mecânico deve ser revisado.

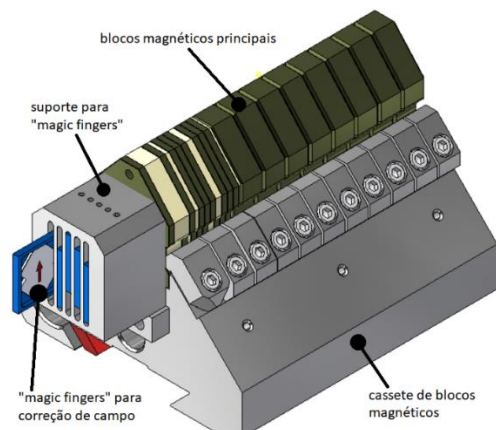


Figura 417 – Projeto de suporte para blocos magnéticos para arranjo de correção tipo *magic fingers*.

Bancadas de caracterização

Foram implementadas melhorias nas bancadas de caracterização, visando reduzir os erros de medidas e facilitar procedimentos de alinhamento. Com relação à bancada de sensor Hall foram realizados realinhamentos utilizando interferômetro e autocolimador. Foram feitos vários estudos para analisar e reduzir um possível *crossstalk* entre as medidas dos sensores Hall utilizados nas medidas do Delta, no esforço de compreender os resultados das medidas obtidos após a primeira iteração de correção de erros de fase. Com relação à bancada de fio esticado, utilizada para medir as integrais de campo do ondulator, foi implementado um novo atuador vertical com o intuito de melhorar a relação sinal-ruído, reduzindo os erros nas medidas de campo integrado (Figura 418). O dispositivo está em testes.

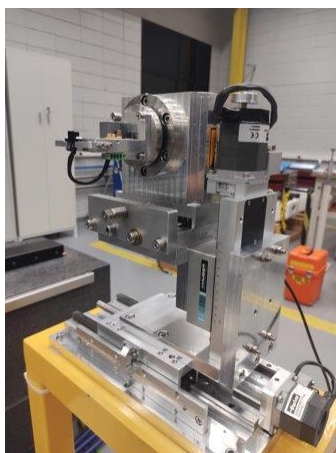


Figura 418 – Novo atuador vertical para a bancada de medida com fio esticado.

Controle e automação do DU525

Foi realizada a sintonia da malha de controle de posição dos eixos do ondulator juntamente de testes para validação da precisão de posicionamento. O *rack* de controle do DU525 foi instalado na sala de *racks* 14, assim como todo o cabeamento necessário para controle do dispositivo na sala de racks e no túnel. O *software* de controle do dispositivo recebeu melhorias e foi refinado de acordo com solicitações da linha de luz. Uma interface gráfica de engenharia foi desenvolvida para operação do dispositivo durante manutenção, além de uma segunda interface gráfica para automação de testes de movimentação repetitivos de longa duração. Além disso, o atraso de atuação do dispositivo após recepção de sinal elétrico de início de movimentação foi caracterizado e equivale ao intervalo configurado para a taxa de atualização das informações de eixos de movimentação no CLP.

Foram iniciados estudos para levantamento dos tempos envolvidos na movimentação do eixo de um motor do DU525 a partir de um sinal elétrico externo. A Figura 419 mostra a montagem utilizada durante os testes e os resultados obtidos. Foi verificado que para a interrupção da rotina principal e sua execução, existe uma variação média de 390 microssegundos.

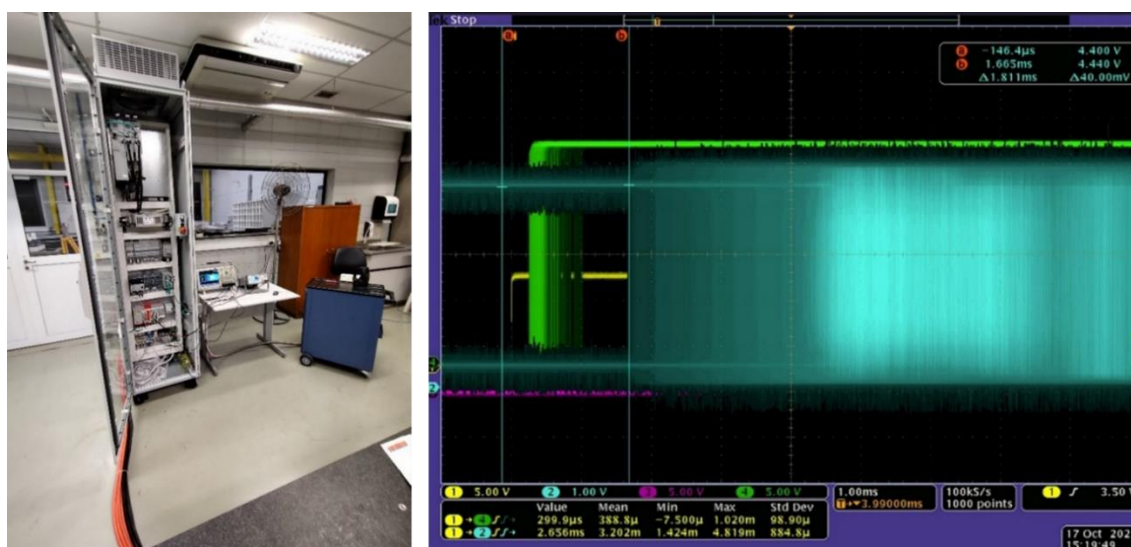


Figura 419 – Setup do estudo de trigger externo e medida de atraso (esquerda) e medida de atraso via osciloscópio (direita). Na tela do osciloscópio o sinal amarelo (sem rastros temporais) dispara a aquisição, já o segundo sinal, da esquerda para direita (verde), é referente à uma saída digital acionada pela lógica de interrupção, enquanto o último sinal a subir (azul), com o maior rastro temporal, é relativo à saída do encoder do módulo “2198-ABQE”.

Magnetos para correção residual de órbita e acoplamento

Um conjunto de magnetos formado por uma corretora vertical e horizontal e um quadrupolo *skew* será posicionado próximo a cada extremidade do DU525 para a correção de erros de órbita e acoplamento que possam ser gerados no feixe de elétrons pela operação do ondulator. As corretoras horizontais e verticais foram projetadas para atingir campos integrados de 550 G.cm, enquanto os quadrupolos *skew* devem atingir gradientes de 0.1 T. As bobinas foram produzidas e caracterizadas (Figura 420) e foram instaladas para corrigir os efeitos do EPU-UVX sobre o feixe.

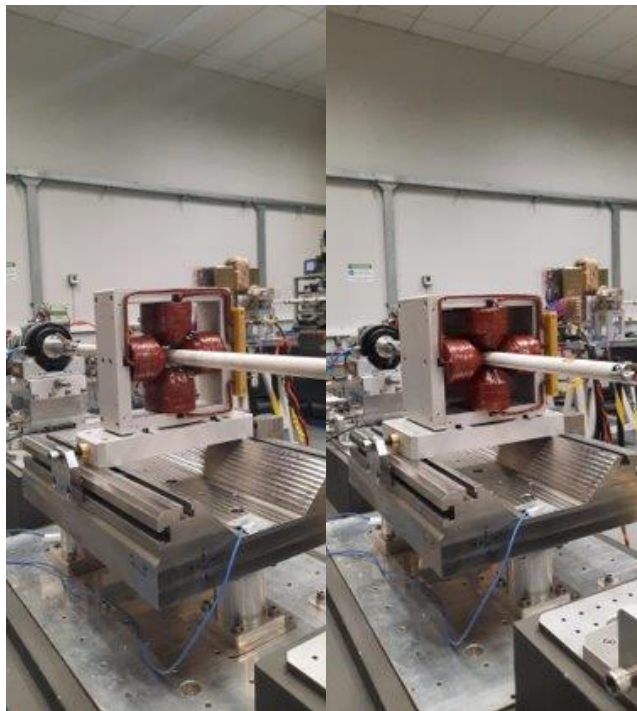


Figura 420 – Caracterização das corretoras horizontal e vertical (esq) e do quadrupolo skew (dir) na bancada de bobina girante.

Sistema de Vácuo para o DU525

Prosseguindo com o projeto de vácuo para a câmara do DU525, um importante marco foi atingido no início do primeiro semestre de 2022. A câmara de vácuo do ondulator foi instalada no Setor 10 do Sirius em conjunto com as câmaras do trecho reto. O trecho permaneceu instalado até novembro de 2022, quando foi removido para a instalação, no mesmo trecho, do EPU do UVX, que será utilizado na linha Sabiá até que o DU525 seja instalado.

A instalação foi realizada sem grandes imprevistos e após o processo de *baking* e ativação do filme NEG, a pressão de vácuo atingida foi de $1 \cdot 10^{-11}$ mbar, o que se apresentou como um resultado excelente. A (

Figura 421) mostra as câmaras de vácuo que compõe o trecho reto instalado. O comprimento do trecho é de cerca de 5 metros. O trecho é composto basicamente pela câmara de alumínio do ondulator, as câmaras de transição (fabricada em cobre) e os conjuntos de *beam position monitors* (BPMs) rodeados por um par de *bellows*. Os *bellows* tem a função principal de acomodar deformações durante o processo de expansão das câmaras durante *baking* e ativação do filme NEG. O BPM é um elemento de diagnóstico utilizado para identificar a posição real do feixe de elétrons.

Na Figura 422, pode-se notar a evolução da pressão de vácuo do trecho durante o processo de *baking* para ativação dos filmes NEG. Conforme já mencionado, a pressão final atingida foi $1 \cdot 10^{-11}$ mbar.

Após a instalação, ao retornar à operação com feixe de elétrons no Sirius, o interior das câmaras de vácuo é irradiado com feixe de luz síncrotron, caracterizando o processo de condicionamento de vácuo com feixe de luz. A

Figura 423 ilustra a evolução da pressão de vácuo normalizada pela corrente injetada no anel principal do Sirius em função da dose acumulada de feixe de elétrons após a instalação da câmara do DU525. Com o aumento da dose acumulada, nota-se uma redução importante do valor de pressão normalizado pela corrente, o que mostra um bom condicionamento com feixe. A pressão normalizada pela corrente de $3.0 \cdot 10^{-12}$ mbar/mA especificada em projeto foi atingida com uma dose acumulada de aproximadamente 30 A.h, bem antes da dose de 100 A.h que é tipicamente especificada.

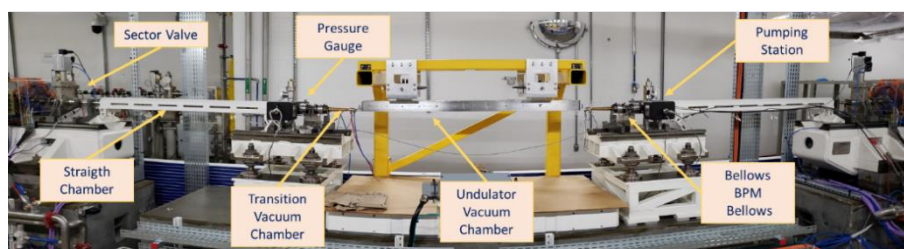


Figura 421 – Lay out do trecho reto com as câmaras de vácuo do protótipo do DU525.

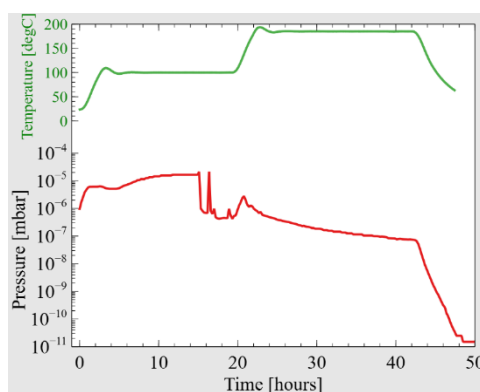


Figura 422 – Evolução da pressão de vácuo durante os processos de Baking e ativação do filme NEG.

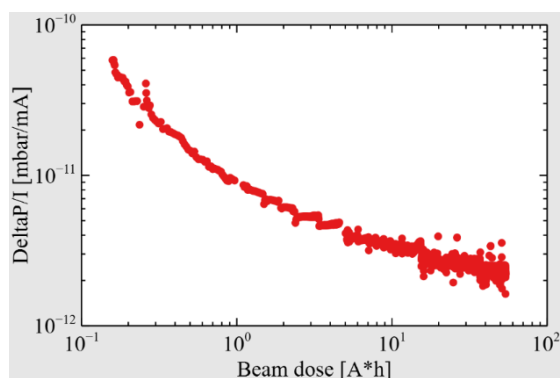


Figura 423 – Queda da pressão normalizada pela corrente de elétrons em função da dose acumulada medida no trecho reto após a instalação da câmara do DU525.

Instalação do Wiggler 2T STI

A linha de luz Paineira terá como fonte de luz um ondulator em vácuo (IVU) que está em processo de aquisição. Como a linha de luz estaria pronta para comissionamento no segundo semestre de 2022, a solução encontrada para permitir o comissionamento foi instalar o antigo Wiggler de 2 Tesla no trecho reto do Setor 14 do Sirius. O dispositivo foi construído pela STI Optronics (EUA) em 2003 e foi desativado no final de 2019, quando a operação do UVX foi definitivamente encerrada. O wiggler foi removido da antiga fonte em 2022 e foi adequado para a operação no Sirius. De modo a compatibilizar a sua instalação com as necessidades da linha de luz, a instalação foi programada para a parada de manutenção de setembro de 2022.

O processo de adequação do wiggler envolveu a recuperação do sistema de controle, a troca do cabeamento de sensores e atuadores para permitir a instalação do rack de controle fora do túnel, e a determinação da abertura mínima admitida para a operação do wiggler no anel. Foi realizada uma revisão elétrica completa do rack de controle e foi preparado um computador para a hospedagem dos programas de operação. Foi necessário providenciar duas fontes de corrente para os ímãs de correção de integral de campo do wiggler. Para tal foram preparadas placas de controle UDC, especificadas as interfaces com o sistema de controle e foram realizados testes e calibrações *in situ*.

Uma vez recuperado o sistema de controle, o wiggler foi posicionado na bancada de caracterização por sensor Hall e mapas de campo foram medidos para diversos *gaps* (abertura entre os polos) de interesse. Com esses mapas de campo foi determinado e foram reajustados os dispositivos de proteção para garantir o gap mínimo. Foi medida uma nova tabela de atuação das corretoras de campo para diferentes aberturas do ondulator e realizada a fiducialização magnética e geométrica.

O gap mínimo foi fixado em 45 mm, o que corresponde a um campo magnético máximo de 1,1T. O impacto da operação do wiggler nesse gap precisou ser avaliada, pois a incidência de luz síncrotron em trechos de aço inoxidável do arco principal do Sirius pode levar a danos catastróficos no sistema de vácuo, com um arejamento abrupto que atingiria diversos setores do anel de armazenamento. Dessa forma, foram realizados estudos de *ray tracing* para avaliar possíveis riscos e que mostraram a necessidade de instalar máscaras refrigeradas em pontos da câmara após o wiggler. Essas restrições localizadas na abertura da câmara de vácuo, com diâmetro interno de 18 mm de diâmetro, geram sombras que protegem os componentes da câmara que estão a jusante do dispositivo, que ficam assim protegidos da incidência de luz síncrotron produzida pelo wiggler.

Para o sistema de vácuo deste trecho decidiu-se utilizar a câmara de vácuo padrão do Sirius, com diâmetro interno de 24 mm e material cobre-prata, ligeiramente conformada para adequá-la aos ímãs de correção de campo do wiggler. O *layout* do trecho reto contempla câmaras retas, bellows e uma estação de bombeamento.

A Figura 424 mostra o wiggler instalado no trecho 14 do anel de armazenamento. No processo de instalação da câmara de vácuo foi realizado o processo de *baking*, que consiste no aquecimento das câmaras para limpeza do gás adsorvido na superfície, e a ativação do filme NEG, que é o material absorvedor responsável pelo bombeamento das câmaras de vácuo. Após esses procedimentos a pressão de vácuo obtida no trecho foi de $3 \cdot 10^{-11}$ mbar. O

comissionamento com feixe armazenado no anel também foi realizado e a pressão final obtida no trecho foi de 2.10^{-10} mbar.

Após as instalações de vácuo o wiggler foi posicionado, nivelado e alinhado. Foram checados os dispositivos de proteção, instalados os dispositivos que limitam o fim de curso e instalado um *hard stop* para eliminar qualquer possibilidade do gap se fechar sobre a câmara de vácuo. O rack de controle foi instalado na sala de racks fora do túnel. O wiggler foi testado e liberado para operação.



Figura 424 – Wiggler de 2 Tesla instalado no trecho 14 do anel de armazenamento do Sirius.

Instalação do Ondulador EPU do UVX

A linha Sabiá é a única linha de luz da primeira fase do Sirius que utilizará os onduladores Delta como fonte de luz. Como a linha deverá ficar operacional no final de 2022, e necessitará de uma fonte de luz para ser comissionada, foi instalado no trecho 10 do anel de armazenamento o antigo ID utilizado na linha PGM da antiga fonte de luz UVX (Figura 425). Trata-se de um ondulador de polarização elíptica (EPU) do tipo Apple-II produzido no LNLS entre 2003 e 2006. Diferentemente do wiggler, que opera em um *gap* fixo, e tem sua configuração ajustada pela operação do Sirius, o ondulador é operado a partir da linha de luz. Durante os experimentos, a linha de luz atua continuamente sobre o ondulador para modificar as características dos fótons emitidos. Assim, foi necessário fazer a adequação do sistema de controle do EPU ao sistema de controle do Sirius, o que envolveu modificações significativas de *hardware* e *software*.

Mantendo o padrão do Sistema de Controle do Sirius, foi utilizada como plataforma de controle a BeagleBone Black na interface multi-propósito SERIALxxCON. Adicionalmente, integrou-se à essa eletrônica a comunicação serial com demais equipamentos de monitoramento do EPU bem como o acionamento remoto do botão de rearme do sistema de controle do ondulador. Desenvolveu-se um *shield* para implementação de hardware desses novos acionamentos e o conjunto foi integrado ao rack do EPU. Foi necessário o desenvolvimento de *hardware* e *firmware* para acionamento dos drivers dos motores via *socket*, uma vez que a eletrônica original e antiga, não possui reserva e necessita de porta paralela para interface. Foi desenvolvido um IOC EPICS para integrar o EPU ao sistema de controle distribuído do Sirius e definido o conjunto de variáveis de controle e monitoração do EPU disponibilizado para o sistema de controle do Sirius.

A recuperação do EPU dispositivo para instalação envolveu uma manutenção mecânica, com a lubrificação das partes mecânicas móveis, e uma revisão completa do rack de controle e das conexões elétricas. Foram revisados os sensores de fim de curso e os acionamentos de ajustes de gap e fase. Uma vez operacional, o EPU foi movido para a sala de caracterização magnética.

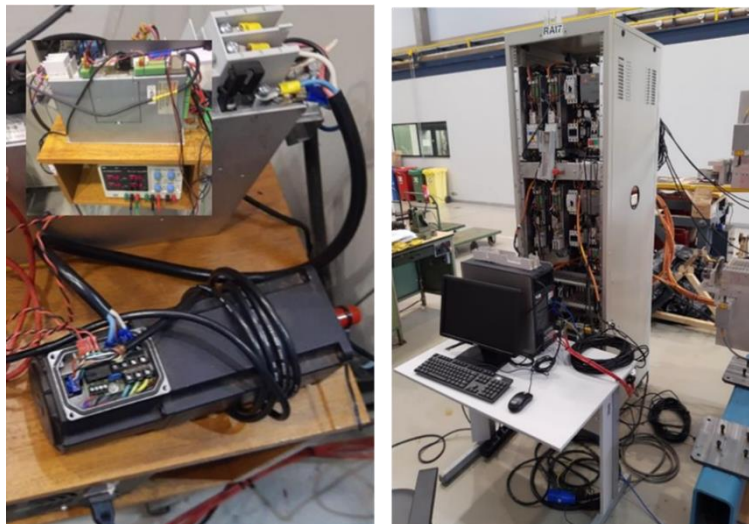


Figura 425 – Fotos do setup de teste de parte do sistema de controle do dispositivo de inserção EPU do Sirius que manteve o padrão já adotado no acelerador.

O ondulator foi medido na bancada de caracterização por sensor Hall e mapas de campo foram medidos para vários gaps e fases de interesse para análises de dinâmica de feixe. Como dois dos blocos magnéticos de terminação do polo inferior tinham pequenas avarias, as medidas serviram também para mostrar que não seria necessário substituí-los. As medidas foram comparadas com as realizadas antes da instalação no UVX e não foi possível notar alterações no campo magnético. Após finalizadas as medidas solicitadas pela Física de Aceleradores do LNL foi realizada a fiducialização magnética do EPU, para adequá-lo aos procedimentos de posicionamento e alinhamento na rede magnética do Sirius.

Diferentemente do Wiggler, o EPU foi instalado com um par de monitores de posição (BPM), de corretores de órbita horizontal e vertical, e de quadrupolos *skew*, que são previstos para a futura instalação do DU525 no trecho. Esses magnetos são utilizados para efetuar correções de órbita e acoplamento do feixe de elétrons durante as mudanças de gap e fase do ondulator. As corretoras e os quadrupolos *skew* foram produzidos e caracterizados no laboratório de caracterização magnética. Foi necessário instalar e configurar fontes de corrente para esses magnetos, e integrá-las ao sistema de controle do Sirius.

Para a instalação do EPU foi necessário remover a instalação que já havia sido feita para receber o protótipo do ondulator Delta, o que inclui um berço de concreto, os suportes de BPMs e magnetos, a câmara de alumínio do DU525 e demais trechos de vácuo. Para a instalação foram projetados e construídos suportes para a câmara de vácuo do EPU e para os berços dos ímãs e monitores de posição. As atividades de remoção das instalações e a instalação dos novos suportes, das novas câmaras de vácuo e do EPU foram realizadas na parada de manutenção de novembro de 2022.

O EPU será utilizado no Sirius com os mesmos limites de *gap* utilizados no UVX. Dado que a abertura vertical nominal de operação do ondulador é de 22 mm, foi necessário realizar a conformação mecânica de uma câmara padrão do Sirius, cujo diâmetro externo é 26 mm, para um perfil elíptico de dimensão vertical de 19 mm. Foram realizados estudos da potência térmica depositada nas câmaras de vácuo do trecho 10, bem como análise de risco de impacto do feixe de luz em câmaras não refrigeradas. Além da câmara de vácuo do EPU foram produzidos novos trechos retos, para os corretores de órbita e para a conexão das duas estações de bombeamento de vácuo do trecho com as válvulas de setor que isolam o trecho. Todas as câmaras passaram pelo processo de deposição de NEG e tiveram sua estanqueidade previamente verificadas. O trecho reto inclui também os monitores de posição e um conjunto de *bellows* para acomodação dos vários componentes.



Figura 426 - EPU do UVX instalado no trecho 10 do anel de armazenamento.

Após a desinstalação da câmara do DU525 foi realizada a instalação dos novos suportes e da nova câmara de vácuo do trecho. O trecho foi submetido ao processo de *baking* e ativação do filme NEG, e foram realizados os testes de estanqueidade. A pressão de vácuo obtida no trecho após *baking* e ativação do filme NEG foi de $6.0E-11$ mbar, que foi um ótimo resultado de condicionamento para vácuo. Foi realizada então a instalação e alinhamento do EPU, os testes de proteção e de movimentação, e finalizada a instalação do rack de controle. Após

comissionamento com feixe armazenado na máquina a pressão final obtida no trecho foi de 2.10^{-10} mbar, o que mostra que a instalação de vácuo foi muito bem-sucedida.

Sistema de Vácuo para o DU220

Embora o projeto do DU220 tenha sido posteriormente interrompido, ótimos resultados foram obtidos nos testes da câmara de vácuo desenvolvida para esse dispositivo, que poderão ser de grande valia para futuros dispositivos a serem desenvolvidos para o Sirius. Em março de 2022, uma câmara protótipo sem canais de resfriamento foi instalada no trecho reto 16 do Sirius para avaliar a eficiência da injeção, desempenho e possíveis impactos na dinâmica do feixe. A configuração do setor é semelhante à utilizada no trecho do DU525 em termos de BPM e bombas iônicas (

Figura 427).

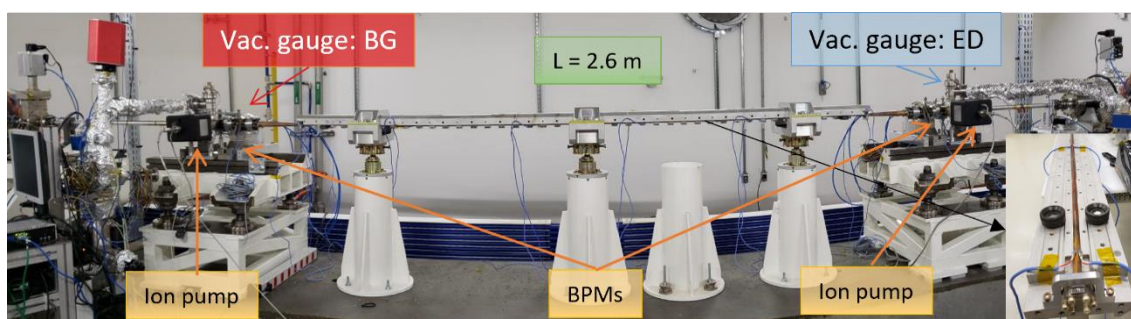


Figura 427 – Lay out do trecho reto com a câmara de vácuo protótipo do DU220 instalada no Sirius para testes

Após o processo de *baking* e ativação do filme NEG, a pressão de vácuo atingida foi de 1.10^{-10} mbar e o comportamento da pressão durante o processo de *baking* pode ser visto na

Figura 428, sendo: BG o sensor pré-câmara DU220; e ED o sensor pós-câmara DU220.

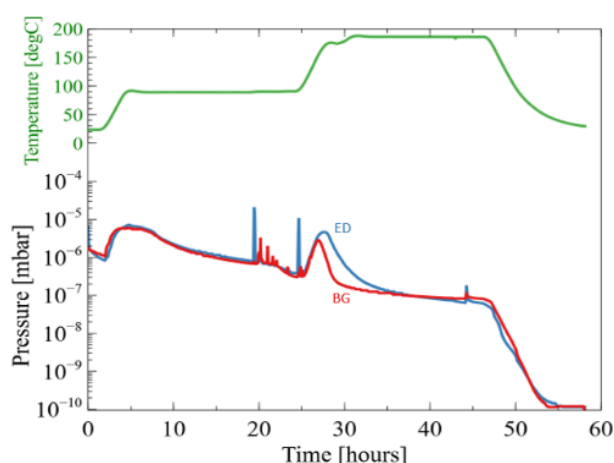


Figura 428 – Evolução das pressões de vácuo durante os processos de Baking e ativação do filme NEG

A evolução das pressões com feixe pode ser observada na Figura 429 e Figura 430. A pressão pós-câmara (ED), após uma queda inicial com o aumento da dose acumulada, mostra uma

tendência de aumento após uma dose acumulada de aproximadamente 10 A.h. Isto pode ser explicado pela saturação do filme NEG da câmara próxima ao sensor, devido à alta degasagem proveniente do componente de diagnóstico instalado na região, o qual tem uma grande área superficial sem filme NEG. Comportamentos semelhantes já foram observados em outros trechos com componentes de diagnóstico similares. No entanto, mesmo com a tendência de aumento, a pressão pós-câmara (ED) se mantém na faixa de 10^{-10} mbar com feixe, o que não está afetando a operação da máquina. Pela Figura 429, percebe-se que, após 65 A.h de dose acumulada, a pressão, pré-câmara (BG), normalizada pela corrente atingiu 5.10^{-12} mbar/mA, um valor cerca de duas vezes maior que a especificação. Entretanto, a câmara está bem condicionada e há chances de se atingir o valor de projeto de 3.10^{-12} mbar/mA com a dose acumulada de projeto de 100 A.h. Vale ressaltar que a pressão normalizada pela corrente pós-câmara (ED) foi calculada partindo de um ajuste de curva do aumento da pressão de fundo, definindo-se assim a pressão de base real, que foi então subtraída do aumento de pressão devido à incidência de feixe.

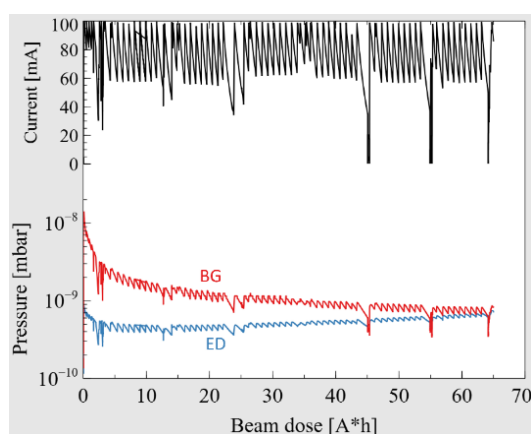


Figura 429 – Evolução da pressão com a dose de feixe.

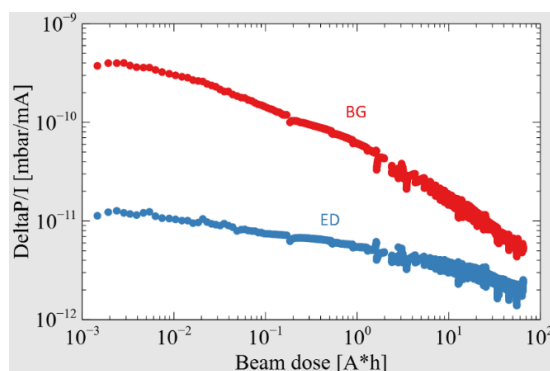


Figura 430 – Evolução do condicionamento de vácuo com a dose de feixe.

Com relação ao desenvolvimento da solda do sistema de refrigeração, o dispositivo de brasagem foi reprojeto de forma a garantir uma melhor proteção das câmaras durante o processo, e um novo conjunto foi fabricado. Duas unidades do gabarito com 1300mm de comprimento foram fabricados. Este gabarito vai permitir a instalação das câmaras de 1300mm no anel e melhorar o processo de avaliação dimensional na tridimensional através do acesso à região inferior às

abas. Além disso, um fornecedor externo foi qualificado para a usinagem das abas com o apoio da Ferramentaria do CNPEM. A montagem da versão atualizada pode ser vista na Figura 431.



Figura 431 – Dispositivo de brasagem desenvolvido para a solda do sistema de refrigeração do DU220

Também foi projetado e construído um sistema de medição passa-não-passa, para avaliar as tolerâncias dimensionais da câmara pós-solda, simulando a montagem dentro dos ímãs. Testes preliminares realizados com o kapton de 0,025mm de espessura demonstraram que a câmara deslizou com interferência, porém, não houve amassamento e nenhum tipo de marca na câmara após teste. É importante salientar que medidas na máquina tridimensional ficaram a ser realizadas para a validação do dimensional do gabarito, e por interrupção do projeto, outras demandas passaram a ser prioridades. Então faz-se necessário uma verificação dimensional completa do gabarito antes da conclusão final. Por fim, também será testado a montagem com kapton de 0,012mm de espessura no futuro para registro e fechamento do projeto. A montagem do gabarito passa-não-passa desmontado com kapton pode ser visto na Figura 432 e a câmara dentro do gabarito montado pode ser vista na Figura 433.



Figura 432 – Gabarito de teste passa-não-passa desenvolvido para a conferência das tolerâncias dimensionais da câmara do DU220



Figura 433 – Teste da câmara no gabarito passa-não-passa.

Projeto Conceitual de Câmara de Vácuo para o Ondulador APPLE II

No segundo semestre de 2022, iniciou-se o projeto conceitual da câmara de vácuo para o ondulador modelo Apple II que será adquirido pelo LNLS para instalação no Sirius.

Foram realizados estudos para avaliação da abertura magnética do ondulador de forma a considerar erros de usinagem, medida dimensional e posicionamento durante instalação. Para o ondulador Apple II, decidiu-se pela abertura magnética de 10,3 mm para medida vertical da câmara de 9,4 mm. Será utilizado o mesmo perfil de alumínio já adquirido para a fabricação da câmara para o ondulador DU525. A Figura 434 mostra a seção transversal da câmara de vácuo. São necessárias mais informações a respeito do projeto do ondulador para que o projeto detalhado da câmara de vácuo seja realizado.

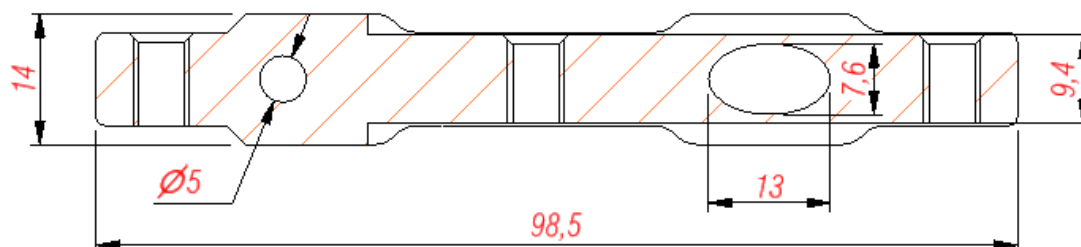


Figura 434 – Esboço da seção transversal da câmara para o Ondulador Apple 2.

Onduladores Kyma

Um conjunto de cinco onduladores planares estão sendo utilizados para o comissionamento e início de operação das linhas de luz. Esses IDs foram adquiridos da empresa italiana Kyma e foram instalados no anel de armazenamento em 2020. Os dispositivos operam de maneira sincronizada com os monocromadores das linhas de luz, gerando radiação síncrotron em energias específicas. No Sirius essa sincronização é atualmente realizada via sistema de controle, o que introduz diversos atrasos e incertezas inerentes à rede Ethernet. Os monocromadores operam como escravos dos onduladores, mas ainda sem precisão temporal, o que tem limitado a velocidade das varreduras. Para o futuro, além de aumentar o desempenho dessa comunicação deseja-se ter o monocromador operando como mestre dessa movimentação, ou seja, o ID deverá ser capaz de seguir referências enviadas pela linha de luz.

Em conjunto com o grupo de Controle e Integração de Linhas de Luz foi implementado um novo modo de movimentação para testes de varredura Flyscan, em que as medidas na linha de luz são realizadas enquanto o ondulator e o monocromador estão em movimento sincronizado. A primeira estratégia implementada foi a troca de informações entre ambos via arquivo texto (CSV). O arquivo contém os perfis de movimentação do ondulator, com dados de posição, velocidade e aceleração, e um sinal de disparo (*trigger*) via *hardware* sincroniza os dois sistemas.

A continuação dos esforços para sincronização se deu pela implementação da passagem da referência de posição do ondulator Kyma para o sistema de controle do monocromador da linha de luz via comunicação UDP. Isso garante maior controle ao longo da movimentação, pois os sistemas se comunicam com baixa incerteza temporal, garantida pela maior simplicidade do protocolo UDP.

Como parte dos estudos sobre o excesso de ruído de leitura do *encoder* incremental que monitora a posição do eixo do ondulator foram realizados testes para carregamento de curva e recepção de *trigger* e foi implementada, como prova de conceito, a transmissão em tempo real de leituras de posição entre o controlador de um dos onduladores Kyma e o controlador de um monocromador. A Figura 435 mostra a o ambiente de programação dos controladores Beckhoff, usados pelos onduladores Kyma, durante um teste de movimentação.

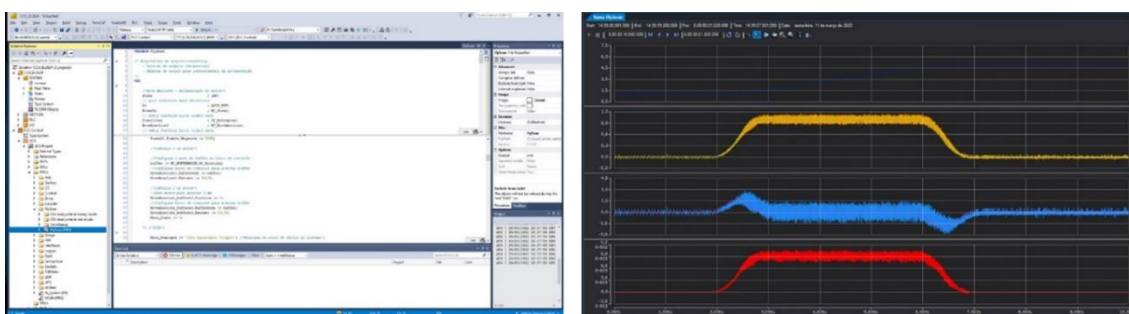


Figura 435 – Ambiente de programação “TwinCat” dos controladores Beckhoff (esquerda) e gráficos de posição e aceleração juntamente com a referência via CSV (direita).

Os onduladores Kyma utilizam *encoders* incrementais com discretização digital da ordem de centenas de nanômetros. Os sinais dos *encoders* são utilizados como referência pelos controladores que movimentam os cristais dos monocromadores das linhas de luz. A resolução atual parece não atender às demandas de estabilidade das linhas. O ruído digital de quantização dos *encoders*, integrado na banda passante de interesse, já representa um problema. Somado a isso, o *setup* dos *encoders*, que conta com divisores (*splitters*) digitais para enviar os sinais de posição para diferentes sistemas, parece amplificar e introduzir novas interferências de baixa frequência, abaixo de 10 Hz.

A instalação de um *encoder* absoluto juntamente com o *encoder* existente permitiu a comparação das medidas durante varreduras de posição. O ruído de baixa frequência do dispositivo de leitura incremental aparece tanto no domínio do tempo, como nos gráficos de posição versus tempo mostrados na Figura 436, como também em espectros comparativos em diferentes configurações de hardware, com diferentes filtros e montagens. Os estudos para mitigar o problema estão em andamento.

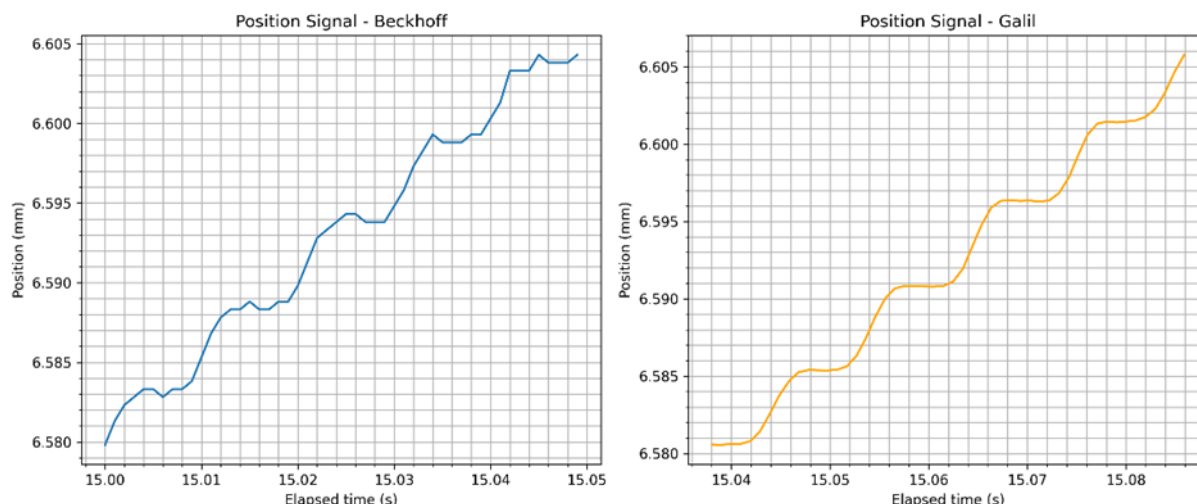


Figura 436 – Aquisição dos encoders incremental (esquerda) e absoluto (direita) mostrando o ruído mais pronunciado nas medidas do incremental, que tem uma resolução pior que o absoluto.

Avanços no Interlock de órbita para Onduladores

No ano de 2022 foram obtidos avanços nas análises de intertravamento de órbita para os futuros onduladores a serem instalados no Sirius. Foi desenvolvida uma rotina computacional a ser implementada no *software* Synrad para a execução de *ray-tracings* com maior velocidade. Além disso, foi criado um programa em Matlab para a análise geométrica das aberturas admissíveis de posição do feixe de elétrons. A partir destas definições, será levantado o mapa de fase para o ondulador DU525 de comprimento de 2400 mm que possui alta densidade de potência.

Planta Criogênica

Em 2021, o CNPEM firmou com a Linde e White Martins um contrato de fornecimento de uma planta de liquefação de Hélio a 4K de 750W. Essa planta tem como finalidade fornecer Hélio Líquido para três cavidades supercondutoras e uma cavidade harmônica do Sirius.

Durante o ano de 2022, esse projeto apresentou um grande avanço técnico, na qual o “*Final Desing Review*” foi realizado. A Linde concluiu a especificação técnica de todos os equipamentos da Planta Criogênica. Esses equipamentos foram comprados e fabricados no segundo semestre de 2022. Também foi realizado o “*Installation Design Review*” entre CNPEM, Linde e White Martins, com o objetivo de verificar os projetos da White Martins de encaminhamento de tubulações e eletrocalhas, 3D da planta criogênica e checar possíveis interferências. Por último, concluímos 2022 com a execução do “*Factory Acceptance Test*” no site da Linde com a presença do CNPEM para validação da performance da Cold Box especificada pelo CNPEM.



Figura 437 – Compressor de Hélio fabricado pela Kaeser



Figura 438 – Cold Box em teste na Linde

Em paralelo, a White Martins concluiu a fabricação dos 3 tanques de estocagem de hélio gasoso. Diversos estudos de movimentação dos tanques para o local definitivo foram realizados, devido às dificuldades de passagem dos tanques pelo túnel do prédio.



Figura 439 – Içamento do Tanque



Figura 440 – Passagem do Tanque no Túnel

Ademais, no final de 2022 a WM concluiu a instalação dos tanques no local definitivo. Para esta instalação dos tanques, durante 2022 foi construída uma base de concreto pela empresa WML e foram instaladas estruturas metálicas para receber o terceiro tanque, além de plataformas de acesso para manutenção dos tanques.



Figura 441 – Estrutura metálica montada para receber o terceiro tanque

A White Martins também realizou diversas visitas e medições em campos para a apresentação de um projeto de roteamento da parte quente da planta criogênica.

Para o funcionamento da planta Criogênica, o CNPEM precisa entregar algumas Utilidades, tais como: água de processo para resfriamento dos equipamentos, alimentação elétrica e aterramento, ar comprimido, ventilação da sala de compressores, exaustão dos equipamentos e dispositivos geradores de gases, iluminação dos tanques, automação, integração com o sistema supervisor do Sirius, infraestrutura de dados e CFTV. Em 2022, fizemos a especificação técnica dessas utilidades e o processo de concorrência de um projetista. Também foi concluído o projeto das utilidades para a Planta Criogênica (exceto Exaustão da parte fria da Cryoplant) e

iniciado o processo de concorrência para contratação das Utilidades para Planta Criogênica (fase 1).

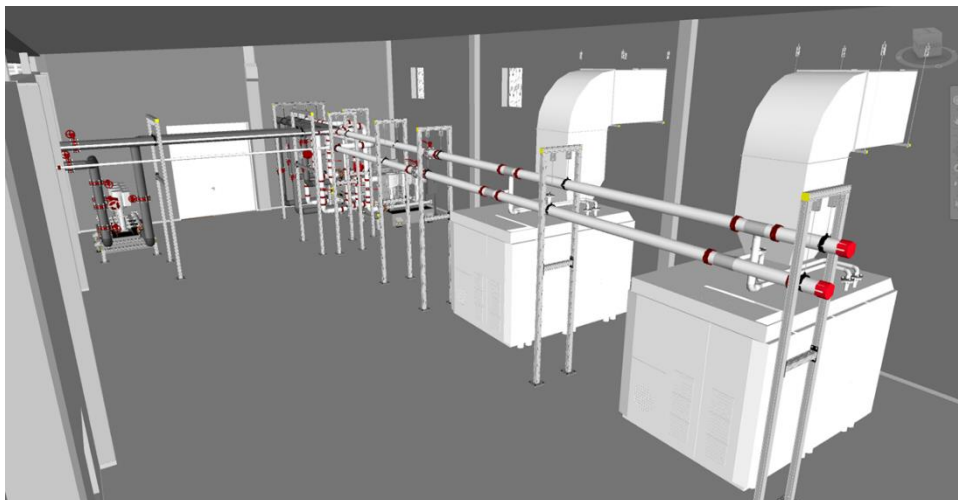


Figura 442 – Projeto de Utilidades para Sala de Compressores de Hélio

Durante o desenvolvimento do projeto da planta criogênica, identificamos a necessidade de construção de um mezanino para instalação dos Ambient Heaters. Como esses equipamentos apresentam muita condensação, baixas temperaturas e têm acesso restrito, decidimos não os instalar em cima da blindagem. Isso demanda a construção de um mezanino entre os eixos 21 e 23 e o eixo C e blindagem. Em 2022 foi contratado e realizado o projeto do mezanino, em como a contratação da empresa que irá iniciar a fabricação em 2023.

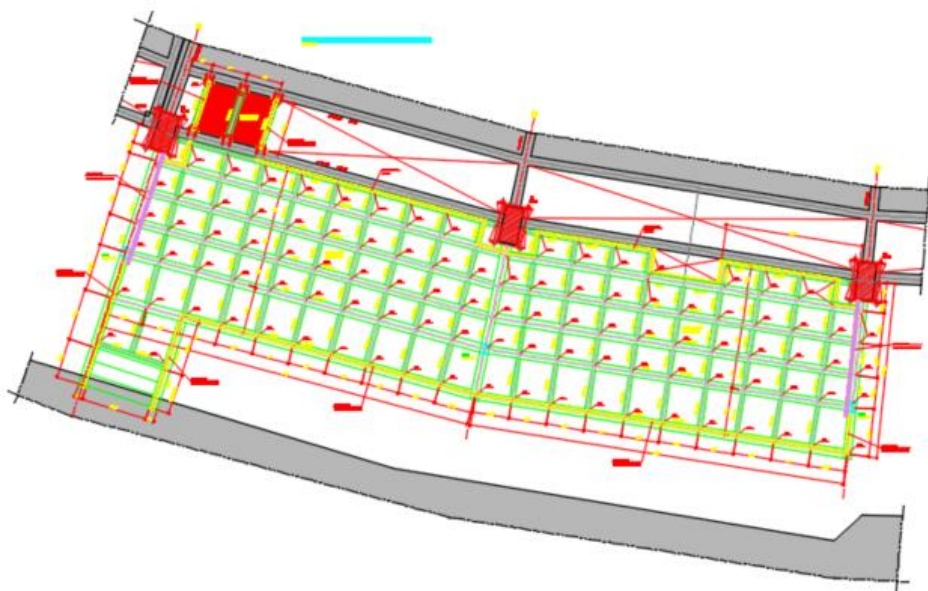


Figura 443 – Projeto do Mezanino que irá receber os Ambient Heater

No segundo semestre de 2022, fizemos a especificação técnica do Ambient Heater de Hélio que irá atender duas valve box do Sirius. Para garantir que o Ambient Heater não afete a qualidade do Hélio recuperado na nossa planta criogênica, foi necessário avaliar o processo de solda do

fornecedor para garantir a ausência de frestas e um melhor acabamento desta, além de excluirmos as aletas internas para evitar pontos de aderência de particulado. Fizemos o processo de concorrência para escolha do fornecedor desse Ambient Heater.

Para garantir a compatibilização dos projetos da Linde, White Martins e MSE, em 2022, o CNPEM criou, e mantém atualizado, um desenho 3D da Planta criogênica. Com este desenho, identificamos interferências e conseguimos definir o melhor posicionamento das utilidades para a Planta Criogênica. Ademais, foi iniciado o detalhamento e posicionamento dos suportes para Planta Criogênica.

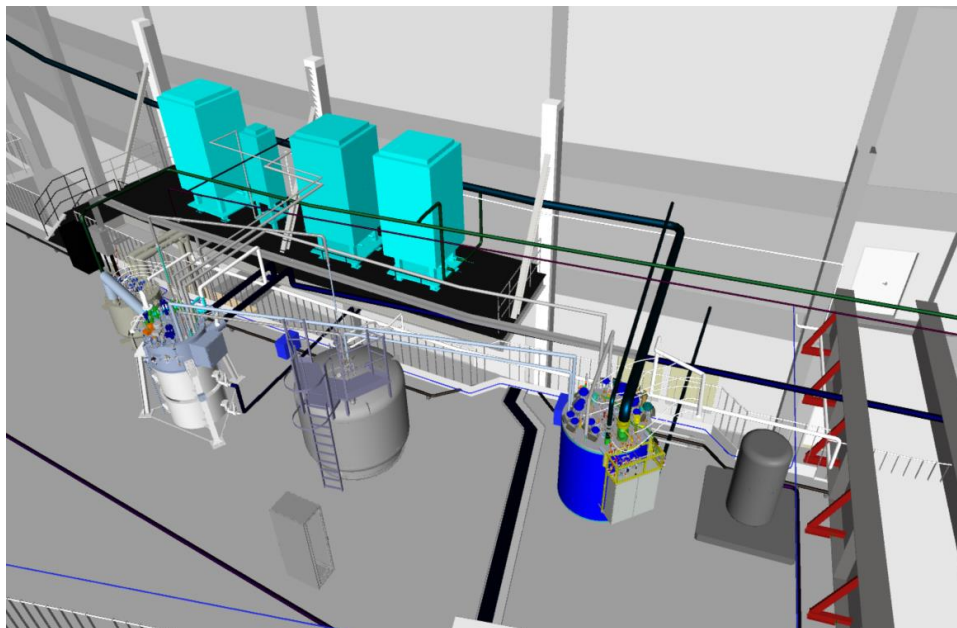


Figura 444 – Desenho 3D da Planta de Liquefação de Hélio localizada no Hall Experimental

Ademais, em 2022, também foram realizadas diversas ações para mitigar os efeitos de vibração da planta criogênica que descrevemos a seguir. Para validar o posicionamento da planta Criogênica em cima da blindagem, foram realizadas várias medidas de vibração simulando o efeito da Cold Box no feixe de elétrons do Sirius. O NSLS II (National Synchrotron Light Source LL) localizado em Brookhaven, em cooperação com o grupo de Criogenia, realizou medidas de vibração na Cold Box da planta criogênica deles por 7 dias.

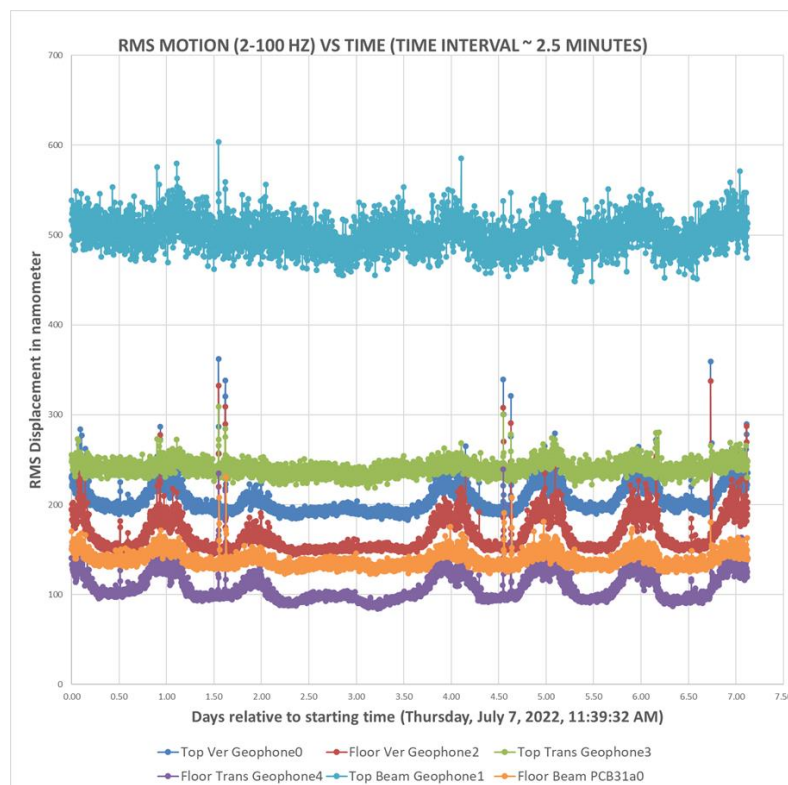


Figura 445 – Medidas de deslocamento realizadas em Brookhaven

Para excitar a blindagem, foram usados dados de pico de vibração obtidas em sensores no topo da Cold Box, usando um *shaker*, para simular os efeitos da Cold Box no feixe de elétrons do Sirius – o *shaker* foi posicionado nas 3 posições para realização dessas medições, conforme Figura 446.



Figura 446 – Shaker modelo APS 420 simulando a vibração da Cold Box

Os efeitos medidos no feixe foram pequenos, no entanto, testes dos impactos de isolamento de vibração estão sendo feitos para avaliar a utilização de uma manta de borracha entre os equipamentos e a laje da blindagem.

Para eliminar o impacto de vibração das bombas de vácuo da Manifold Box e da Cold Box, foram removidas as bombas de vácuo mecânicas da laje da blindagem e atualizado o projeto considerando a alocação dessas bombas na Galeria de Instalações. Além disso, foi fechada, com a Linde, a contratação de um isolador de vibração para bomba de vácuo turbo da Cold Bo, que não pode ser reposicionada. Por fim, no ano de 2022 tivemos a especificação e contratação da análise de elementos finitos para projeto das bases dos compressores e definição de isoladores de vibração.

Distribuição de nitrogênio líquido – Sirius

O sistema de distribuição de Nitrogênio Líquido deverá abastecer 40 linhas de luz e a planta de liquefação de gás hélio no Sirius.

No primeiro semestre de 2022, foi feita uma atualização do “*Conceptual Design Review*” (CDR), no qual a especificação técnica para contratação do Sistema de Distribuição de Nitrogênio do Sirius foi revisada, reduzindo o escopo para as linhas de luz futuras, de modo que estes pontos de abastecimento serão entregues sem atuadores pneumáticos para as válvulas. Também foram eliminadas as medições de temperatura e pressão no sistema em cada picagem para linha de luz, pois esses valores já são medidos nas linhas. E, por último, a instalação dos tanques de abastecimento de Nitrogênio Líquido foi faseada, incluindo nessa contratação apenas as linhas entre o ST1 e o teto da blindagem.

Na atualização da cotação da especificação técnica com os fornecedores foi identificado uma divergência entre o orçamento planejado e o orçamento dos fornecedores, que se encontrava acima do esperado.

Por conta disso, o “*Conceptual Design Review*” (CDR) do Sistema de Distribuição de Nitrogênio Líquido precisou passar por duas revisões, em julho de 2022. Na primeira delas, a carga térmica permitida das linhas isoladas a vácuo de 0,5 W/m para 1W/m foi aumentada e, na segunda revisão, o escopo do sistema de automação foi reduzido (reduziu-se PLCs, alterou-se modelos e passamos de um sistema de controle para um sistema de monitoramento).

Após estas revisões, em agosto de 2022, o processo de cotação foi concluído e dentro da nossa meta orçamentária. Em setembro de 2022, foi enviado para a DEMACO o pedido de compras para fabricação, transporte, instalação e comissionamento do Sistema de Distribuição de Nitrogênio Líquido do Sirius. Neste mesmo mês foi realizada, ainda, a reunião de *kick off* do projeto, que possibilitou que, em outubro de 2022, a DEMACO realizasse o “*on site measurement*”, na qual foram realizadas, pela equipe do fornecedor, medições das instalações do Sirius para dar início aos projetos.

Em paralelo, ainda no escopo deste projeto, foi realizado um estudo de *layout* para linha isolada a vácuo que alimentará as linhas de luz e que será instalada acima da blindagem. Foi feita uma avaliação de risco para quando há abertura do teto da blindagem, de modo que optamos por manter o *layout* acompanhando o guarda-corpo da blindagem para manter essa linha de Nitrogênio Líquido mais protegida.

Foi concluído, ainda, o “*Preliminar design Review*” da linha de abastecimento de Nitrogênio Líquido para a planta criogênica, do separador de fases, linha de abastecimento para linhas de luz e do sistema de monitoramento.

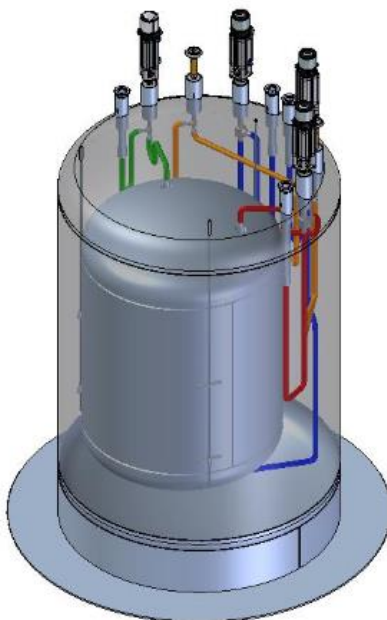


Figura 447 – 3D do Separador de Fases de Nitrogênio

Outro avanço deste projeto neste ano de 2022 é a realização da especificação do tanque de nitrogênio provisório (demanda parcial), dos evaporadores e do fornecimento de nitrogênio líquido. Foi realizada a cotação desta especificação técnica e conseguimos definir um tamanho padrão de tanque e evaporador, de modo que se possibilitou uma melhor mensuração do dimensionamento das bases necessárias para receber essas instalações. Inicialmente, foi considerada uma demanda parcial, sendo suprida por um único tanque e prevemos uma demanda futura sendo suprida por 4 tanques.

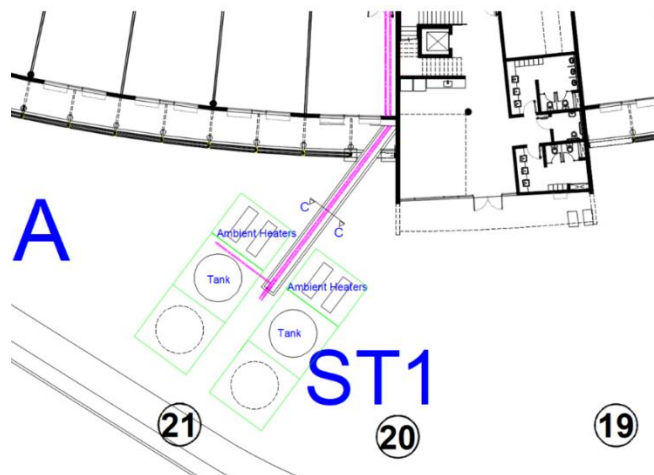


Figura 448 – Implantação das bases dos tanques e canaletas

No que tange às bases dos tanques e evaporadores de nitrogênio, contratamos e realizamos o projeto destas; os projetos das canaletas foram executados internamente com equipe do CNPEM, conforme pode ser observado na Figura 449.

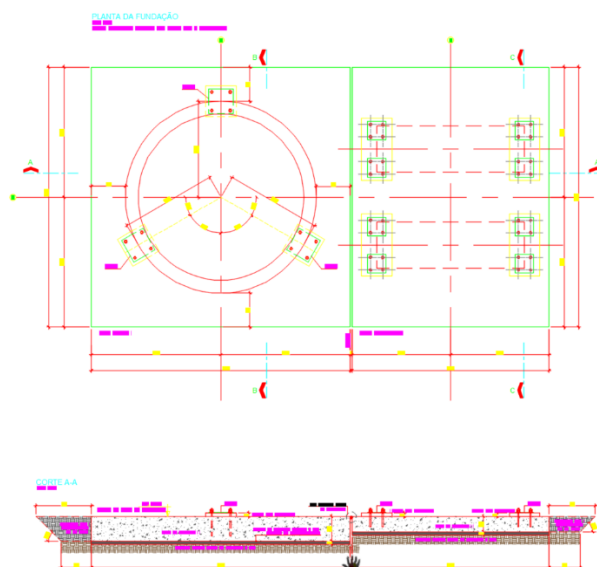


Figura 449 – Projeto das bases dos tanques e evaporadores de Nitrogênio

Por fim, no final de 2022, iniciamos o processo de cotação da execução parcial desse projeto para atendimento da demanda inicial. Está no escopo dessa cotação a execução da canaleta, 1 base de tanque e 1 base de evaporador.

Sistemas de Exaustão Sirius

O Projeto dos Sistemas de Exaustão do Sirius é uma das atividades em que se deve garantir a remoção, diluição e dispersão adequada de gases e aerossóis lançados em cabines, bancadas, capelas e armários de estoque, nos laboratórios de apoio LQU, LCIS e LMF. De modo sucinto, o projeto pode ser dividido da seguinte forma:

- (a) Exaustão para Laboratórios
- (b) Exaustão para Linhas Longas
- (c) Exaustão para Hall Experimental entre os eixos 37 e 10

Os laboratórios do Sirius que demandam exaustão são os seguintes:

- (i) laboratórios localizados nos setores S8 (CARNAÚBA), S9 (CATERETÊ) e S10 (EMA)
- (ii) laboratórios localizados nos setores S11 (MANACÁ), S12 (SABIÁ) E S13 (IPÊ)
- (iii) laboratórios LQ, LCIS e LMF localizados entre os eixos E56 e E1.

Na Figura 450 podemos observar a localização das salas e do projeto em si.

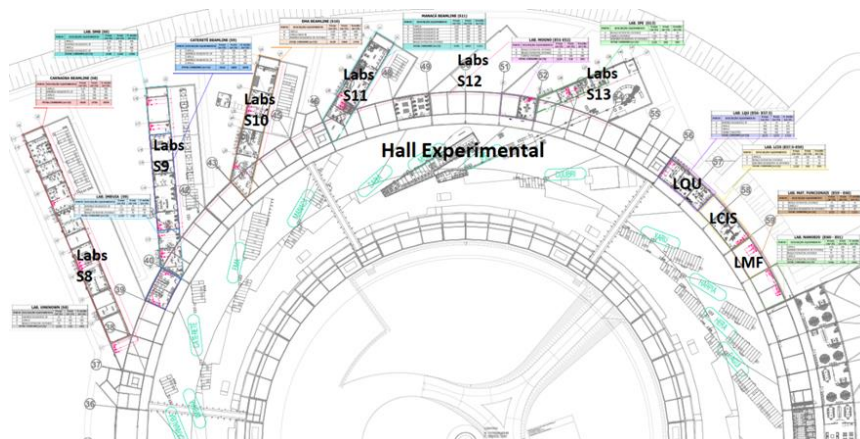


Figura 450 – Localização das Demandas de Exaustão do Sirius

No que diz respeito à exaustão dos laboratórios localizados nos setores S8, S9 e S10 do Sirius, as instalações mecânicas, elétricas e de automação foram concluídas no primeiro semestre de 2022 e foram entregues em junho/julho de 2022 para a Equipe de Segurança e para Divisão de Engenharia de Linhas de Luz. Uma dessas instalações pode ser observada na Figura 451 abaixo.



Figura 451 – Ventilador de Exaustão e chaminé dos Laboratórios do S9

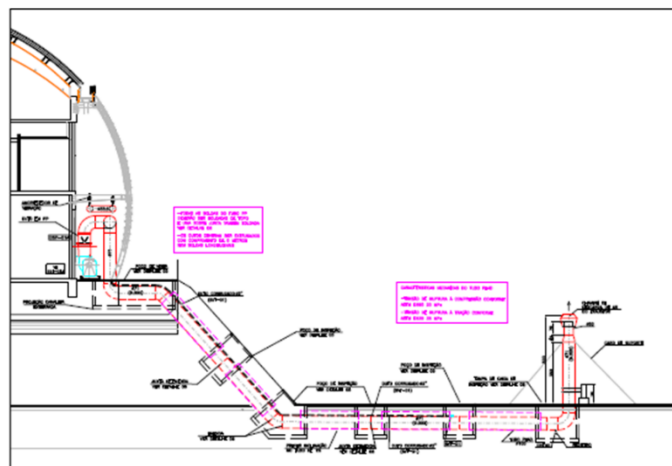


Figura 452 – Instalação externa do Sistema de Exaustão para LQ, LCIS e FMF

Para os laboratórios LQ, LCIS e LMS, localizados entre os eixos 56 e 1 do Sirius, o projeto executivo foi concluído também no primeiro semestre de 2022.

Figura 453 – Planta da Instalação da Sistema de Exaustão para LQU, LCIS e FMF



Foi realizada a cotação da obra, equalização das propostas de execução da exaustão dos Laboratórios LQ, LCIS e LMF e selecionado o fornecedor. Deste modo, o processo foi contratado e encontra-se em fase final de instalação.

Para início dos trabalhos da contratada de execução foi necessário o recebimento das conexões em PP da Hoka, que foram adquiridas pelo CNPEM, e que ocorreu no 2o. semestre de 2022. A partir da chegada da mercadoria, a expectativa de término da execução é janeiro/2023.

Sobre a Exaustão para Hall Experimental entre os eixos 37 e 10, no 2o. semestre foi preparada uma Especificação Técnica para contratação de projeto, que foi enviada para empresas projetistas, tendo sido recebidas 3 propostas. O prazo previsto para a elaboração do projeto de exaustão é de 16 semanas após a efetiva contratação. O processo de contratação está em andamento e deve ser finalizado em janeiro de 2023.

Sistemas de combate a incêndio

Detecção de incêndio linhas de luz

O escopo do projeto é a implantação de sistema de detecção e alarme de incêndio, utilizando sistema de aspiração VESDA-XTRALIS, nas cabanas de 14 linhas de luz do Sirius.

O projeto teve início no segundo semestre de 2022 com a especificação e contratação da empresa AF Engenharia Contra Incêndios LTDA para fornecimento de projeto preliminar, básico e executivo para instalação de sistema de detecção por aspiração, incluindo todas as disciplinas cabíveis e emissão de ART para: projeto executivo de todas as disciplinas, projeto de encaminhamento e infraestrutura elétrica para alimentação dos VESDAS, elaboração de memorial descritivo e planilha orçamentária de implantação, visitas de supervisão durante instalações e recolhimento de ART de projeto.

A etapa de CDR teve como objetivo principal a entrega de um estudo preliminar, contemplando análise da edificação e instalações, estudo de viabilidade e interferências. Para isso, a contratada realizou algumas visitas para consolidar instalação e projetos.

Além da fase de estudo, essa etapa contemplou a fase de anteprojetos. Esses projetos contêm informações iniciais de detalhamento da detecção, o que inclui a quantidade e localização dos pontos de amostragem em cada linha, o encaminhamento dos capilares e a disposição dos equipamentos VESDA no prédio, que podem ser observados nas figuras abaixo.

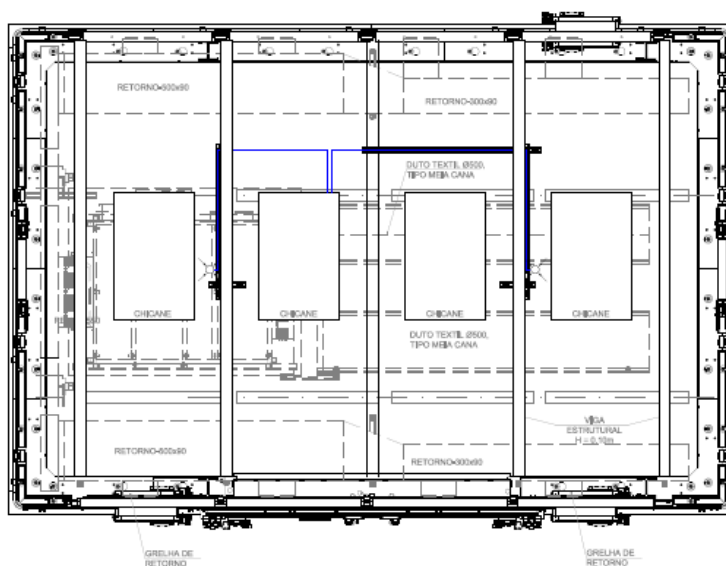


Figura 454 – Planta baixa da Cabana "Secondary Source" da linha de luz Carnaúba

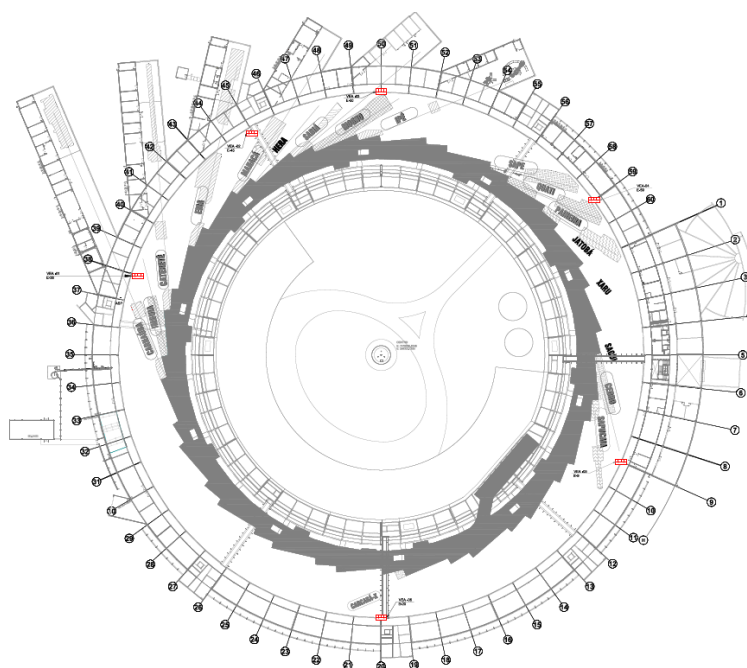


Figura 455 – Localização dos dispositivos VESDA na edificação

Já na etapa seguinte, fase PDR, o objetivo principal era a entrega dos projetos básicos, realizando as alterações solicitadas no anteprojeto de detecção de incêndio, detalhamento das informações técnicas do projeto e de seus componentes, equipamentos e instalações e o desenvolvimento inicial dos projetos complementares de elétrica, além de indicar possibilidades de interferência com a arquitetura atual.

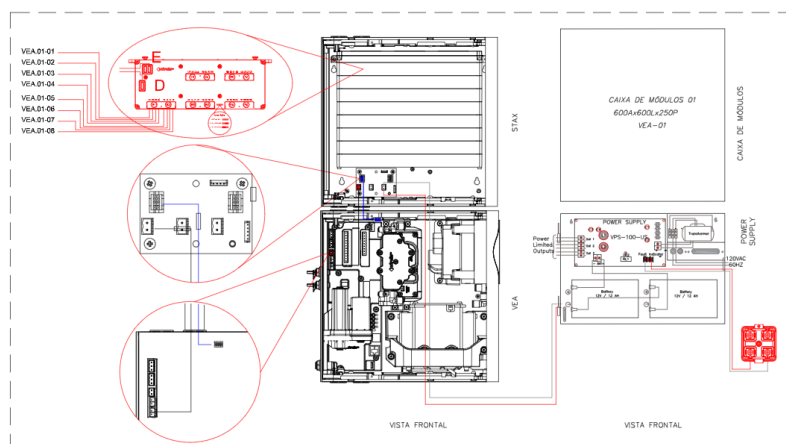


Figura 456 – Esquema de ligação VESDA VEA

A expectativa para janeiro de 2023 é que sejam concluídos os projetos executivos, na fase FDR, assim como a emissão dos demais documentos contratados. Esse conjunto de projetos será base para o processo de contratação de serviço de instalação e para a aquisição de materiais, itens a serem desenvolvidos ao longo do próximo ano.

Combate a incêndio CPD e Carnaúba

O escopo do projeto é a instalação de sistema de combate a gás e a interligação ao sistema de detecção e alarme de incêndio, incluindo elaboração de projeto executivo dos sistemas, atualização de supervisório de incêndio e fornecimento de materiais.

O sistema de combate por gás inerte é utilizado tipicamente em ambientes com equipamentos críticos, de alto valor agregado, sensíveis à água, caso dos ambientes em questão, sendo uma alternativa ao sistema convencional de combate por sprinkler. A extinção do fogo ocorre pela absorção do calor, interrompendo o processo de combustão, sem a utilização de água e sem deixar resíduos no ambiente.

O fluido determinado para o projeto, 3M™ Novec™ 1230, possui diversas vantagens frente aos fluídos comumente utilizados para esse tipo de sistema, tais como um baixo risco à saúde humana, um menor impacto ambiental e menor espaço de armazenagem.

O projeto teve início no segundo semestre de 2022 com a especificação e contratação da empresa Sofister Soluções de Tecnologia Eletrônica LTDA (nome fantasia Engprotection) para fornecimento de projetos, fornecimento de materiais nacionais, instalação de sistema de supressão de incêndio por gás, interligação do sistema de combate ao sistema de detecção e alarme, atualização de telas gráficas do supervisório e emissão de ART junto ao CREA.

No período foram definidos os projetos de encaminhamento da tubulação do agente nos ambientes, com o cálculo hidráulico do sistema em software homologado do fabricante do agente limpo Novec™ 3M. Foram determinadas a localização dos detectores multicritério, disposição dos cilindros, localização das fontes de alimentação IDNAC, disposição dos quadros de módulos, levantamento de intervenções na arquitetura e localização dos equipamentos de emergência.

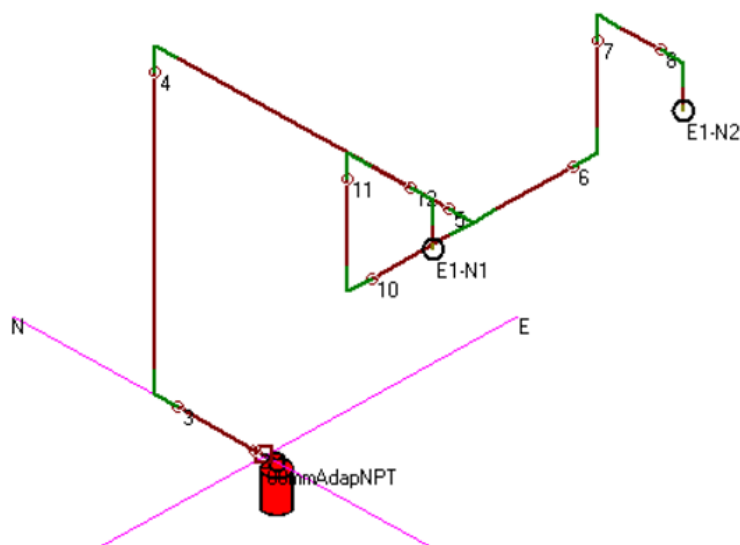


Figura 457 – Isométrico gerado no software de cálculo hidráulico Sapphire™ para sala do CPD

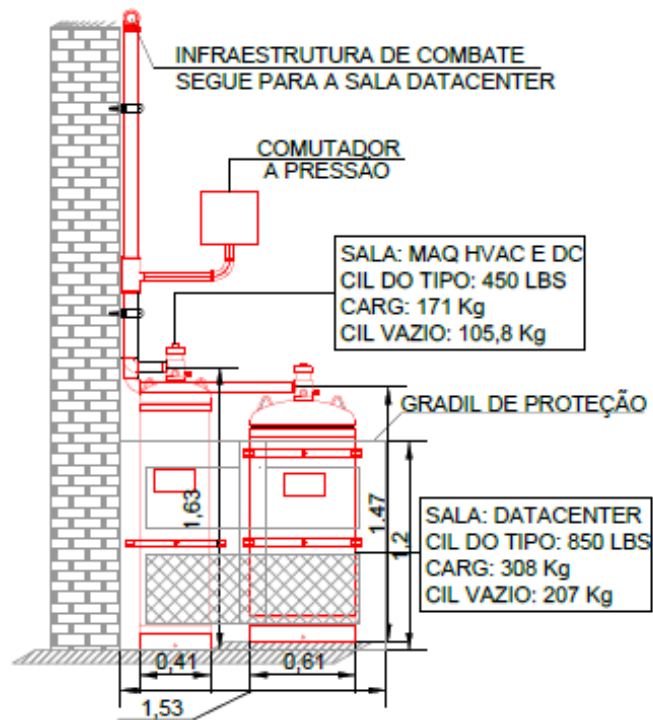


Figura 458 – Detalhe da instalação dos cilindros de gás que atenderão a sala de CPD e HVAC



Figura 459 – Planta baixa do sistema de detecção do ambiente do CPD e sala de HVAC

O processo de aquisição de materiais e componentes também foi efetivado no período, de forma a propiciar o recebimento dos itens importados no primeiro trimestre de 2023. A instalação, comissionamento e entrega do projeto é prevista para o primeiro semestre de 2023.

Supervisório para incêndio

O escopo do projeto é a instalação de sistema supervisório nas centrais de alarme de incêndio do Sirius, a integração com o sistema existente no CNPEM e garantir que o sistema possa ser operado e visualizado, simultaneamente, em dois locais distintos.

O supervisório do sistema de detecção e alarme de incêndio permite que a visualização, identificação, notificação e tomada de decisão de uma ocorrência seja realizada de forma muito mais rápida se comparada com a visualização apenas nas centrais de alarme.

A interface gráfica garante que o operador identifique de forma mais ágil o local do evento, pois permite visualização do mapa dos prédios e não apenas da nomenclatura do local, diminuindo o tempo de reação à ocorrência.

A integração do supervisório já existente no campus com o Sirius permite que o monitoramento do sistema seja otimizado, já que é possível visualizar eventos de quaisquer prédios do campus em um único local.

O projeto teve início no segundo semestre de 2022 com a especificação e contratação da empresa W2L (nome fantasia Ground Security), na modalidade *turn-key*, para implantação de sistema supervisório no Sirius com fornecimento de materiais, projeto, instalação, programação, interligação ao sistema do CNPEM, comissionamento e emissão de ART.

Para a interligação entre os sistemas, foi utilizado cabeamento ótico em infraestrutura enterrada existente, formando uma rede classe A do sistema de incêndio. Também foi necessário adequação na *hardware*, substituindo e adicionando placas de mídia nas centrais.

Para a sala de monitoramento do Sirius, foi adicionado uma licença do tipo *client* do supervisório de incêndio da Simplex, o TSW (TrueSite Workstation).

A escolha por esse tipo de licença teve como principais fatores menor custo para aquisição, dispensa integração ótica do computador que armazena o *client* com as centrais de incêndio, uso de computador de mercado (sem necessidade das placas do TSW embutidas) e permite os mesmos níveis de visualização e ação do servidor.

O *layout* das telas iniciais foi atualizado, a fim de manter melhor harmonia na disposição dos prédios do Campus.

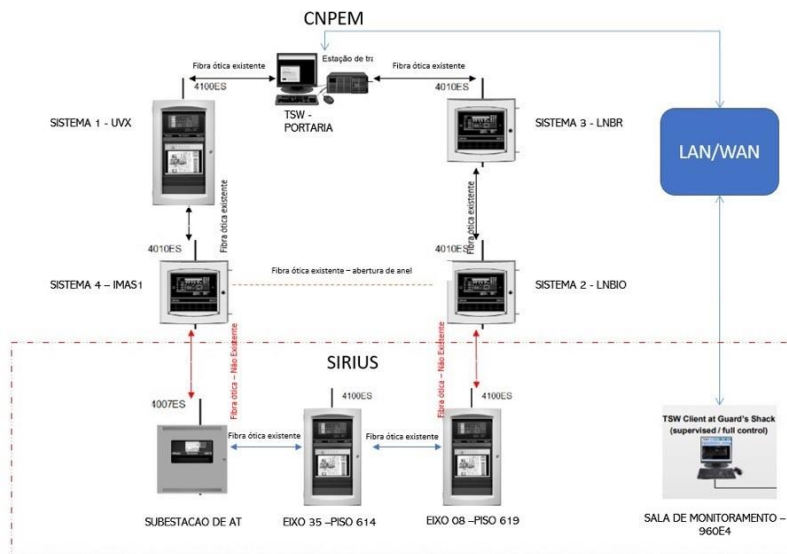


Figura 460 – Arquitetura da rede após integração do sistema supervisor do Sirius



Figura 461 – Novo layout da tela principal do supervisor de incêndio do CNPEM



Figura 462 – Tela inicial do prédio Sirius

Após a integração do sistema e programação das telas gráficas, foi realizado o comissionamento do sistema com a atuação de dispositivos e confirmação da indicação pelo sistema supervisor. Validado o correto funcionamento do sistema, as equipes responsáveis pela sua utilização receberam o treinamento de operação.

O projeto foi concluído com êxito atendendo as premissas do projeto, cumprindo o orçamento estipulado e garantindo a operação e performance desejadas para o sistema.

Front-end máquina para linhas de luz de dipolo

No ano de 2022, foram usinados, medidos e caracterizados do ponto de vista de acionamento os 8 conjuntos de *photon shutters* para linhas de ondulator e um conjunto para linha de dipolo central de 3.2 Tesla.

Foram instalados e estão em operação no Sirius 5 conjuntos de *photon shutter* de ondulator. Estes *shutters* estão sendo utilizados como uma proteção adicional ao acelerador principal de elétrons, caso ocorra a necessidade de bloquear o feixe de luz Síncrotron devido a alguma manutenção ou problema na linha de luz.

A Figura 463 ilustra um conjunto de *photon shutter* para linha de ondulator sendo caracterizado na máquina tridimensional do CNPEM. O processo de caracterização foi desenvolvido visando garantir tolerâncias e ajustes de posicionamento, validação da movimentação de abertura e fechamento, e posicionamento dos sensores de fim de curso que identificam a posição do *shutter* durante a operação no Sirius

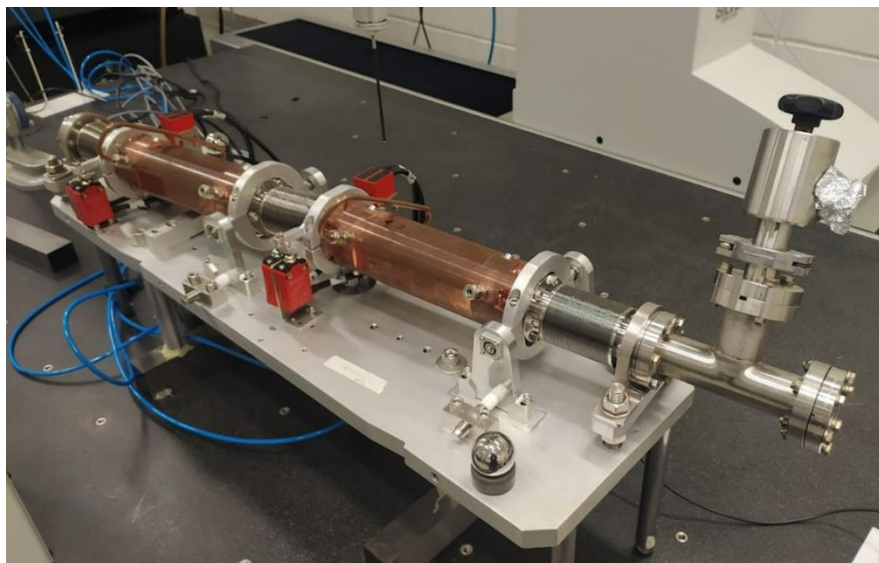


Figura 463 – Conjunto de *photon shutters* montados na máquina tridimensional do CNPEM.

Do ponto de vista de vácuo, os *shutters* instalados apresentaram pressão final *pós-baking* da ordem de 5.10^{-10} mbar, o que atende aos requisitos definidos em projeto. Após a intervenção, é realizado o comissionamento dos *shutters* nos quais feixe de luz incide em superfícies internas das peças de cobre, proporcionando um efeito adicional de limpeza para ultra alto vácuo, denominado de fotodessorção. A Tabela 16 mostra os valores de pressão medidos quando a corrente armazenada no Sirius é de 100 mA. Os valores de pressão estão em conformidade com os requisitos de projeto para a operação do Sirius.

Tabela 16 – Pressão de vácuo dos *Front Ends* instalados no Sirius no ano de 2022.

Linha de Luz	Setor do Sirius	Data de Instalação	Pressão em dezembro 2022 (mbar)
Paineira	14	mai/22	6,00E-10
Sabiá	10	jul/22	8,00E-10
Carnaúba	6	jul/22	4,50E-10
Caterete	7	set/22	1,00E-09
Ema	8	nov/22	2,30E-09

A Figura 464 ilustra um trecho de pré-front-end com os *photon shutters* montados. Todos os pré-front-ends de linha de ondulator possuem este mesmo lay-out. Câmaras de aço inoxidável tubulares conectam os *photon shutters* ao sistema de vácuo do acelerador principal do Sirius e à Linha de Luz.

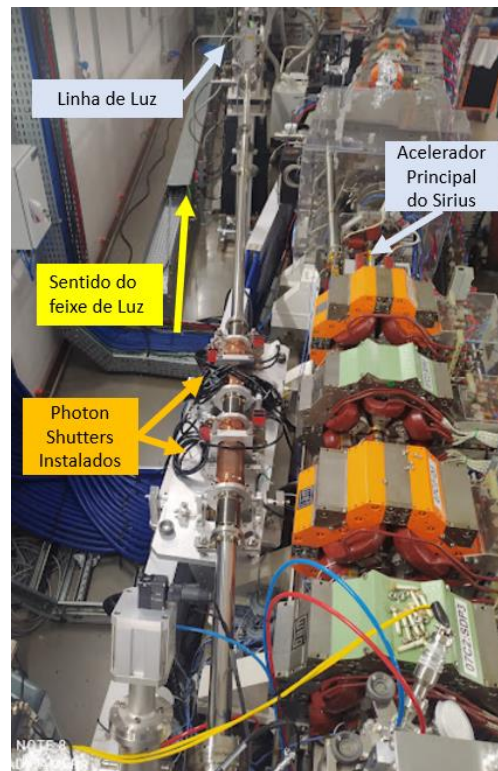


Figura 464 – Trecho de pré-front-end de linha de luz de ondulator

A Figura 465 ilustra o *photon shutter* desenvolvido para a linha de luz de dipolo central. Como a intensidade do feixe de luz é inferior a linha de *photon shutter* de ondulator, apenas uma peça de cobre é suficiente para absorver a carga térmica. A previsão é de que este *shutter* seja instalado na parada de janeiro de 2023.

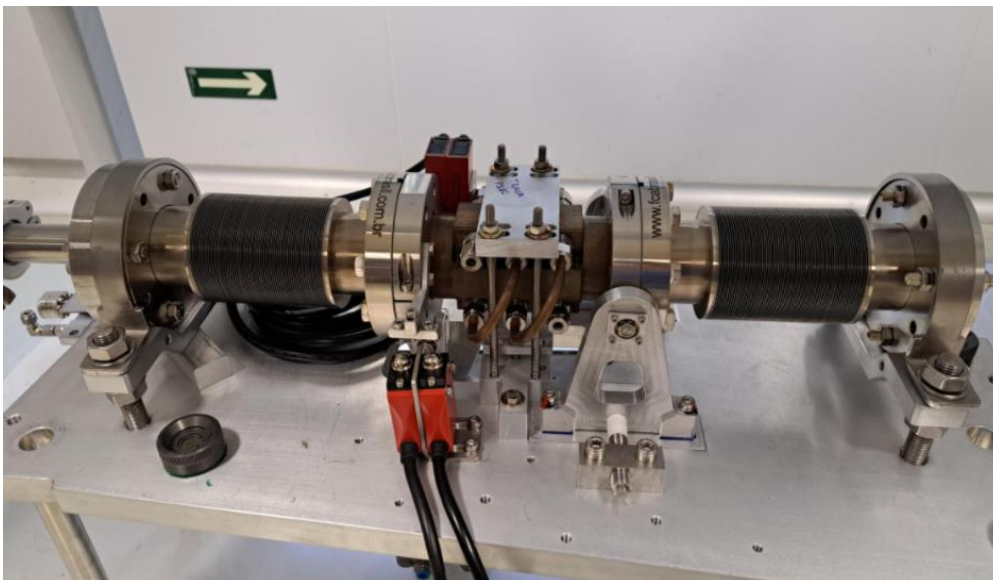


Figura 465 – Photon shutter para linha de dipolo central de 3,2 Tesla. O sistema está caracterizado e pronto para instalação no Sirius.

Além disso, no primeiro bimestre de 2023, serão entregues pelo fornecedor mais 2 peças de cobre referentes ao *photon shutter* de linha de dipolo central e 2 peças referentes aos *photon shutters* da linha de luz proveniente de dipolo de baixo campo.

Ambiente para Cryoloading – Sirius

O ambiente para Cryoloading constituirá o Laboratório de Carregamento Criogênico, parte do Laboratório de Condições Termodinâmicas Extremas (LCTE) da Linha EMA do Sirius. O laboratório será composto de diversos equipamentos que trabalham em condições extremas sendo, por segurança, localizado externo ao Sirius. O projeto do laboratório está sendo desenvolvido com o objetivo de integrar a edificação do laboratório a estética do entorno do Sirius.

O Laboratório de Condições Termodinâmicas Extremas (LCTE) é dedicado ao desenvolvimento de instrumentação científica e de suporte a experimentos nas linhas de luz do Sirius em que o ambiente de amostra envolva, principalmente, alta pressão, campo magnético e variação de temperatura. A infraestrutura do LCTE está dividida em cinco setores, onde cada laboratório é dedicado a uma condição de amostra diferente. Este conjunto de laboratórios está situado no eixo 44, ao longo da linha de luz EMA.

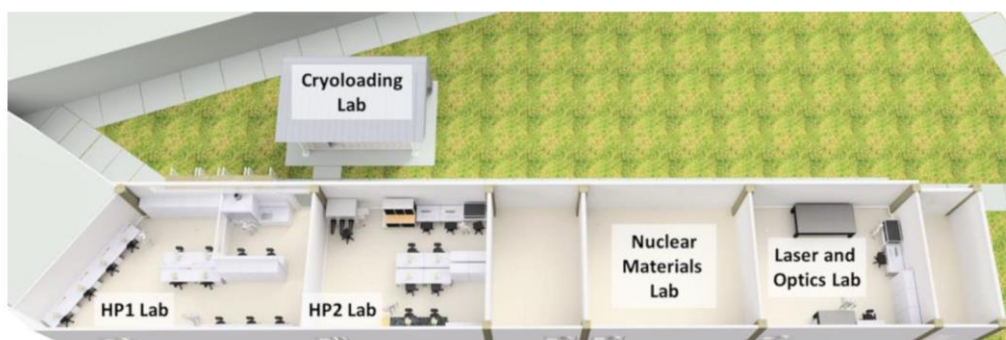


Figura 466 – Layout Conceitual (Laboratório de Carregamento Criogênico)

O Laboratório de Carregamento Criogênico tem como objetivo proporcionar um ambiente para o desenvolvimento de pesquisas que relacionam o hidrogênio a elementos metálicos mediada por pressão, alvo de grande interesse da comunidade científica atual. A compressão e a síntese desses hidretos metálicos são feitas usando células de bigorna de diamante. Para emitir os estudos de hidretos metálicos superdensos no Sirius, está em desenvolvimento um sistema de carregamento criogênico de hidrogênio (H_2) em células de pressão.

Entre os dias 16 e 27 de abril de 2021 foram emitidas pela empresa contratada ENGETI, as versões revisadas dos projetos estruturais referentes ao Cryoloading. Porém, após uma análise do orçamento, verificou-se a necessidade de se reavaliar o projeto para reduzir os custos da construção. Dessa forma, a composição da edificação foi alterada de uma base de radier reforçada para suportar uma estrutura metálica de grande porte para uma base de radier com uma edificação de *steel frame*, de acordo com as demandas do grupo de pesquisa da Linha de Luz Ema.

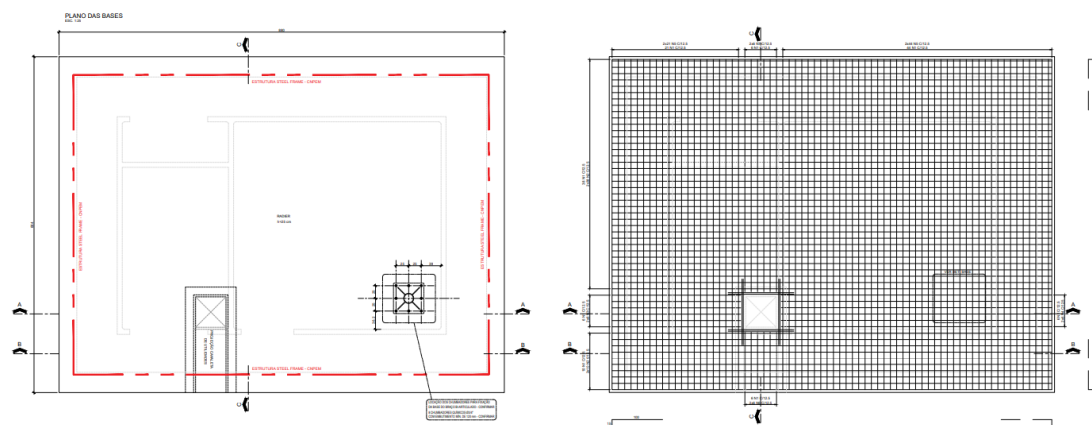


Figura 467 – Projeto estrutural da base de fundação do laboratório Cryoloading.

Por motivos de segurança, o sistema de carregamento criogênico será alocado em um laboratório externo ao prédio do Sirius. No quarto trimestre de 2022, o grupo de Engenharia Civil e Arquitetura (ECA) iniciou o projeto básico (PDR) de arquitetura do laboratório. Junto aos responsáveis pelas instalações da linha de luz Ema, foram apresentadas diversas propostas de *layout* sendo uma delas a escolhida para o desenvolvimento do projeto. O conceito foi escolhido tendo em foco a conexão da edificação com a estética do prédio do Sirius e a possibilidade de replicar a mesma arquitetura para futuras edificações externas, caso necessário.

Para o desenvolvimento do projeto, o escritório de arquitetura, responsável pelos desenvolvimentos dos projetos arquitetônicos e complementares, realizou uma visita ao campus do CNPEM para entender melhor a interação do laboratório com o Sirius. Além disso, a visita foi antecedida por uma reunião com representantes de todas as especialidades do grupo AIM (Área Infraestrutura e Manutenção) junto a um representante do grupo de projetos das linhas deluz (ILL) e a coordenadora do LCTE.

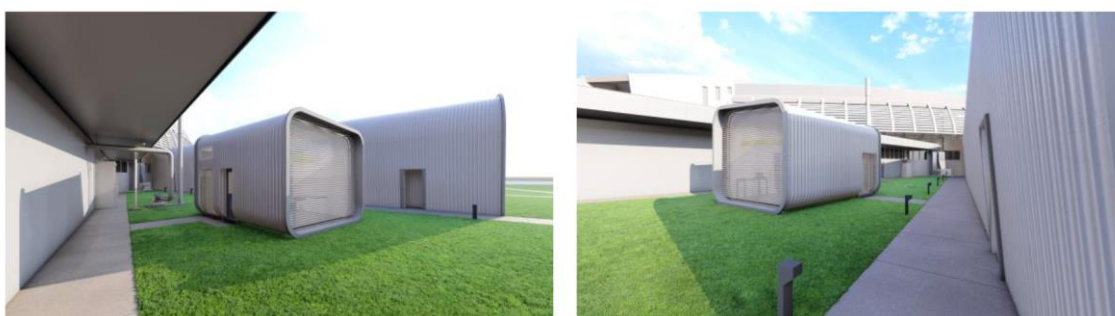


Figura 468 – Conceito escolhido pelo CNPEM para o desenvolvimento do projeto executivo do laboratório.

Após a escolha do conceito, o escritório de arquitetura responsável pelo projeto conceitual elaborou uma prancha com elevações e cortes do projeto.

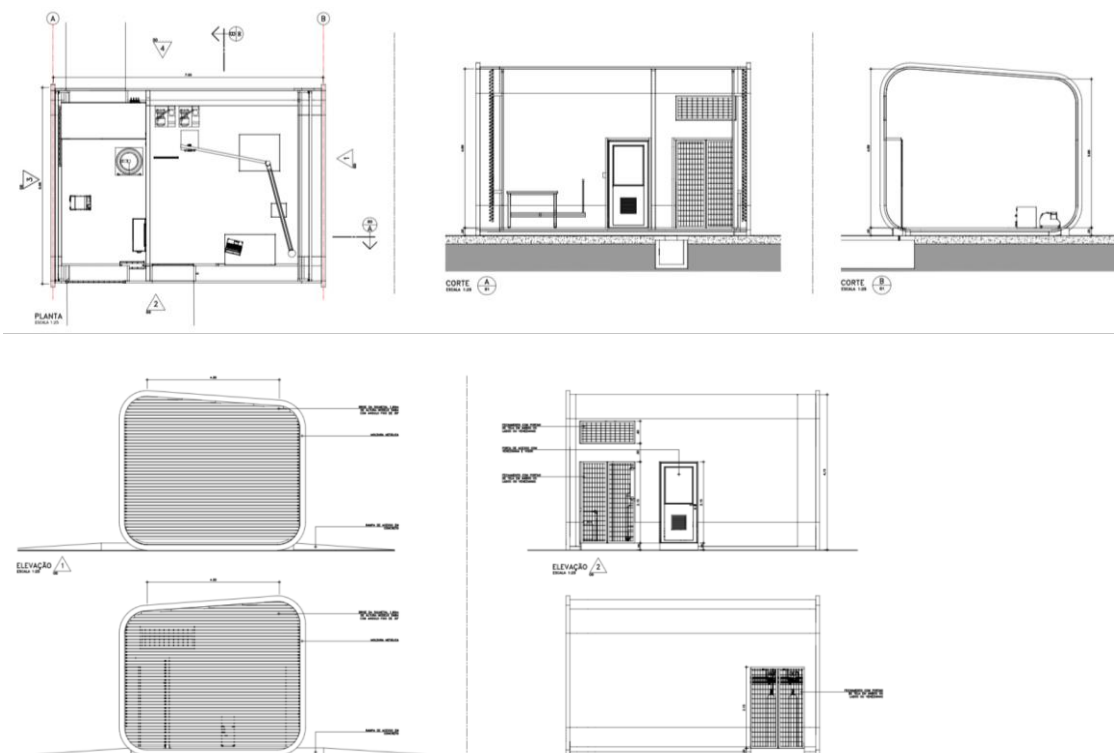


Figura 469 – Projeto conceitual do Laboratório de Cryoloading

Seguem em desenvolvimento os projetos executivos, tanto complementares quanto os de arquitetura.

Portaria CNPEM/Sirius (Centro de Acolhimento)

O projeto existente foi emitido em fevereiro de 2015 e deverá ser atualizado frente às novas perspectivas de crescimento e expansão do campus, tendo como base as diretrizes consolidadas pela elaboração do Plano Diretor. Dessa maneira, será desenvolvido um novo projeto para a Portaria do Sirius, além de um projeto de adequação da atual Portaria do CNPEM.

Assim, em novembro de 2022, foi elaborada uma Especificação Técnica para solicitação de uma Proposta Técnica e Comercial por parte de escritórios de arquitetura, a fim de realizar a contratação dos projetos. Em seguida, com o recebimento das propostas, foi dado andamento ao processo de contratação que, no momento desse relatório, se encontra em fase de emissão de pedido de compra e elaboração de contrato.

Em relação a Portaria do Sirius, o escopo da contratação abrange as etapas de levantamento de dados, estudo preliminar, anteprojeto, projeto básico, projeto executivo, detalhamento, coordenação e compatibilização, enquanto para a reforma e adequação da Portaria do CNPEM existente estão contempladas apenas a elaboração dos projetos até o nível de Estudo Preliminar. Além disso, também é previsto no escopo os projetos viários do entorno das duas portarias, que podem ser observados nas figuras abaixo.

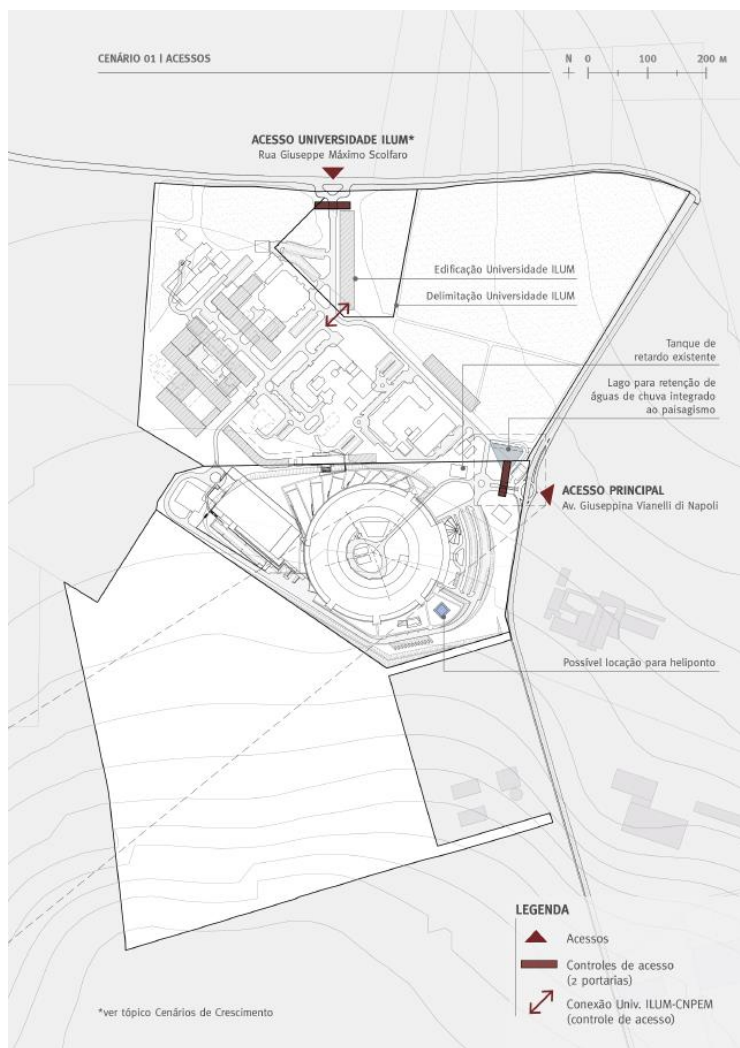


Figura 470 – Implantação das Portaria Sirius – retirada do Plano Diretor

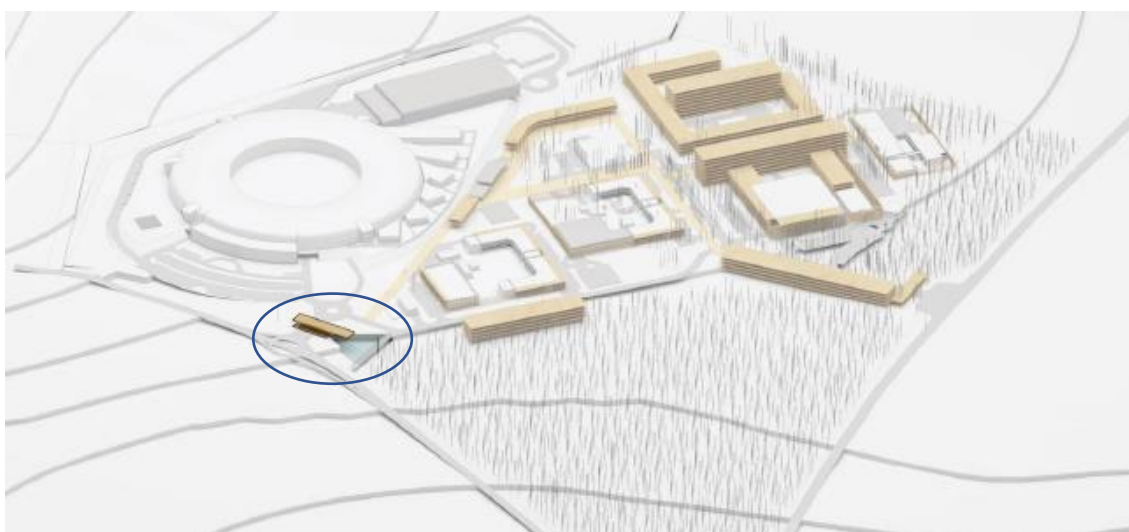


Figura 471 – Portaria Sirius - Proposta no Plano Diretor

Projeto da Cavidade Harmônica do Sirius

Foram analisadas as possíveis alternativas para a aquisição de uma cavidade harmônica que atenda às necessidades do anel de armazenamento do Sirius. No ano anterior foram levantadas as principais características de uma cavidade harmônica que fosse otimizada para as necessidades do Sirius, quais sejam, alongar o comprimento dos pacotes de elétrons do anel propiciando um aumento no tempo de vida do feixe e reduzindo os efeitos da interação do feixe de elétrons com os componentes da câmara de vácuo do anel. Alongando o comprimento dos pacotes de elétrons, a cavidade possibilita a redução da densidade de carga por pacote, e consequentemente da corrente de pico, reduzindo os efeitos negativos da interação feixe – câmara de vácuo, sem afetar o brilho da luz produzida pela fonte.

Estudos mostram que uma cavidade operando em 1,5 GHz, a frequência do terceiro harmônico da RF, é a que será mais efetiva para o Sirius. A opção considerada é pela utilização de uma cavidade passiva, em que a excitação do modo ressonante da cavidade é feita pelo próprio feixe de elétrons. Para a tensão de aceleração nominal do sistema de RF, 3 MV produzidos pelas duas cavidades principais, a cavidade harmônica deve ser capaz de produzir uma tensão da ordem de 1 MV. A operação no modo passivo e a alta tensão de aceleração faz com que a solução mais adequada seja a utilização de uma cavidade harmônica supercondutora. Com base nos projetos existentes é possível atingir a tensão necessária utilizando uma cavidade supercondutora com duas células. Tipicamente uma cavidade com uma única célula operando em 4,2 K opera sem problemas com uma tensão de 500 kV. Com relação às dimensões do dispositivo, a cavidade, com o seu criostato e as transições para as dimensões das câmaras de vácuo adjacentes, deve ser instalada em um espaço de 2,4 m do trecho reto 02 do anel.

Existem 3 projetos de cavidades harmônicas supercondutoras operando em 1,5 GHz que poderiam atender às necessidades do Sirius. Os projetos foram analisados e os possíveis fornecedores foram contactados. Apenas um dos projetos pode ser produzido dentro de um prazo de 2 anos. Um dos projetos, desenvolvido no NSLS-2, não está concluído e não possui um fornecedor. O projeto da cavidade desenvolvida no início dos anos 2000 para o SLS e para o ELETTRA, e que vem operando com sucesso nessas fontes, está em processo de transferência de tecnologia pelo desenvolvedor (CEA, França), mas tem previsão de entrega longa e custos muitos elevados. O projeto desenvolvido pelo SSRF e que está em operação na sua fonte de luz é o mais acessível, tanto em prazo quanto em custos. Assim como o projeto do NSLS-2, é um projeto derivado do desenho das cavidades CESR que serão utilizadas no Sirius. A Figura 472 mostra a cavidade do SSRF instalada na fonte de luz e o detalhe da estrutura com duas células.

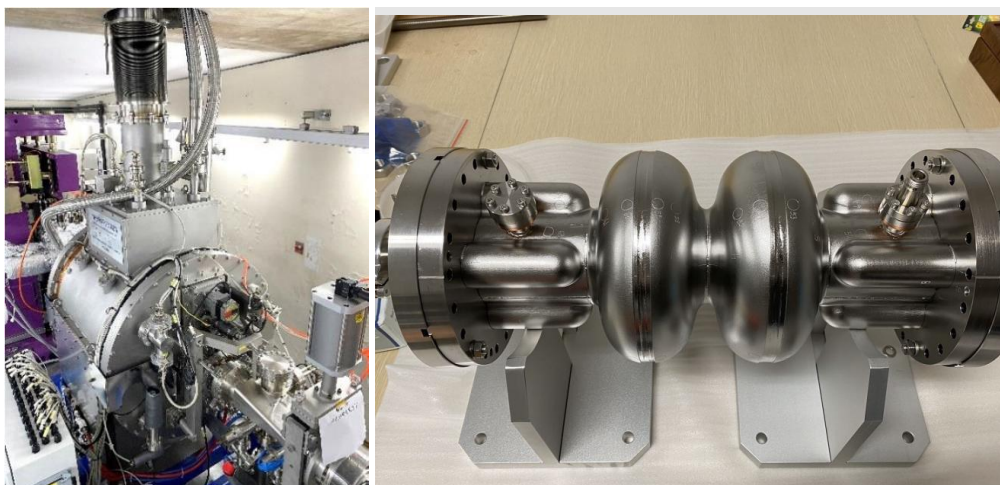


Figura 472 – Cavity harmônica do SSRF instalada na fonte de luz; (dir) detalhe da cavity: acoplados às duas células estão os guias canelados que levam os HOM até os absorvedores de RF (SiC)

A cavity opera em 4,2 K, sendo compatível com a planta criogênica do Sirius. Como possui duas células acopladas, o seu modo fundamental é degenerado. O modo de interesse é o modo- π , que tem o campo elétrico nas duas células defasados de 180° , e deve ser sintonizado no terceiro harmônico da RF principal. O outro modo, o modo-0, tem o campo elétrico em fase nas duas células e não deve ser excitado. A Tabela 17 mostra a frequência desses modos, que têm frequências bem distintas. Exceto pelo modo-0 todos os demais modos de ordem superior (HOM) da cavity são amortecidos. O mecanismo de amortecimento é similar ao das cavidades principais. Acoplados às duas células estão os tubos canelados que estendem os campos dos HOM até absorvedores de carbeto de silício (SiC).

Tabela 17 – Alguns parâmetros da cavity harmônica do SSRF

Parâmetro	
Número de células	2
Material	Nb (RRR>300)
f_π (MHz)	1498,98
$(R/Q)_\pi$ (Ω)	84,5
Q_0 (@10MV/m, 4,2K)	$3,8e10$
Sintonizador (kHz)	± 500
f_0 (MHz)	1464,48
$(R/Q)_0$ (Ω)	0,12

Estudos realizados mostram que a cavidade produzida pelo SSRF atende plenamente as necessidades do Sirius. Além disso o SSRF oferece uma solução *turn-key* que envolve não apenas o criomódulo com a cavidade, mas também a *valve-box*, a linha de transferência multicanal (MCTL) e os sistemas de controle e de LLRF. A *valve-box* é o dispositivo que controla a pressão e o fluxo de hélio líquido (LHe) no criostato da cavidade; a MCTL é a linha de alta isolamento térmica que leva LHe e LN2 para o criomódulo e recupera o He frio para a planta criogênica; o sistema de controle compreende os mecanismos de proteção e de sintonização da cavidade.

Uma colaboração está sendo estabelecida entre o LNLS e o Shanghai Synchrotron Radiation Facility (SSRF) para o fornecimento da cavidade harmônica e seus acessórios, sendo o prazo de confecção e entrega estimado em 20 meses.

Sistema de abastecimento AAB e AD – C6

No primeiro semestre de 2022 houve uma evolução no conceito para o Sistema de abastecimento de Água Desmineralizada do Sirius.

Buscou-se informações sobre a qualidade da água desmineralizada em diversos aceleradores, como, Diamond Light Source, Advance Photon Source, Thomas Jefferson National Facility, Swiss Light Source, Taiwan Photon Source, SOLARIS, Taiwan Light Source, ALBA Synchrotron Light Source. Teve-se a percepção de que os índices de corrosão da água desmineralizada podem ser reduzidos quando há controle do pH da água e níveis de oxigênio, além da condutividade (Figura 473).

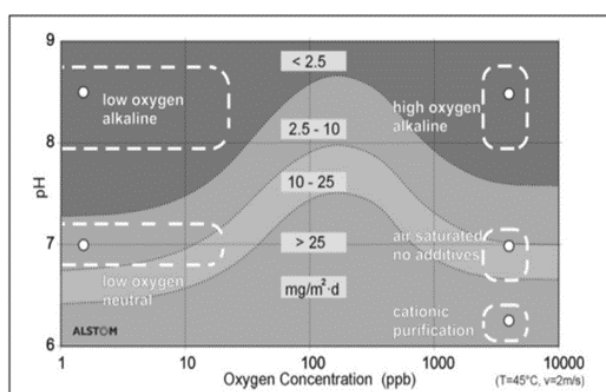


Figura 473 – índice de corrosão de Cobre versus O₂ dissolvido e PH da água

A água desmineralizada em aceleradores é usada para resfriamento de componentes, de modo que, se a qualidade dessa água não for garantida, teremos alto índice de corrosão, principalmente nas bobinas de cobre dos ímãs, gerando óxido de cobre, que se deposita e ocasiona em entupimento das bobinas dos eletroímãs.

Baseado no estudo de sistemas de resfriamentos de outros laboratórios, a equipe da Engenharia e Tecnologia chegou à seguinte especificação inicial da água desmineralizada que irá abastecer os sistemas de resfriamento do Sirius:

- PH = 7,5
- Condutividade $\leq 0,2 \mu\text{S}/\text{cm}$
- Nível de O₂ $\leq 10 \text{ ppb}$

Após a definição da especificação da água desmineralizada para os circuitos de resfriamento do Sirius, entramos em contato com o Diamond Light Source para levantar o processo de fabricação e controle da água desmineralizada utilizado por esta instituição, que foi estudado internamente. A partir daí, fornecedores nacionais foram contatados para entendimento da viabilidade de aplicarmos um sistema de eletrodeionização para garantir as novas tolerâncias de condutividade.

Encontra-se em elaboração a especificação técnica para contratação de uma consultoria específica e elaboração de um projeto executivo do sistema de abastecimento de água desmineralizada para os circuitos de resfriamento do Sirius e de um projeto executivo para o sistema de fabricação e abastecimento de água abrandada para o Sirius.

Este sistema de abastecimento de água abrandada do Sirius já tem um conceito avançado da parte hidráulica, com o encaminhamento das tubulações e posicionamento dos equipamentos. Parte dos componentes e equipamentos críticos para a fabricação de água abrandada já foram especificados.

A contratação da consultoria para execução dos projetos executivos para água desmineralizada e abrandada está prevista para janeiro/2023 com previsão de entrega de 20 semanas a partir da contratação.

Centro de Tecnologias para Saúde

Com uma população crescente e um sistema de saúde universal, o SUS, o Brasil tem grande demanda por tecnologias nos serviços de saúde, sejam elas consolidadas ou inovadoras. Apesar de ser detentor de base científica proficientes em diversas áreas, o Brasil ainda não dispõe de uma base robusta de desenvolvimento tecnológico. Dessa maneira, o projeto para o Centro de Tecnologia para Saúde representa uma infraestrutura para Pesquisa e Desenvolvimento que atuará como um importante meio para a execução de tarefas altamente complexas necessárias para a validação e transformação do conhecimento científico fundamental, promovendo tecnologias e soluções de problemas e desafios do sistema de saúde brasileiro e que servirá de interface entre os avanços científicos e o amadurecimento de tecnologias que atendam demandas do sistema de saúde. Destaca-se como objetivos finalísticos da ação estabelecer novas competências aplicadas à biomanufatura de vacinas dedicadas para produção de insumos farmacêuticos ativos (IFAs) em escala piloto, linhagens celulares produtoras de anticorpos monoclonais e insumos para terapia baseada em edição gênica, três das demandas mais urgentes do sistema de saúde do Brasil.



Figura 474 – Volumetria do Centro de Saúde – Estudo Preliminar

A unidade será implantada anexa ao Laboratório de Biotecnologia (LNBio) e provida de instalações laboratoriais no estado da arte para executar pesquisa e desenvolvimento em boas práticas de fabricação, atendendo aos mais exigentes requisitos de órgãos regulatórios nacionais e internacionais. Além da infraestrutura destinada aos Programas Científicos, a unidade também abrigará a expansão da Plataforma de Desenvolvimento Pré-clínico, necessária para compor o conjunto de tarefas de validação de IFAs, novos fármacos e tecnologias de edição gênica.

O Centro de Tecnologias para Saúde contará com as competências complementares do CNPEM, o que deverá maximizar as chances de sucesso na entrega de soluções para o sistema de saúde. Portanto, o projeto busca atender as condições mínimas de experimentação exigidas para cada tipo de pesquisa. Entre eles, a construção de laboratórios NB2, salas limpas, salas escuras e prova de som, salas sem vibrações para atender equipamentos ópticos/microscopia, entre outros.



Figura 475 – Implantação do Centro de Saúde

No primeiro semestre de 2022, a Engenharia e Tecnologia do CNPEM desenvolveu a especificação técnica para a contratação da gerenciadora do projeto, responsável pela contratação da equipe de arquitetura para elaboração dos Estudos Preliminares, Projeto Básico e Executivo. A partir disso, foram solicitadas propostas e realizadas duas rodadas de cotação com as proponentes, que foram compatibilizadas para escolha da fornecedora. A contratação da gerenciadora e a reunião de *kickoff* com a empresa projetista ocorreram em maio de 2022.

Após a reunião, a gerenciadora desenvolveu o processo de contratação da equipe de arquitetura responsável pela elaboração dos projetos, que foi efetivada em maio de 2022, quando também foi feita a contratação da equipe de projetos complementares. Entre os meses de junho e julho de 2022, seguindo a demanda da gerenciadora, o grupo do Engenharia Civil e Arquitetura realizou a contratação do levantamento topográfico cadastral da área de intervenção.

Nesse sentido, para o desenvolvimento do projeto e atendimento das demandas, foram realizadas reuniões envolvendo a equipe de Engenharia e Arquitetura, a gerenciadora, a equipe de arquitetura contratada e os pesquisadores do Laboratório Nacional de Biociências, com o objetivo de consolidar o plano de necessidades e entender as demandas a serem incorporadas no projeto do Centro de Tecnologia para Saúde. Além disso, durante toda a fase de Estudo Preliminar, iniciada no mês de julho de 2022 e finalizada no mês de novembro deste mesmo ano, foram realizadas reuniões semanais, para acompanhamento da evolução do projeto, além de reuniões pontuais com pesquisadores para alinhamento entre os protocolos utilizados nos laboratórios e a arquitetura.

Entre os meses de novembro e dezembro de 2022 também foram apresentados os projetos de instalações (climatização, combate ao incêndio, elétrica, hidráulica, acústica, automação e usina solar) em nível de Estudo Preliminar e, no momento desse relatório, está sendo finalizada a etapa de anteprojeto de arquitetura. A partir disso, serão desenvolvidas as demais etapas de projeto, com previsão de finalização do Projeto Executivo em abril de 2023, a ser seguido pela finalização do processo contratação de uma construtora para a execução da obra.

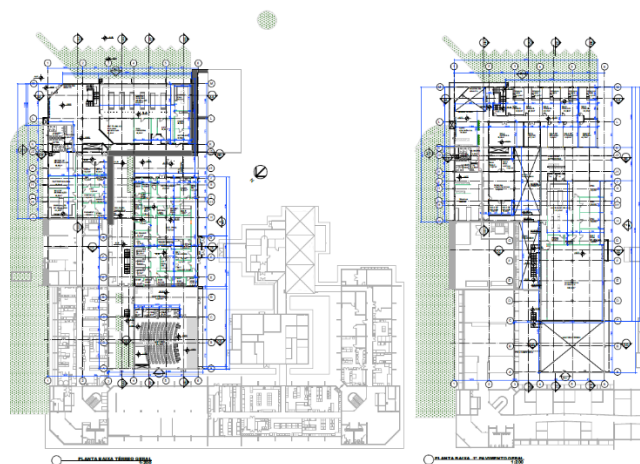


Figura 476 – Estudo Preliminar do Centro de Saúde – Plantas gerais

Plataforma de combate a viroses emergentes (PCVE)

O LNBIO, em conjunto com o Ministério da Ciência, Tecnologia e Inovações (MCTI), lançaram a Plataforma de Combate às Virozes Emergentes (PCVE), composta por 7 Plataformas de atuação. Para implantação desta iniciativa, é necessário reestruturar os laboratórios existentes, ampliando-os e modificando. Diante da crescente demanda nacional por pesquisas com microrganismos patogênicos e do destaque internacional que vem recebendo pelas pesquisas desenvolvidas pela equipe de cientistas, o LNBio passará por reformas de Retrofit e Ampliação para melhor acomodar seu desenvolvimento em pesquisa, assim como a Instalação de Laboratórios de nível de Biossegurança 2 e 3.

Dessa forma, foram realizados os projetos conceituais de acordo com o programa de necessidades por ambiente, no qual a Engenharia e Tecnologia teve grande interação com LNBIO, a fim de estabelecer os *layouts* dos ambientes para dar andamento a execução dos projetos.



Figura 477 – Modelo conceitual da expansão do LNBio - Setor E

Durante os anos de 2021/2022, a empresa MSE, contratada pelo CNPEM, elaborou e revisou os projetos básicos e executivos (PDR e FDR) da Expansão do LNBio (Setor E) e da reforma de suas áreas existentes. Os projetos encontram-se liberados para execução de obra, com algumas pendências geradas pela implantação do Centro de Tecnologia para Saúde, como a locação da Subestação e movimentações de infraestruturas enterradas.



Figura 478 – Plantas dos pavimentos térreo e primeiro, do Setor E.

No caso da expansão do LNBio (Setor E), podemos destacar que no primeiro semestre de 2022 foi realizada a contratação e execução de todo o escopo de supressão vegetal, permitindo a contratação da construtora e início das obras no segundo semestre deste ano. A obra foi iniciada em agosto de 2022 e segue em execução, com previsão de conclusão em março de 2023.



Figura 479 – Obra expansão LNBio em andamento (Setor E)

Em um espaço de aproximadamente 100m², localizado no térreo do Setor E, será implantado o primeiro NB3 do CNPEM. O projeto deste laboratório teve sua fase conceitual desenvolvida internamente pelo CNPEM, com apoio de consultoria internacional contratada (World BioHazTec). Foram gerados *room data sheets*, com todos os requisitos técnicos e equipamentos necessários em cada ambiente.

Para as fases básica e executiva do projeto, foi contratada, em dezembro de 2022, uma empresa especializada em laboratórios deste tipo, Solufarma. Esta empresa fará os projetos, sob supervisão e orientação do CNPEM, e a obra do laboratório.

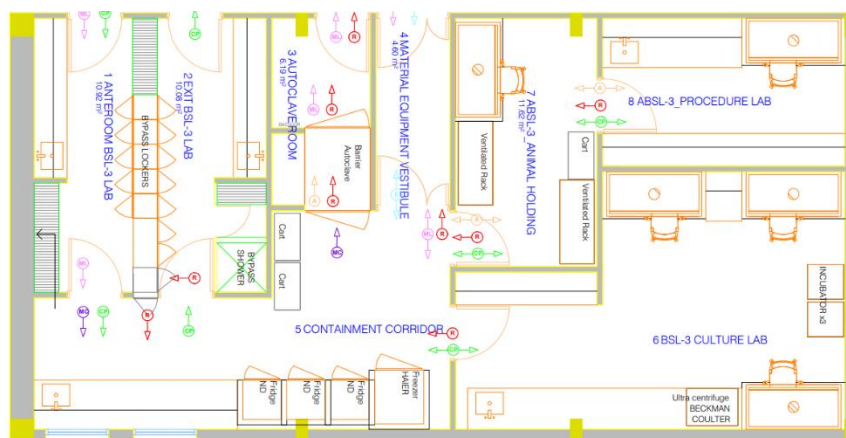


Figura 480 – Planta conceitual do laboratório NB3

Laboratório Nacional de Máxima Contenção Biológica (LNMCB)

O projeto do Laboratório Nacional de Máxima Contenção Biológica (LNMCB), como parte do complexo do Sirius, tem como objetivo estender o conjunto de possibilidades de experimentação associadas ao próprio acelerador de partículas. Além disso, é relevante destacar que há uma significativa demanda nacional por infraestruturas científicas para estudos de microrganismos de alta patogenicidade, que foi reforçada pela pandemia de Covid-19.

Em 2022, foram realizadas visitas a laboratórios nos Estados Unidos e Europa, para troca de informações e ampliar o conhecimento da equipe de engenharia aos detalhes técnicos de diferentes laboratórios NB4. Nestas visitas técnicas foi possível apreender sobre usos e protocolos de trabalho para auxiliar no projeto da construção do LNMCB e do Laboratório NB4, assim como, trocar informações com profissionais responsáveis pela gestão, manutenção e projetos executados nos centros de pesquisa. Ademais, foi possível a realização de visitas nos corredores de apoio à estrutura NB4, reconhecimento das estruturas nos andares técnicos e compartilhamento de experiências pelas equipes. As informações e experiência foram enriquecedoras para aprofundarmos o projeto conceitual do prédio. Ademais, para levantamento de informações a fim de compor o projeto, foram realizados, ainda, *workshops* com consultores internacionais e membros de diversos ministérios. Os detalhes destes *workshops* e do prédio do LNMCB são apresentados abaixo.

Workshops LNMCB

II Workshop NB-4

O Segundo Workshop NB-4, teve por objetivo principal expandir o diálogo quanto a quais pesquisas serão desenvolvidas no Centro de Virologia do CNPEM, principalmente, da infraestrutura necessária para esses estudos. Diferentemente do I *Workshop* realizado, que havia sido voltado principalmente para apresentar à comunidade interna as possibilidades experimentais oferecidas por uma infraestrutura laboratorial de máxima biossegurança, este contou com a presença dos consultores Juan Osorio e Lia Vizzotti da empresa World BioHazTec, que trouxeram uma importante visão geral sobre conceitos de biocontenção e biossegurança para fundamentar os questionamentos sobre a infraestrutura desejada pelo CNPEM.

O *Workshop* ocorreu nos dias 23 e 24 de fevereiro de 2022, cujo primeiro dia correspondeu a uma apresentação do campus aos consultores 4 breves apresentações da equipe do CNPEM quanto à atual situação de estudo da área de virologia no Brasil e no CNPEM, o espectro de pesquisas biológicas possibilitado pelo Sirius, uma introdução aos laboratórios de biossegurança nacionais e, finalmente, como se considera realizar a distribuição das áreas na infraestrutura a ser construída.

A figura a seguir apresenta o cronograma de atividades do primeiro dia de *workshop*. O segundo dia contemplou a continuação dos *brainstormings* liderados pela consultoria em biossegurança contratada unicamente para esse fim, a World BioHazTec.

Figura 481 – Cronograma do primeiro dia II Workshop NB4

Start	Duration	Event	Speaker/Coordinator
09:30	00:20	BSL-4 site visit	Regis Terenzi
09:50	01:20	Sirius beamlines visit	Regis/Mateus/Lucas
11:30	00:30	Virology in Brazil and CNPEM	Maurício Nogueira
12:00	00:30	The science we can do with beamlines/BSL-4	Mateus Cardoso
12:30	00:15	BSL labs in Brazil	Marisa Brito
12:45	00:15	The shell concept for the building	Regis Terenzi
14:00	01:30	BSL-4 overview/brainstorm	BioHazTec
16:00	01:30	Brainstorm	BioHazTec

Após as apresentações, o consultor em biossegurança Juan Osorio pôde dar sequência ao cronograma, em temática de brainstorming, apresentando inicialmente uma visão geral dos conceitos de biossegurança e da infraestrutura necessária para instalações NB-4. Nesse processo, foram estimuladas discussões específicas para definição do escopo do laboratório a ser construído. Destas discussões, as principais definições resultantes foram:

- Serão seguidas, no mínimo, as diretrizes determinadas nas normas estadunidenses (*Biosafety in Microbiological and Biomedical Laboratories* (BMBL) 6th Edition);
- As áreas laboratoriais NB-4 serão completamente redundantes: deverá possibilitar a operação completa quando parte da instalação estiver em vistoria/manutenção.
- No que tangem equipamentos grandes (fora as BSC's) para o NB-4, solicita-se um microPET/MR e um microscópio eletrônico de transmissão;

- Os animais a serem alojados na área NB-4 serão aqueles em experimentação e serão considerados biotérios na implantação do laboratório;
- Objetiva-se que linhas de luz e demais equipamentos de imageamento possam estar disponíveis para usuários de outras instituições, não apenas do CNPEM;
- Nas áreas de máxima contenção serão feitos estudos, primeiramente, com animais de pequeno porte;
- Os sistemas HVAC e de tratamento de efluentes de cada área laboratorial serão independentes.

III Workshop NB-4

O III *Workshop* NB-4, teve por escopo apresentar o contexto inicial planejado de infraestrutura do Laboratório Nacional de Máxima Contenção Biológica para sua adaptação às amplas demandas nacionais representadas localmente por delegações técnicas de seis dos atuais ministérios pertencentes ao Governo Federal do Brasil.

O *workshop* ocorreu entre os dias 12 e 14 de abril de 2022, cujo primeiro dia se iniciou com uma visita ao campus do CNPEM, seguido por 4 apresentações da equipe interna quanto à atual situação de estudo da área de virologia no CNPEM, o espectro de pesquisas biológicas possibilitado pelo Sirius, tanto para virologia e microbiologia como um todo quanto para o diagnóstico de pequenos animais. Paralelamente, os arquitetos e consultores em conjunto com a equipe de engenharia, discutiam um design preliminar da área laboratorial que contemplasse os requisitos operacionais apresentados até aquele momento.

No segundo dia, os consultores em biossegurança Kerstin Haskell e Juan Osorio apresentaram brevemente as suas experiências prévias com laboratórios de alta e máxima biocontenção, seguido de uma visão geral dessas instalações. Em seguida, o CNPEM e cada um dos ministérios puderam expor suas visões individuais de necessidades para a instalação e capacidades a serem implementadas.

As figuras a seguir apresentam os cronogramas de atividades do primeiro (

) e segundo dias (Figura 483) de *workshop*. O terceiro dia foi preenchido com discussões abertas e resolução de dúvidas.

Início	Duração	Evento
09:10	00:40	Visita Sirius e Linhas de Luz
10:40	01:00	Visita LNBio
11:40	00:50	Visita LNNano
14:00	00:30	Apresentação CNPEM (José Roque)
14:30	00:50	Pesquisas em Virologia e Microbiologia no CNPEM
16:00	00:50	Técnicas de síncrotron para Virologia e Microbiologia
16:50	00:40	Técnicas de síncrotron para Diagnóstico de Pequenos Animais

Figura 482 – Cronograma do primeiro dia III Workshop NB-4

Início	Duração	Evento
09:30	01:00	Introdução World BioHazTec e Experiências Prévias
10:30	01:00	Overview de laboratórios BSL-4 no mundo
11:50	00:40	Discussões sobre Conceitos, Premissas e Normas de Biossegurança
14:00	00:30	Apresentação Ministério da Saúde
14:30	00:30	Apresentação MAPA
15:00	00:30	Apresentação Ministério da Defesa
16:00	00:30	Apresentação Ministério do Meio Ambiente
16:30	00:30	Apresentação Ministério da Justiça e Segurança Pública
17:00	00:30	Apresentação Ministério da Educação

Figura 483 – Cronograma do segundo dia III Workshop NB-4

Como resultados desses 3 dias de intensa troca de opiniões, a equipe de Engenharia e Tecnologia do CNPEM em conjunto com a Bystef e a World BioHazTec construíram uma primeira versão da distribuição da distribuição das áreas requeridas pela equipe científica para o laboratório NB-4.

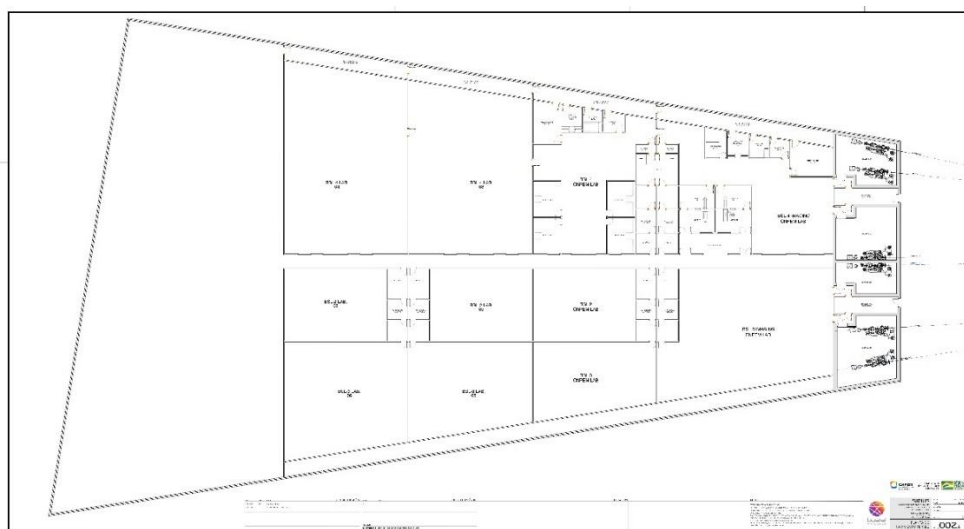


Figura 484 – Primeira distribuição de áreas do laboratório NB-4

Ademais, os representantes ministeriais presentes puderam expressar como poderá ser sua participação no projeto como um todo e a existência de demandas específicas. Destes, cita-se o requerimento do Ministério da Justiça e Segurança Pública, quanto à necessidade de infraestrutura de máxima contenção para análises forenses de atuações intencionais de dispersão de patógenos e perícias e investigações em caso de biocrime e bioterrorismo. Quanto aos demais ministérios, apenas o da Defesa solicitou alguma área específica, um bio-banco nacional para armazenamento seguro dos patógenos, e os ministérios da Agricultura Agropecuária e Abastecimento, Meio Ambiente e Educação manifestaram não necessitar de quaisquer espaços específicos para operação do laboratório.

IV Workshop NB-4

Em junho de 2022, o CNPEM promoveu a reunião estratégica “IV *Workshop* NB4: perspectivas científicas”. Neste *workshop* foi apresentado o projeto estratégico do MCTI do Laboratório Nacional de Máxima Contenção Biológica (NB4), primeiro da América Latina, para representantes da comunidade científica brasileira reconhecidos por sua relevante atuação nas áreas de virologia e outras ciências biomédicas. A ideia foi a de promover o debate e envolvimento da comunidade acadêmica com este neste projeto.

O *workshop* contou com a apresentação das linhas de pesquisa do Sirius e LNBio que fazem parte do escopo das discussões a respeito do projeto NB4, assim como, a proposta de construção do prédio, por parte da Engenharia e Tecnologia, que abrigará os laboratórios BSL 3/4. Contou ainda com apresentações de pesquisadores externos com pesquisas relacionadas a agentes humanos, agentes veterinários e *one health* de alta contenção.

Projeto do Prédio LNMBC

No segundo semestre de 2022, seguiu-se com a elaboração do projeto conceitual do novo laboratório de máxima contenção biológica, com discussões técnicas semanais junto às áreas da Engenharia e Tecnologia, Linhas de Luz e pesquisadores do LNBio para formalizar o programa de necessidades desta nova edificação e seus laboratórios. Após finalizar as etapas de reuniões, foi finalizado o projeto conceitual, contemplando uma área construída de aproximadamente 24.432,35m², que acomodam os laboratórios NB1, NB2, NB3 e NB4, além de áreas como:

- Áreas técnicas / utilidades;
- Escritórios e auditório;
- Docas para carga e descarga;
- Áreas para estoque de materiais e peças sobressalentes;
- Área para ciclotron/accelerador linear (produção de radioisótopos), entre outros.

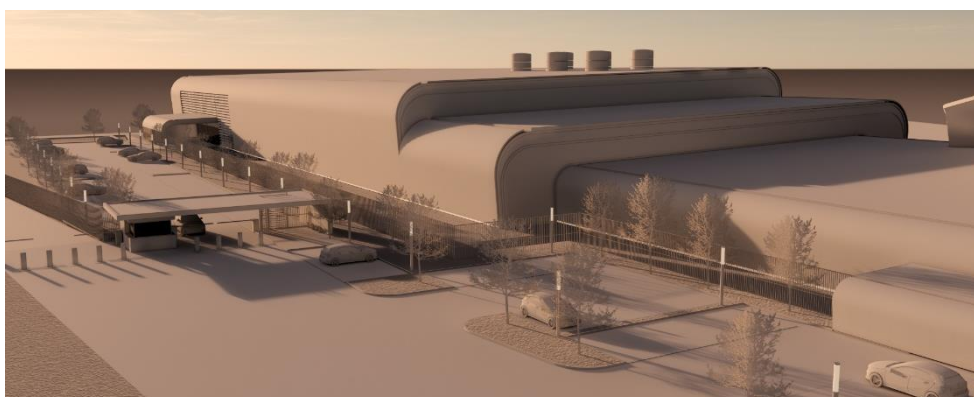


Figura 485 – Modelo 3D (conceitual) do novo laboratório nacional

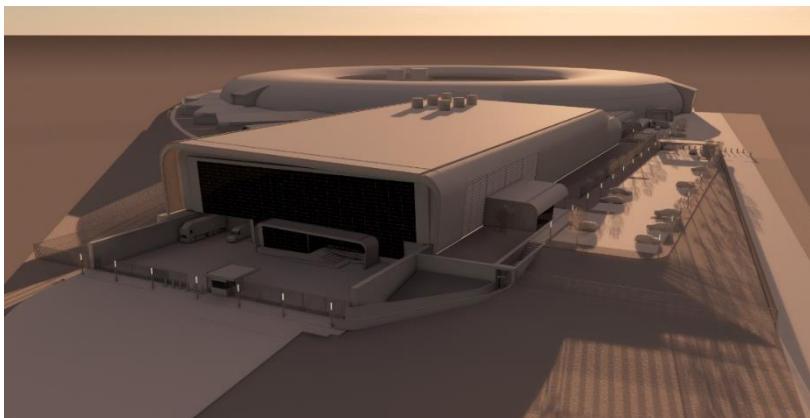


Figura 486 – Modelo 3D (conceitual) do novo laboratório nacional

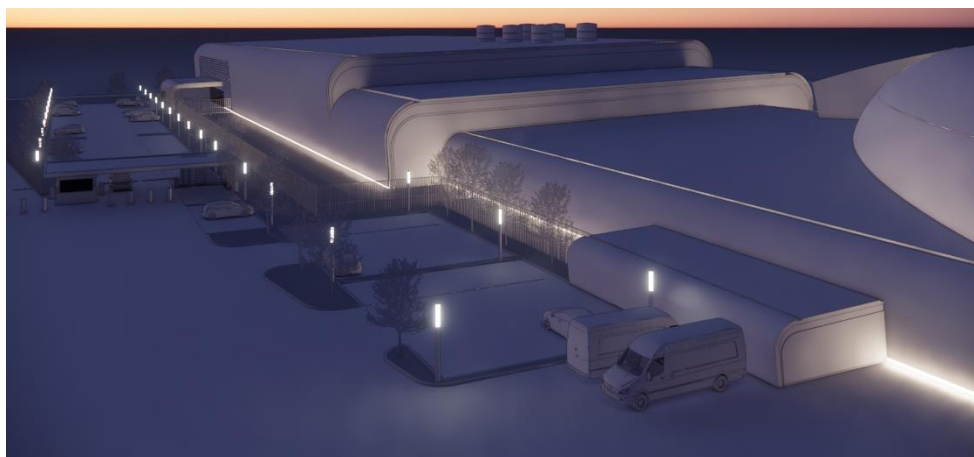


Figura 487 – Modelo 3D (conceitual) do novo laboratório nacional

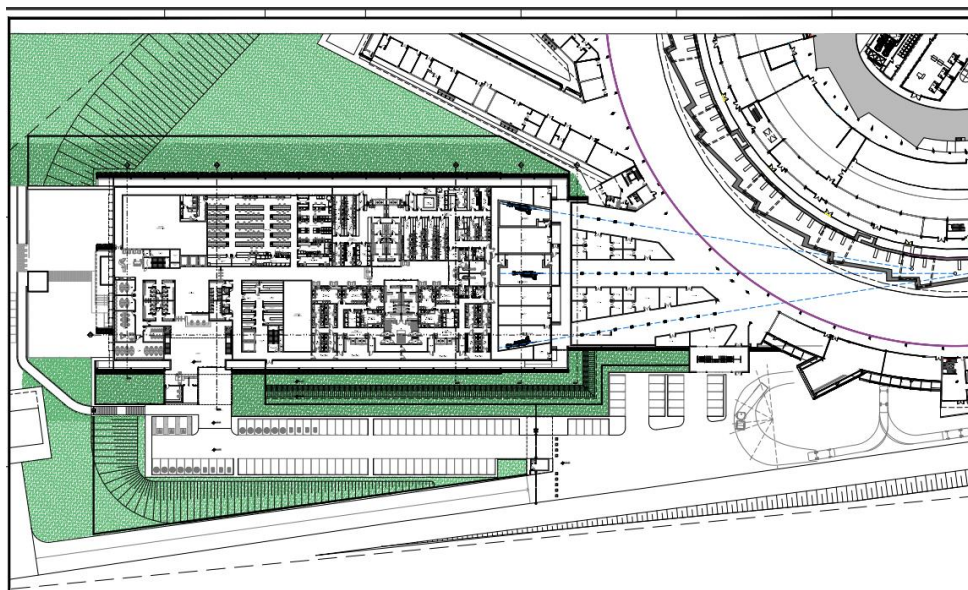


Figura 488 – Implantação geral (conceitual)

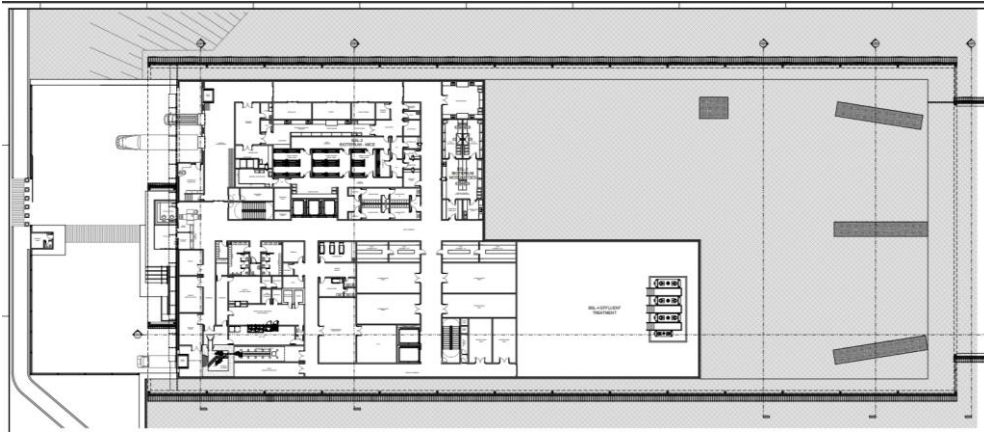


Figura 489 – Implantação Subsolo (conceitual)

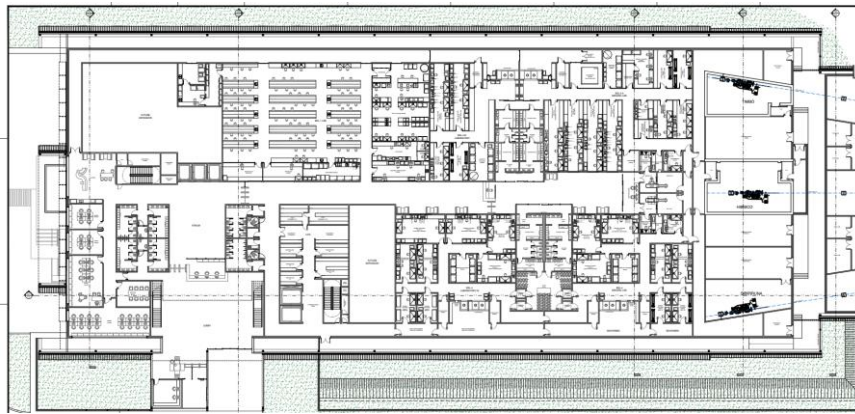


Figura 490 – Implantação Térreo (conceitual)

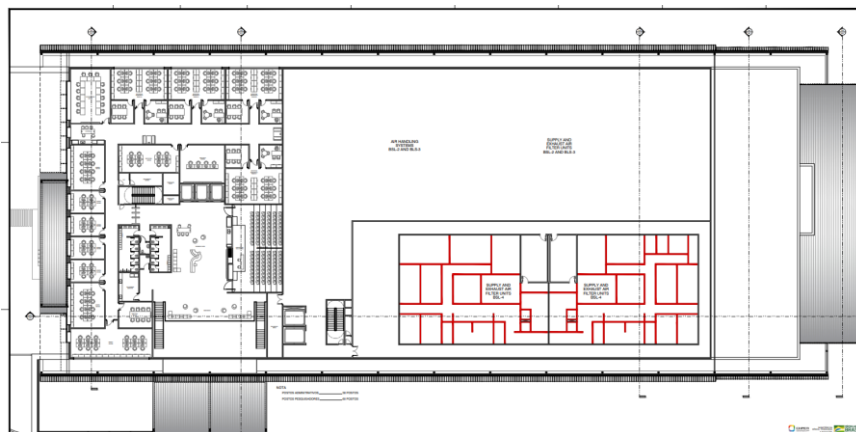


Figura 491 – Implantação 1o pavimento (conceitual)

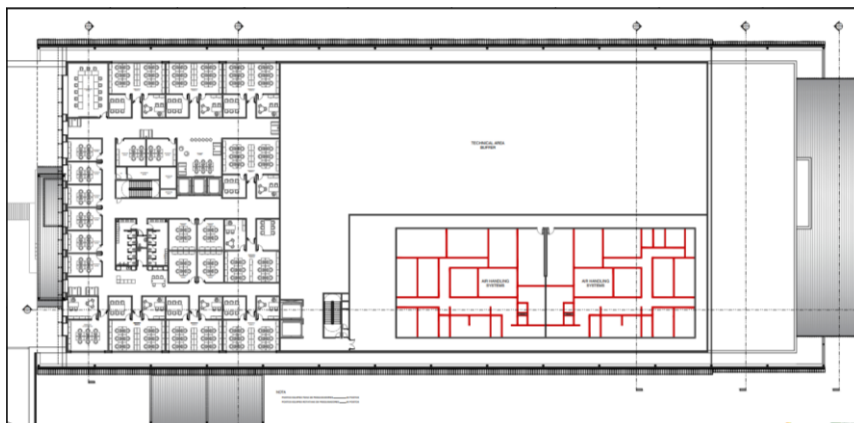


Figura 492 – Implantação 2o pavimento (conceitual)

Em 2022 também foi contratada a empresa responsável pela Assessoria Técnica Ambiental para a elaboração de Processo de Licenciamento Ambiental Municipal para Movimentação de Terra, em área anexa ao Laboratório Sirius em Campinas, SP, visando solicitação de Autorização (ATZ) e Termo de Recebimento (TR) junto à Secretária do Verde (SVDS). Este licenciamento permitirá a continuação da execução das obras de terraplanagem para a construção do novo laboratório nacional.

Ademais, neste ano também foi realizada a contratação e execução do projeto de movimentação de terra.

Especificação, Compra de PET.MR.CT de alto campo e Início das instalações

O projeto de Especificação, Compra de PET/MR/CT de alto campo e Início das instalações, iniciou seu desenvolvimento no início de 2022, com estudo aprofundado dos equipamentos de imageamento pré-clínicos com o intuito de compreender a demanda de pesquisa e buscar no mercado um sistema que melhor atendesse tanto às atuais demandas internas quanto o estado-da-arte global em pesquisa em virologia que se espera ser operado pelos usuários no LNMCB. Nesse ponto, foi feita a escolha preliminar por um sistema híbrido de tomografia por emissão de pósitrons e ressonância magnética simultâneas com alto campo magnético (acima de 7T). Tal escolha foi baseada na premissa de possuir técnica de imageamento in vivo que seja complementar às tomografias a serem realizadas na linha Hibisco, obtendo alta resolução de tecidos moles, imagem funcional, com acompanhamento temporal das funções metabólicas do organismo, além de possuir uma menor incidência de radiação, gerando menos danos à amostra e, portanto, menor interferência nos resultados.

A *priori*, este sistema possibilitará total biocontenção do equipamento em relação ao animal a ser imageado, dada a presença de um tubo polimérico separando a área quente (NB-4/NB-3), de onde será inserido o animal, da área fria (NB-1/NB-2) que conterá o equipamento e sistemas de controle. Esta instalação prevê ainda a possibilidade do uso do equipamento de ambos os ambientes a partir de um sistema de retração do tubo para a área biocontida, permitindo maior aproveitamento do equipamento e segurança nos momentos de manutenção.

Após esse período de compreensão de necessidades, foi feito o contato com diversos fornecedores para avaliar as especificidades de cada modelo ofertado e sua adequação à instalação planejada. Paralelamente às negociações, foi feita uma visita ao laboratório NB-4 Integrated Research Facility de Fort Detrick, Maryland, que foi o primeiro no mundo a incluir equipamentos de imagem em uma *facility* de máxima contenção biológica. Tal visita foi relevante para compreender a aplicabilidade de cada tipo de equipamento no contexto operacional do laboratório. Atualmente, o projeto encontra-se em fase final de escolha do equipamento para início do processo de compra, compreendendo também o início da etapa de desenhos para prototipagem do sistema de biocontenção baseado no tubo polimérico retrátil supracitado.

Esta etapa do projeto consiste no planejamento de dois ambientes em níveis de biossegurança diferentes separados por uma parede e tubo de biocontenção, de modo que as partes mais sensíveis dos equipamentos de imagem fiquem alocados em uma sala com menor nível de biossegurança. Enquanto isso, animais e amostras infectadas poderão ser inseridas no tubo pelo ambiente NB-4, sem contato com o equipamento e equipe de controle.

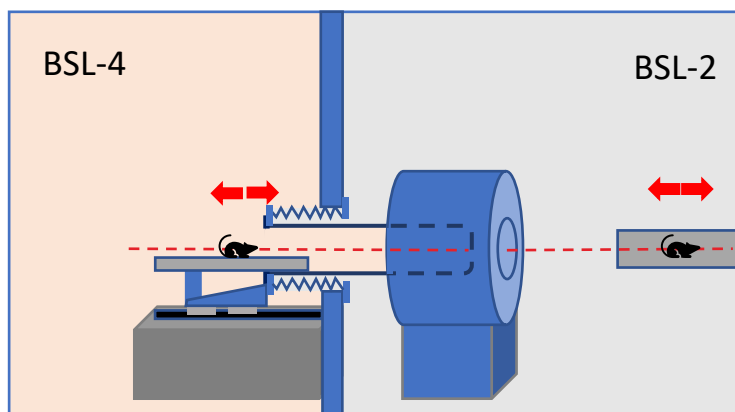


Figura 493 – Diagrama dos componentes

Desenvolvido esta diagramação inicial dos componentes planejados, neste ano tivemos a participação do grupo Projetos Mecânicos (PRO) da ENT nas discussões envolvendo o sistema de movimentação do tubo retrátil e o de inserção de animal no tubo, efetuando-se as primeiras versões 3D do sistema.

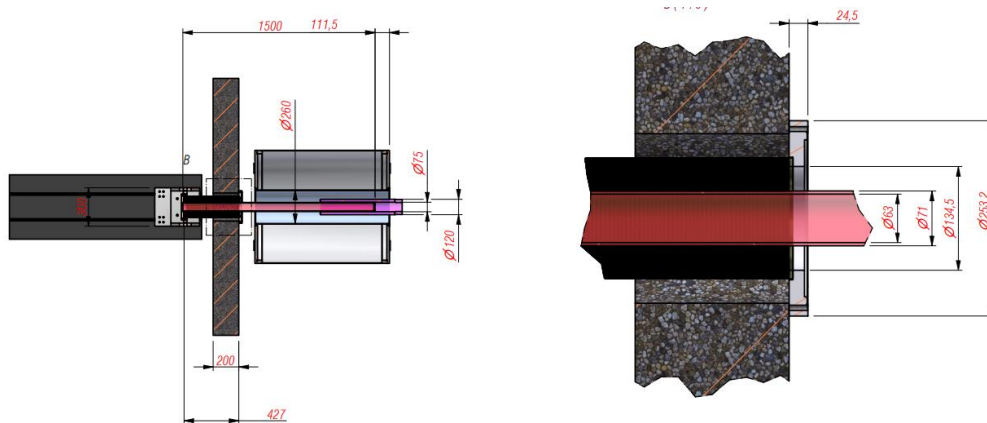


Figura 494 – Diagrama inicial do sistema PET/MR biocontido

Através dessa montagem foi iniciado o processo de definição de comprimento do *bellows* de forma a estipular o valor deste componente no mercado internacional e programar como ele seria construído para evitar contato do *bellows* com o tubo.

Em 2022, o Conceptual Design Report (CDR) foi concluído e apresentado. No entanto, devido às mudanças no escopo do projeto e por alinhamentos estratégicos, no momento, o desenvolvimento das próximas etapas do projeto, assim como as negociações, para a escolha dos equipamentos PET, foram interrompidas.

Biologia Molecular do sabiá arenavírus

Sabiá virus (SABV), também conhecido como *Brazilian mammarenavirus*, é o primeiro e único microrganismo de nível de biossegurança 4 isolado no Brasil. SABV causa uma febre hemorrágica fulminante em humanos, para a qual não há tratamento, vacina ou diagnóstico disponível. Portanto, SABV figura como prioridade dentre os vírus a serem estudados no Laboratório Nacional de Máxima Contenção Biológica (NB4) a ser construído no CNPEM ao longo dos próximos anos. Enquanto impossibilitados de trabalhar diretamente com o vírus, uma série de lacunas no conhecimento acerca do SABV podem ser preenchidas com o estudo de proteínas virais, construções-repórter e *virus-like particles* (VLPs), apoiadas por fundamentação e *know-how* em biologia molecular, biotecnologia e biologia celular já existentes no LNBio e no CNPEM. Essas tecnologias/ metodologias não envolvem vírus infeccioso e permitem utilização em ambientes de biossegurança 1 e 2. Assim, expressaremos as 4 proteínas de SABV: GP, N, Z e L para caracterizações bioquímicas e estruturais que antecedam o nosso trabalho com o SABV em si, no âmbito do recém estabelecido Programa de Virologia do CNPEM e com a participação de laboratórios e *facilities* do LNBio, do LNNano e da linha Manacá do Sirius. Essas informações não só permitirão o desenho de estratégias para diagnóstico, prevenção, e tratamento da infecção pelo SABV, como fomentarão o avanço do conhecimento básico acerca de arenavírus e formação de recursos humanos habilitados no estudo destes patógenos.

Infraestrutura, Operação e Melhorias Técnicas

Melhorias Técnicas no Sirius

Metrologia (MET)

Alinhamento dos Aceleradores

Em janeiro de 2022, foi realizado o realinhamento do acelerador *booster*, onde foi necessário ajustar sua circunferência para que a frequência de RF na energia de injeção seja a mesma do anel de armazenamento, sendo necessário uma variação do raio médio do *booster* na ordem de $-158\mu\text{m}$. Deste modo, toda equipe de metrologia trabalhou diretamente no reposicionamento de todos os berços do *booster* relativamente à posição atual, reduzindo a circunferência em $158\mu\text{m}$, no plano XY, na direção perpendicular a trajetória nominal dos elétrons. A Figura 495 mostra a atividade de realinhamento do *booster*. O resultado para o realinhamento relativo pode ser visto na Figura 496 (zonas de tolerância expressas em verde translúcido).

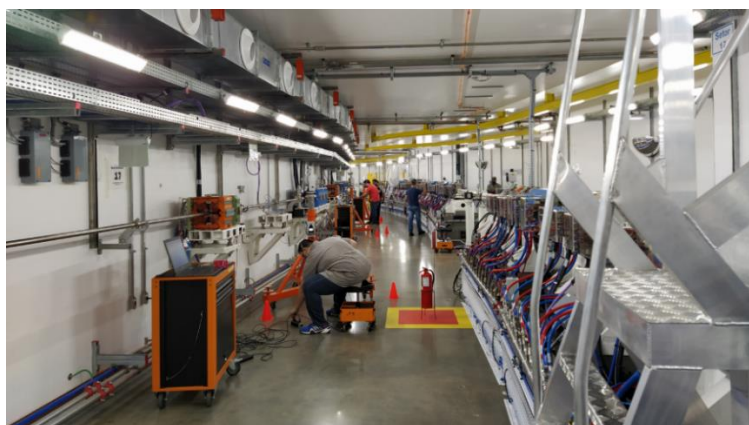


Figura 495 – Atividade de realinhamento do booster em Janeiro 2022

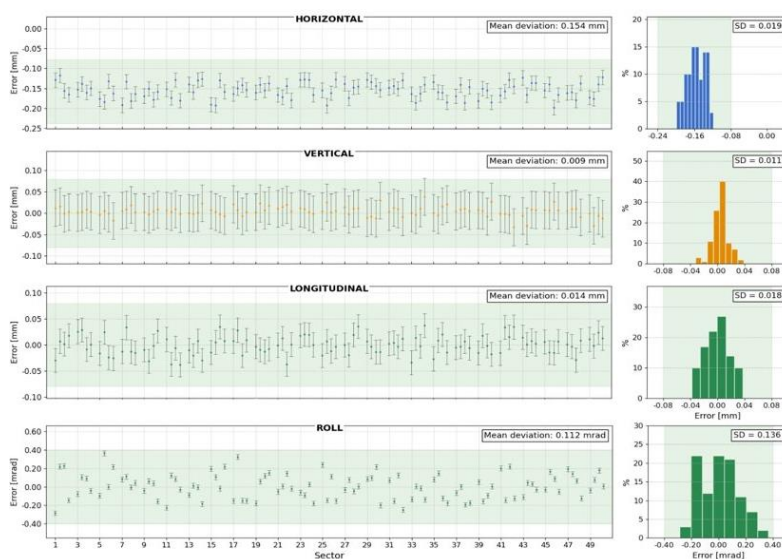


Figura 496 – Distribuição de erros de alinhamento e incerteza de medição para os graus de liberdade principais de cada ímã de referência dos berços do booster no Sirius

Alinhamento dispositivos de inserção

Ao longo do ano, durante as paradas de instalações, foram realizadas atividades relacionadas a instalação de novos onduladores no Sirius, onde foram executadas atividades de alinhamento das câmaras de vácuo, pilastras de suportação, berços de corretoras, além dos dispositivos de inserção. Foram realizados a instalação e alinhamento do Wiggler STI para linha de luz Paineira e ondulador EPU para linha de luz Sabiá. Para instalação, também foi necessário realizar o procedimento de fiducialização geométrica dos dispositivos de inserção e por fim o alinhamento dentro do anel de armazenamento do Sirius, conforme pode ser visto na Figura 497.



Figura 497 – Alinhamento Wiggler STI (esquerda) e Alinhamento EPU (Direita)

Alinhamento front-end máquina

O grupo de metrologia esteve envolvido no projeto e instalação dos *front-ends* máquina do Sirius (sistema que visa a proteção do anel de armazenamento contra acidentes de vácuo nas linhas de luz). O grupo trabalhou na etapa de montagem assistida (montagem dos componentes assistida por metrologia, onde foram realizadas as medições, os ajustes e intra-alinhamento dos *photon shutters*, testes de repetibilidade do sistema e a etapa de fiducialização), além do processo de alinhamento do conjunto dentro do anel de armazenamento. Por fim, durante as paradas de instalação, foram realizadas a instalação e alinhamento de 5 conjuntos de *front-ends* máquina, sendo instalados nas linhas de luz de ID (Sabiá, Paineira, Carnaúba, Ema e Cateretê) – todos se encontram operacionais. A Figura 498 mostra as atividades de montagem assistida e alinhamento dos *front-ends* máquina nas paradas de 2022.

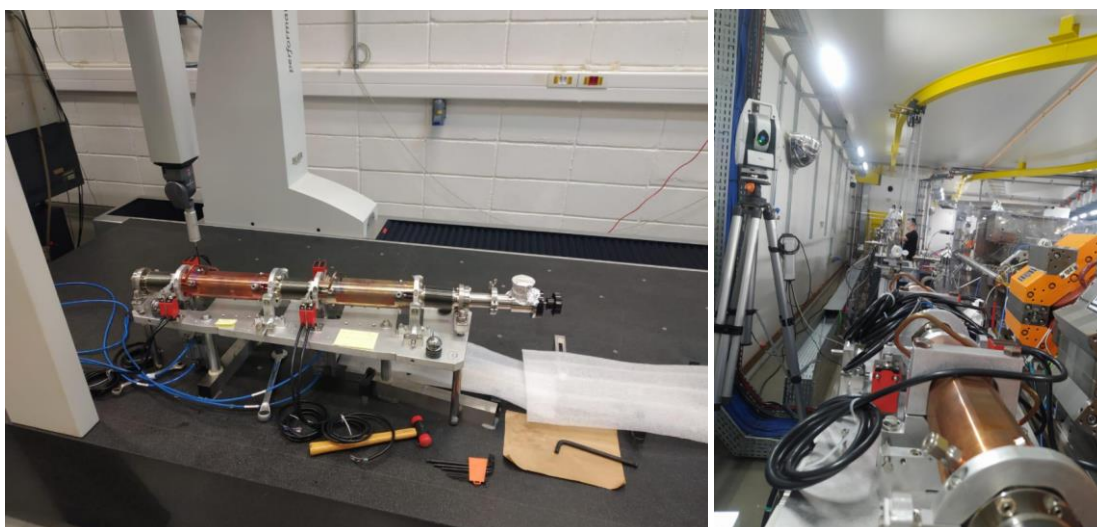


Figura 498 – Montagem assistida (esquerda) e alinhamento dentro do túnel (direita)

Alinhamento front-end linha de luz

Outra atividade realizada durante as paradas de instalações do ano de 2022, foram as atividades em *front-end* das linhas de luz, atuando na caracterização das cinemáticas de movimentação dos componentes, juntamente com o Grupo de Controle e Integração (COI) do LNLS, no alinhamento dos componentes tais como: estações de bombeamento, fendas, *photon gamma shutter*, colimadores, máscaras fixa e refrigerada entre outros. As atividades de alinhamento foram realizadas em *front-ends* das linhas de luz SABIÁ, PAINEIRA, CARCARÁ e CEDRO. Também foram realizadas atividades de fiducialização e atividades de “*Asbuilt*” do nível do piso em *front-ends* das linhas SAPUCAIA, JATOBA e QUATI para instalações em 2023. Outra atividade realizada, foi a caracterização dimensional e geométrica dos furos de saída e posicionamento das chapas de proteção radiológica das linhas de luz, além do alinhamento dos espelhos das linhas de luz IMBUIA e CEDRO. A Figura 499 mostra atividades de alinhamento do *front-end* da linha de luz.



Figura 499 – Alinhamento componentes front end de linha de luz

Alinhamento de linhas de luz

No ano de 2022, a ENT seguiu dando suporte ao LNLS nas atividades de alinhamento das linhas de luz. Seguiu-se com a fiducialização de componentes e alinhamentos, como os sistemas de espelho e monocromadores, entre outros. A Figura 500 mostra o processo de fiducialização dos espelhos da linha Sabiá, onde também foram realizadas atividades de alinhamento de componentes como PGM, monitores de posição, colimadores entre outros. No ano de 2022 também foi realizado o alinhamento do túnel SAXS da linha Sapucaia, instalado pela empresa AVS e o alinhamento do Difratorômetro da linha Paineira, instalado pela empresa NewPort. Parte da linha Mogno também foi alinhada ao longo de 2022 (micro e nano estação).

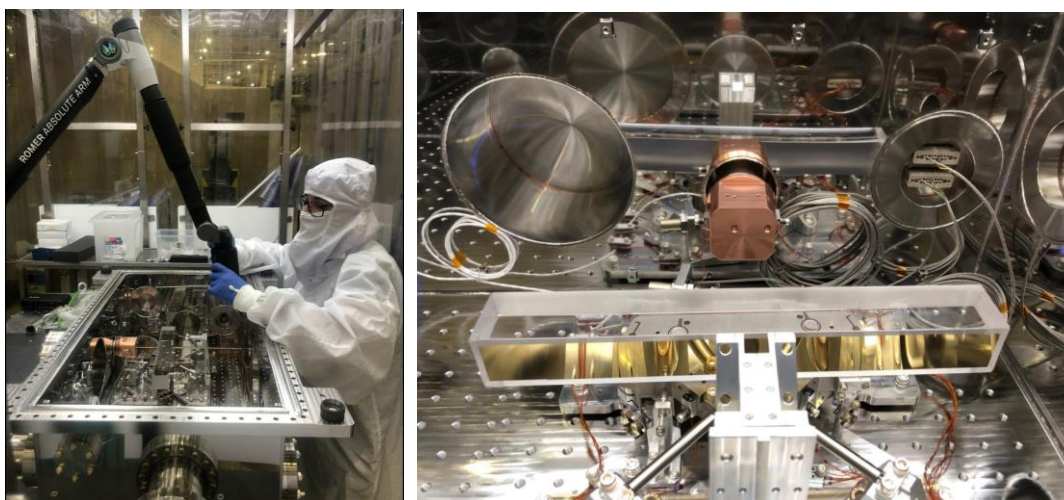


Figura 500 – Processo fiducialização espelhos Sabiá

Novas linhas de luz também tiveram atividades de instalação e apoio na área de metrologia e alinhamento, como é o caso das linhas PAINEIRA, IMBUIA, CEDRO, CARCARÁ E QUATI. Outro importante apoio ao LNLS, no que tange as linhas de luz, é o processo de caracterização de geometria de sensores dos detetores Pimega, juntamente ao Grupo de Detetores (DET). O grupo tem executado medições angulares sem contato (por meio de uma estação total de precisão TDRA6000) dos sensores que compõe os detetores, e essa informação vem sendo utilizada pelo grupo DET como entrada para algoritmos de correção de dados capturados em experimentos. No ano de 2022 foi feito a caracterização dos detetores das linhas Paineira, Sapucaia, Ema e Cateretê. Na Figura 501 é possível ver o processo de caracterização.



Figura 501 – Caracterização geométrica Detector Pimega

Infraestrutura - Modernização e Ampliação da Ferramentaria

O grupo Ferramentaria, pertencente à Área de Tecnologia Mecânica, é responsável por realizar atividades de fabricação de componentes utilizados nos Laboratórios Nacionais, utilizando processos de usinagem, solda, corte a laser, dobra e pintura. Soma-se a isso, o desenvolvimento de processos produtivos com abordagem focada em qualidade, velocidade e flexibilidade, e ainda a elaboração de pesquisas e estudos voltados ao processo de usinagem de precisão e nos diferentes tipos de materiais e geometrias.

Foi estabelecida pelo Ministério do Trabalho e Previdência como “Norma regulamentadora – NR” e seus anexos a adequação à norma NR12, que define as referências técnicas, princípios fundamentais e medidas de proteção para resguardar a saúde e a integridade física dos trabalhadores. A norma estabelece requisitos mínimos para a prevenção de acidentes e doenças do trabalho nas fases de projeto e de utilização de máquinas e equipamentos, e ainda à sua fabricação, importação, comercialização, exposição e cessão a qualquer título, em todas as atividades econômicas, sem prejuízo da observância do disposto nas demais NRs aprovadas pela Portaria MTb n.º 3.214, de 8 de junho de 1978, nas normas técnicas oficiais ou nas normas internacionais aplicáveis e, na ausência ou omissão destas, opcionalmente, nas normas Europeias tipo “C” harmonizadas.

Se fazem necessárias, portanto, intervenções em máquinas convencionais e CNC, que não possuem adequação à referida norma. Com isso, surgiu também a possibilidade de modernizar a infraestrutura do grupo Ferramentaria, face à nova realidade imposta pela necessidade de adequação.

Sendo assim, a Engenharia e Tecnologia estabeleceu neste ano de 2022 o projeto de Modernização e Ampliação da Ferramentaria, que visa, basicamente, adequar máquinas que não atendem a norma NR12, que seguirão sendo utilizadas pelo grupo, e a consequente aquisição de outros equipamentos, já adequados, e componentes que visam a ampliação da capacidade técnica e produtiva do grupo, com o intuito de atender as demandas dos Laboratórios Nacionais e o desenvolvimento das atividades recorrentes do grupo.

Aquisição de Máquinas CNC

Tendo em vista a constante necessidade de atendimento às demandas cada vez mais exigentes, com maior nível de complexidade, menor intervalo de tolerância, nos mais variados tipos de materiais, e com menor prazo de entrega, somente adequar máquinas convencionais à norma NR12 seria insuficiente para ser a completa solução frente aos novos desafios. Afinal, prezar pela segurança dos operadores de máquinas é fundamental, contudo, somar essa característica à otimização de capacidade técnica e produtiva torna-se substancialmente mais interessante, dado o cenário apresentado.

Então, tomou-se a decisão de substituir máquinas convencionais sem adequação, por máquinas CNC, já adequadas à norma NR12, com intuito de alcançar a solução idealmente pensada. Vale ressaltar que, devido a constante necessidade de retrabalhos emergenciais e confecção de componentes extremamente simples, decidiu-se também manter três máquinas convencionais com adequação à norma a fim de possuir capacidade de execução dos referidos tipos de trabalho.

Quanto às máquinas CNC, foram prospectadas e estudadas características específicas das demandas atuais, com o intuito de verificar as características de máquinas que seriam necessárias para substituir as máquinas convencionais da melhor forma. Foi definido que seriam necessários um torno CNC, com ferramenta acionada e eixo Y, pois verificou-se que este tipo de máquina poderia atender a demanda de componentes cilíndricos com maior flexibilidade, tendo em vista a possibilidade de executar operações atualmente feitas em fresadoras, ainda no torno.

Além do torno CNC, a aquisição de um centro de usinagem com 3 eixos (X, Y e Z) se mostrou necessária em função da necessidade de fabricar os componentes originalmente manufaturados por fresadoras convencionais, que deixam de existir devido à sua falta de adequação à norma NR12 e baixa capacidade técnica e produtiva.

Assim, o próximo passo foi a realização de estudos de verificação de possíveis fornecedores de máquinas, onde foram analisados parâmetros técnicos de máquinas, destacando-se nível de precisão dos eixos, velocidade dos eixos, estrutura da máquina, posição de mercado do fornecedor, prazo de entrega, assistência técnica de instalação e de serviços, além do preço final.

A melhor relação custo-benefício foi alcançada pela empresa Mazak, fabricante japonês de máquinas CNC, que apresentou soluções que estavam em concordância com as premissas definidas pela Ferramentaria. As máquinas selecionadas foram um torno do modelo QT100MY e um centro de usinagem modelo VCN-460. As máquinas têm prazo de entrega aproximado de 10 meses, sendo assim, tem a previsão de chegada ao CNPEM em meados de agosto de 2023.

Aquisição e Implementação de Componentes para Incremento Técnico e de Produtividade

Com o intuito de otimizar os processos produtivos na área de usinagem, tornam-se necessárias tomadas de ações que visem a eliminação de desperdícios e agregação de valor aos componentes fabricados. Assim, conceitos já consagrados dentro da engenharia mecânica e de produção mecânica, podem ser aplicados com o intuito de auxiliar os times responsáveis pela

elaboração de processos de fabricação a introduzir no ambiente fabril práticas que visam a otimização destes processos.

Uma das atividades que mais geram desperdícios em processos de usinagem é o tempo de preparação de máquina, que consiste no período de parada de máquina contido entre o final da fabricação de um produto, e o início de fabricação do produto subsequente. Este intervalo de tempo é denominado, tempo de setup.

Um conceito amplamente utilizado por indústrias brasileiras, é o SMED, do inglês *Single Minute Exchange of Die*, que foi traduzido para português como Troca Rápida de Ferramenta (TRF). Trata-se, basicamente, de reduzir os tempos de máquina parada por setup, para tempos inferiores a 10 minutos, utilizando técnicas de organização de tarefas e buscando eliminar ou reduzir atividades executadas enquanto a máquina está parada, denominadas “atividades internas”, por atividades realizadas com a máquina em operação, essas chamadas por “atividades externas”.

A fim de otimizar o processo de setup nos centros de usinagem, foram adquiridos dispositivos de fixação (morsas), com sistemas integrados de troca rápida, denominados “zero point”. Este sistema consiste em encaixar as morsas, já com os pinos de encaixe acoplados na parte inferior, em placas fixadas na mesa da máquina, onde existem furos que serão encaixados os respectivos pinos.

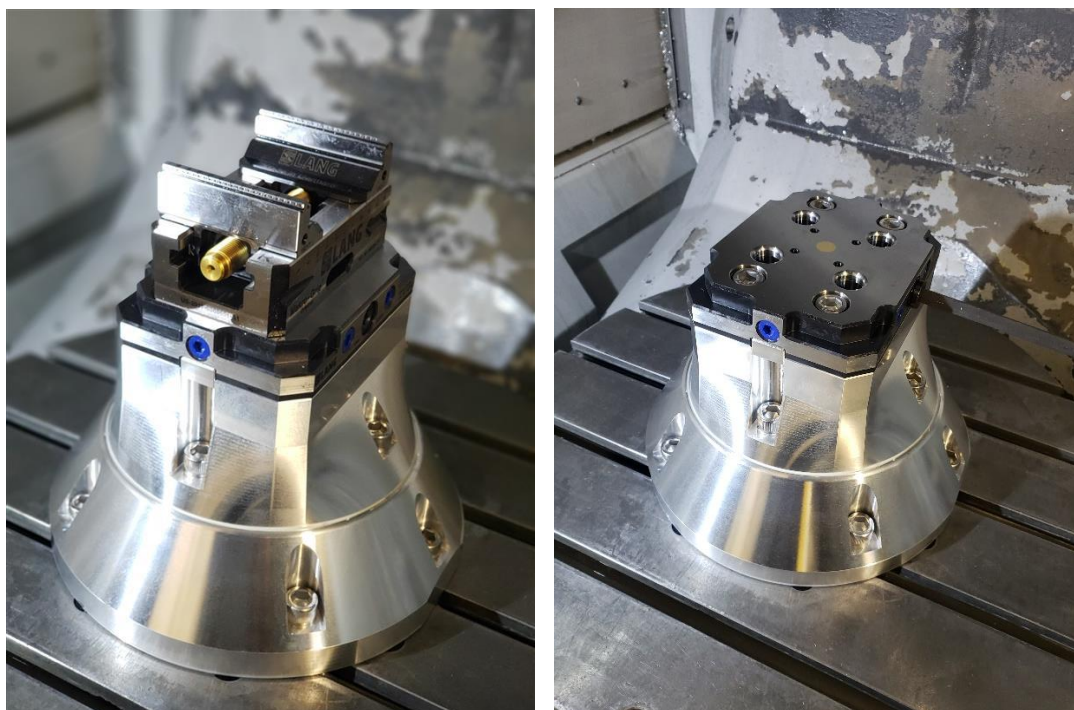


Figura 133 – Morsa alto-centrante acoplado com sistema de fixação “zero point”

A precisão de repetibilidade na colocação e retirada do conjunto montado, é de no máximo 0,005mm, sendo assim, facilitada a intercambialidade de diferentes montagens de preparação, que utilizam este sistema.

Essas aquisições visam reduzir o tempo de máquina parada quando da necessidade da realização de *setup*, pois facilita a preparação de *setup* enquanto a máquina ainda está em operação (atividade externa), assim como minimiza o tempo de inserção dessa preparação na máquina quando ela se encontra parada (atividade interna), de modo que o tempo de *setup* é reduzido de maneira considerável. Vale destacar que atividades complementares são necessárias para que o sistema de fixação tenha sua efetividade consolidada, por exemplo, com treinamento dos envolvidos, execução de 5S na área de *setup*, organização de atividades de maneira sistêmica e utilização dos devidos EPI's (Equipamento de Proteção Individual), por todos os envolvidos na atividade.

Outro aspecto importante está na necessidade de definir o sequenciamento de fabricação dentro da Ferramentaria, assim como, verificar a eficiência dos processos definidos em um primeiro momento. Para tanto, se faz necessária a implementação de métodos sistêmicos para gerenciar as atividades que estão em máquina, assim como, as que estão em sequência de fabricação.

Sendo assim, foram adquiridos um *software* para realização do gerenciamento de fabricação dos componentes dentro da Ferramentaria e tablets para que sejam utilizados como local de apontamento de horas dos equipamentos, paradas de máquinas e toda e qualquer informação de ocorrências referentes à fabricação. O *software*, tipo ERP, chamado GRV, referência de mercado dentre ferramentarias, apresenta interface simples com o intuito de gerar status do componente em máquina, em fila de fabricação ou pronto.

A inserção de dados em tempo real via *tablet*, por parte dos operadores, passa a real situação de tempo e condição que se encontra o componente, a partir do momento que entra no fluxo da Ferramentaria. Com isso, é possível que os clientes da Ferramentaria tenham o *status*, de fabricação do seu respectivo componente, tais como, tempo previsto de entrada em máquina, tempo atual de fabricação e previsão de entrega.



Figura 134 – Tablet de Apontamento de horas no torno CNC, com *software* GRV acoplado.

É possível também que com a implementação do *software* e dos tablets, a liderança da Ferramentaria identifique pontos de melhoria, necessidades de treinamento, verificação de

desempenho e conseqüente identificação de gargalos, pois o monitoramento em tempo real das máquinas, visa abastecer, com dados, a gestão do grupo.

Adoção de Boas Práticas de Fabricação

Ainda em vista de atender as demandas oriundas dos Laboratórios Nacionais e os desenvolvimentos de atividades de pesquisa em usinagem, a Engenharia e Tecnologia busca continuamente a melhoria dos processos e, neste sentido, busca implementar metodologias que visam a limpeza, organização, definição de fluxo, gestão visual, ferramentas da qualidade, estabilização de processos, entre outras.

Assim, se destaca a implementação do 5S na fábrica, que significa cinco palavras em japonês (*Seiri, Seiton, Seiso, Seiketsu e Shitsuke*), que representam cinco sentidos orientativos quanto a adoção de práticas, visando primordialmente a limpeza e organização da fábrica. Deste modo, adotou-se sequencialmente a aplicação dos cinco sentidos que constituem a referida ferramenta.

O processo se inicia com o sentido de utilização, onde se verifica a verdadeira necessidade de utilização de ferramentas, dispositivos e afins. A partir de então, com os itens que são utilizados cotidianamente, aplica-se o conceito de organização.

Outro ponto importante é atender critérios de organização, conforme a frequência de utilização, observando questões práticas e ergonômicas. O terceiro sentido aplicado é o de limpeza, executando a limpeza dos itens em questão, assim como, o ambiente em que elas estão.



Figura 134 – Área de fabricação Ferramentaria com 5S implementado

O quarto sentido da metodologia 5S é a padronização, no qual se destaca manter os itens acondicionados, identificados, posicionados de forma padronizada, estender este tipo de

implementação a todo o setor fabril e administrativo, assim como mantê-los de forma a caracterizar o modo padrão do departamento. O último senso se refere à disciplina, que basicamente trata de conscientizar as pessoas, a tomar ações que mantenham todo o trabalho realizado anteriormente na aplicação dos outros quatro sentidos.

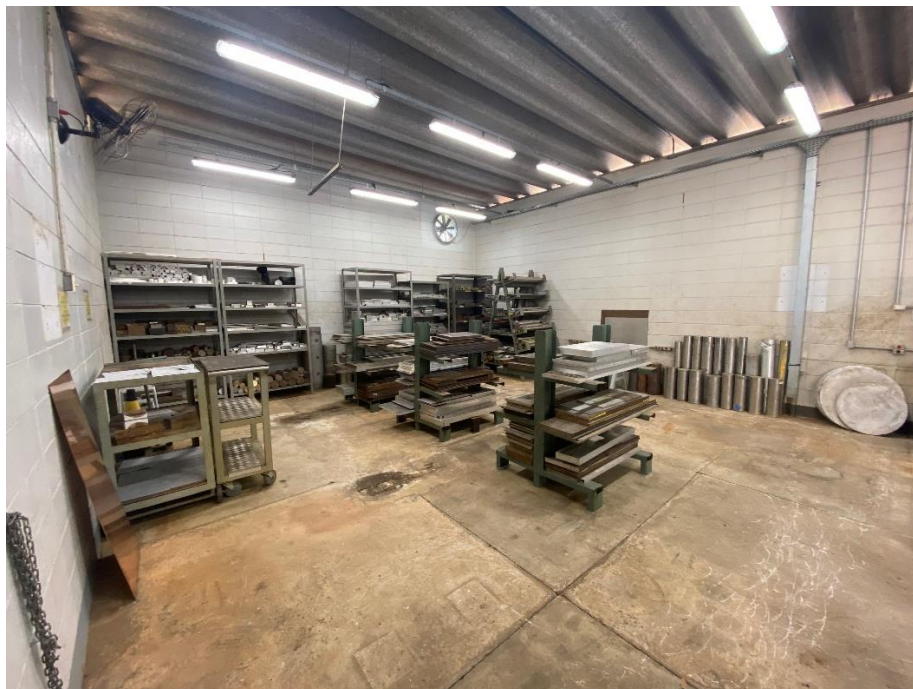


Figura 135 – Área de estoque de matéria-prima com 5S implementado

A implementação da ferramenta 5S no grupo Ferramentaria, trouxe melhoria na produtividade, tendo em vista a agilidade causado pelo fato dos operadores terem facilidade em encontrar e utilizar as ferramentas necessárias no dia a dia. Outro ponto importante foi a questão da gestão visual, que também evoluiu, com base nas alterações implementadas pela equipe, tais como, pintura de paredes, implementação de divisórias separando setores, organização de estoque, pintura de máquinas, entre outras.

Naturalmente, o bem-estar e a satisfação dos colaboradores se destacam entre as conquistas obtidas, pois, podem atuar de maneira mais assertiva e especialmente mais segura em um ambiente mais agradável e organizado.

Diagnóstico de Feixe

Em 2022 o sistema de diagnóstico de feixe evoluiu em algumas frentes: a *streak camera*, (nome em inglês para câmera de rastro) que antes operava no acelerador UVX, foi instalada com sucesso no Sirius. As fontes de alimentação lineares para os *front-ends* de RF das eletrônicas de medida de posição de feixe (BPMs), tiveram um problema de mal funcionamento compreendido, sendo que a solução total já está equacionada.

Instalação e testes da Streak Camera no Sirius

A *streak camera* é um instrumento de diagnóstico usado para observar o perfil longitudinal do feixe de elétrons do Sirius, importante para realizar diversos estudos sobre o comportamento do feixe, como estudos da impedância do acelerador ou análises de estabilidade. Este instrumento opera de forma sintonizada com a frequência de RF do acelerador, que no caso do Sirius é de aproximadamente 500 MHz. Uma alteração de *hardware* foi realizada com sucesso pelo fabricante japonês, Hamamatsu, pois a *streak camera* havia sido adquirida muitos anos atrás para operar na fonte de luz UVX, cuja frequência de operação era 476 MHz.

A *streak camera* foi testada em bancada com ruído ambiente, somente luz de fundo e constatou-se operação satisfatória. Após isso o equipamento foi transportado para o Sirius. Um computador substituto foi preparado com as interfaces de comunicação necessárias e com a versão mais recente do *software* de controle a fim de modernizar a operação do dispositivo e garantir maior confiabilidade.

Foi desenvolvido um *software* de controle no padrão adotado pelo Sirius (IOC EPICS) para operação do dispositivo a partir da sala de controle ou linhas de luz.

O computador para operação do equipamento foi trocado por outro, com *hardware* e *software* mais modernos. Testes na linha Imbuia, a linha de infravermelho do Sirius, foram feitos para comparação e validação do novo computador. Trabalhos foram realizados para implementação do controle do instrumento via EPICS, a ferramenta padrão de controle distribuído no Sirius.

A Figura 502 mostra algumas das etapas da primeira instalação da *streak camera* na linha de infravermelho do Sirius.



Figura 502 – A partir da esquerda, as duas primeiras fotos mostram *streak camera* posicionada sobre a bancada ótica da linha Imbuia e o início dos testes e alinhamento. A terceira figura mostra o feixe focalizado sendo obstruído por um anteparo, na entrada do equipamento. Na foto à direita o *software* de operação exibe as esperadas duas linhas horizontais que indicam correto funcionamento da varredura, quando os eixos vertical e horizontal estão operando corretamente.

Fonte de alimentação lineares dos front-ends de RF dos BPMs do Sirius

As fontes que alimentam os *racks* das eletrônicas de medida de posição de feixe (eletrônicas de BPM) são fontes comerciais da empresa Norte Americana Acopian. Nela foi identificado um problema onde a distribuição de corrente entre os três módulos que a compõe não é igualitária, o que pode acabar até danificando um módulo se toda a corrente de saída da fonte for fornecida por ele. Foi feito um contato com a Acopian, porém a empresa não proveu suporte satisfatório, uma vez que o prazo de garantia já havia expirado. Sendo assim, foi feita uma investigação para

solucionar esse problema. Vários erros de projeto foram encontrados, desde conexões elétricas feitas de forma errada até cargas conectadas à alguns canais que excediam sua capacidade. Os problemas foram resolvidos e os testes em bancada mostraram bons resultados, possibilitando testes em campo com os equipamentos modificados. A Figura 503 mostra uma das dezenas fontes em operação no Sirius e alguns dos estudos em desenvolvimento. Cada gaveta de 19 polegadas é um módulo com operação redundante que alimenta aproximadamente 10 circuitos de radiofrequência de condicionamento dos sinais das eletrônicas de BPM. Ao todo são mais de 250 BPMs espalhados nos aceleradores. Tais circuitos estão intimamente ligados à resolução e performance das medidas de posição. Falhas podem, portanto, comprometer a estabilidade da fonte de luz síncrotron.

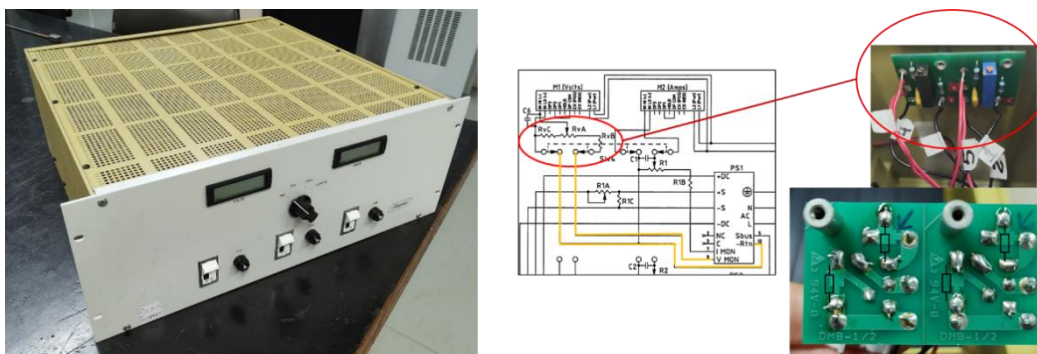


Figura 503 – Fonte comercial responsável pela alimentação dos módulos de Radiofrequência das eletrônicas de medida de posição de feixe do Sirius (esquerda). Exemplo dos estudos e modificações em andamento para aumentar a confiabilidade do sistema (direita).

Fontes de Corrente

Diversas melhorias foram propostas para o subsistema das fontes do Sirius, visando uma melhor confiabilidade e segurança a maior facilidade na operação e manutenção. Algumas destas propostas estão em fase de desenvolvimento e outras em fase de instalação.

Novas gavetas de comando para as fontes de alta potência do booster

Visando uma melhor proteção contra vazamentos e poeira, além de proteção pessoal, foi proposta a inserção do circuito de comando das fontes de alta potência do booster em uma gaveta fechada, semelhante aos outros módulos desta mesma fonte. Praticamente todo o circuito foi reaproveitado do que já está instalado no Sirius, visando reutilizar todos os componentes para essa nova gaveta, porém algumas melhorias na parte elétrica também foram feitas, como a inserção de um relé de supervisão e a adição de mais resistores de pré-carga para diminuir ainda mais a corrente de *in-rush*.

Em 2022 foi concluído todo o projeto mecânico desta nova gaveta e todas as peças foram fabricadas internamente na ferramentaria do CNPEM para avaliar o resultado, que se mostrou adequado. Já foi colhido também o orçamento para fabricação de 20 unidades por uma empresa terceira. A Figura 504 mostra o projeto mecânico 3D da nova gaveta de comando e um protótipo operacional.



Figura 504 – Projeto mecânico 3D da nova gaveta de comando (esquerda) e protótipo operacional (direita).

Detecção de corrente de fuga (Leakage Current Detector Circuit – LDC)

De forma a ampliar a proteção de equipamentos, proteção pessoal e até incrementar diagnósticos, o projeto de uma eletrônica para detecção e monitoramento de correntes de fuga para o terra foi concluído. Modular e baseada em transdutor de corrente CTSR, a eletrônica foi prototipada e caracterizada e o resultado atendeu aos requisitos de proteção e de projeto. A Figura 505 mostra representações 3D da nova placa e um exemplo de resultado, onde o erro médio de uma unidade é comparado para diversas situações de operação várias vezes demonstrando boa repetibilidade.

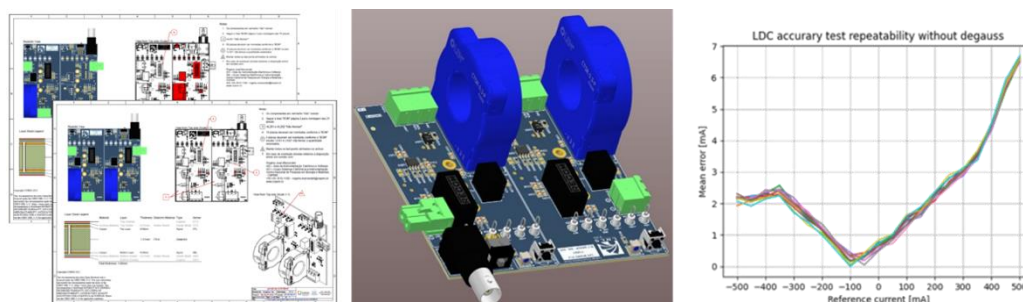


Figura 505 – Projeto elétrico e de fabricação das placas LDC (esquerda). Projeto eletrônico 3D das eletrônicas (centro) e exemplo de medida de repetibilidade onde o erro médio é avaliado em diferentes condições de corrente de fuga (direita).

Uma vez verificada a funcionalidade das eletrônicas, trabalhou-se na manufatura das demais unidades para instalação nas fontes do Sirius. Foram produzidas 100 unidades totais, com três montagens eletrônicas diferentes para atender a demanda de todas as fontes do Sirius, e inspeções visuais e testes automatizados garantiram a conformidade das unidades montadas externamente, sem nenhum item com defeito. A Figura 506 mostra exemplos de eletrônicas em teste já instaladas nas fontes do Sirius.

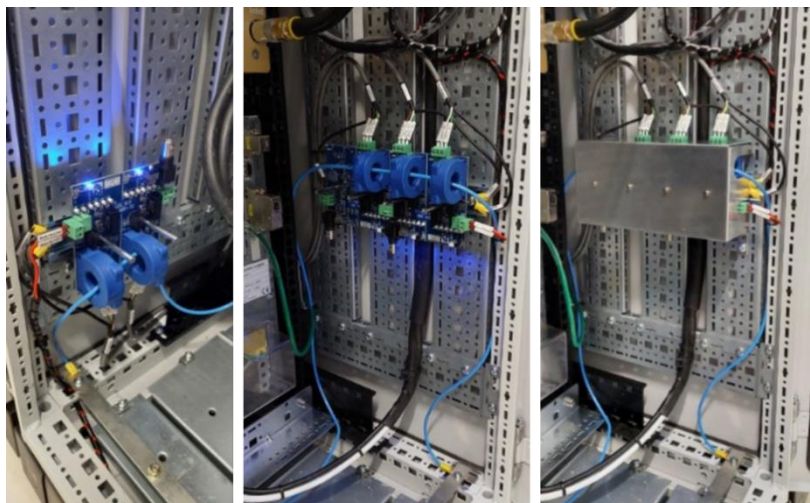


Figura 506 – Eletrônicas LDC instaladas nas fontes de alta potência do Sirius, em operação. A foto apresenta montagens com dois (esquerda) e três (centro) sensores. A foto à direita mostra o protótipo da caixa blindada para as eletrônicas.

Prosseguiu-se, então, com a instalação no Sirius, em fontes das linhas de transporte e Sala de Fontes. Atualmente, todas as unidades instaladas estão energizadas, mas encontra-se pendente a instalação em fontes de baixa potência, distribuídas pelas Salas de Rack. Essa instalação se dará futuramente ao longo de 2023, após um reprojeto do *backplane* das respectivas gavetas de DC-Link.

Para as eletrônicas LDC instaladas, a leitura de valores via *Interlock Interface Board* (IIB) está ativa e o sistema de proteção via *interlock* será habilitado em janeiro de 2023. Para algumas fontes, a leitura e habilitação da proteção serão feitos via controlador digital UDC, a ser implementado em 2023.

Placa de parâmetros (Backplane ID – BID)

Cada bastidor de controle de fontes (bastidor DRS) é único. Cada um deles tem sua função específica, conectado a cargas distintas e, assim, possuindo configurações distintas: nomes dos dispositivos, endereços seriais, coeficientes de controle, número de módulos e faixas de operação distintas. Esses parâmetros são armazenados localmente em cada controlador UDC, em uma memória não-volátil (EEPROM).

Configurações singulares podem tornar o processo de substituição dessas placas mais lento e sujeito a falhas, seja emergencial ou não. Dessa forma, visando aumentar a confiabilidade e agilidade de manutenções, existe a alternativa de instalar um banco de parâmetros externo, a placa de parâmetros BID, diretamente em cada bastidor. Isso faz com que qualquer controlador, ao iniciar, carregue as informações necessárias para que ambos os núcleos, ARM e DSP, operem de forma correta.

Tal solução já foi implementada em 2021 para as fontes de maior potência (FAC/FAP) na Sala de Fontes. Em 2022, aumentou-se a abrangência para as fontes de baixa potência (FBPs) e DCLinks das Salas de Rack e linhas de transporte, implementando as alterações necessárias em firmware para que esses controladores tenham a memória externa como prioritárias na busca dos

parâmetros. Tais alterações de *firmware*, inclusive, diagnosticaram e corrigiram dificuldades reportadas anteriormente como o travamento de LED *heart-beat* do painel e congelamento de leitura das tensões de entrada e saída dos módulos FBP.

Foram gravadas 269 BIDs, instaladas 151 unidades e na parada de janeiro/2023, pretende-se concluir a instalação delas em todos os bastidores de fontes do Sirius. A partir de então, todas as placas UDCs serão universais, intercambiáveis e de simples substituição. A Figura 507 mostra a placa de parâmetros, já conectorizada, instalada num bastidor de controle das fontes.



Figura 507 – Placa BID (direita) com banco de parâmetros individual das fontes do Sirius. As placas são instaladas diretamente em cada bastidor (esquerda) e isso permite que qualquer controlador quando se reinicie carregue as informações necessárias para o correto funcionamento sem necessidade de intervenção manual.

Aquisição de dados das fontes (scope) para medidas de ripple

Os controladores de fontes do Sirius possuem uma funcionalidade que pode se aplicar para diversos usos, denominada *Scope*. Trata-se de um *buffer* circular genérico de 4096 pontos (do tipo “*float*”) de amostras do núcleo DSP.

Para o preenchimento desse *buffer*, devem ser configuradas previamente a frequência (submúltipla da frequência de controle), duração (tempo em aquisição) de amostragem e a variável a ser monitorada. Nota-se que a combinação da frequência e duração de amostragem devem respeitar a profundidade do *buffer*. A Figura 508 mostra a interface de configuração para análise posterior dos dados deste *buffer*.

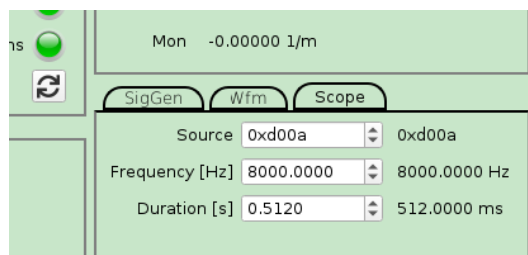


Figura 508 – Interface de configuração do *buffer* para análise do *buffer* circular presente nos controladores digitais das fontes do Sirius.

Usando a funcionalidade descrita, coletou-se leituras de corrente de fontes em operação nominal, de forma a tentar identificar a presença de ruídos associados a perturbações em 60 Hz observadas no feixe. A partir desses dados foi possível calcular o valor do ruído integrado (a

partir da densidade espectral de potência) para uma determinada fonte e comparar fontes diferentes de uma mesma família. O *script* foi validado e está operacional para Python 3.6.8. A Figura 509 mostra a análise do espectro de ruído integrado de uma fonte de quadrupolos em função da frequência e a comparação do ruído integrado para diversas fontes de corretores do Sirius.



Figura 509 – Espectro de ruído integrado da fonte QDA (esquerda). A comparação do ruído integrado para diversas fontes de corretores do Sirius (centro) mostra o ruído integrado médio da ordem de 25 ppm em relação ao fundo de escala das corretoras. Também apresentado o ruído integrado de várias fontes de alta potência, dipolos e quadrupolos (direita), que é sempre menor que 10 ppm. Todos os valores de ruído atendem às especificações de ripple das fontes de corrente.

Desenvolvimento e validação de proteção contra pulsos de sincronismo espúrios no firmware da placa de controle (UDC)

Todas as fontes do Sirius são ligadas ao sistema de sincronismo dos aceleradores. Isso é necessário para a realização do procedimento de ciclagem dos ímãs, que deve ser feito de forma síncrona em todos os magnetos ou para a realização da rampa de energia do *booster*, que pode alterar, em menos de 0.2 segundos, a corrente que circula nas fontes por aproximadamente uma ordem de grandeza.

Um ponto de atenção que se teve em 2022 foi em relação aos sinais ópticos de sincronização, provindos do Sistema de Sincronismo. Observou-se que, na malha de controle das fontes, quando há pulsos espúrios de sincronismo, pode haver perda de controle da corrente. Isso ocorre devido à geração de múltiplos sinais de interrupção para o atendimento de rotinas sincronizadas de ajustes de corrente.

A atuação em *firmware* para tratamento de pulsos espúrios, inicialmente ocorrendo na inicialização de sistemas de timing (AFC-Timing), impactou no aumento da robustez do controlador bem como no incremento de variável para eventuais diagnósticos.

Além de tratar apenas um pulso por ciclo de trabalho da fonte, o controlador disponibiliza a contagem de pulsos entre ciclos de trabalho. Essa nova funcionalidade, inclusive, ajudou na identificação de uma fibra defeituosa em bastidor de corretoras do anel. A Figura 510 mostra uma tela de osciloscópio onde um sinal que controla uma fonte é visto com e sem proteção contra pulsos espúrios. Observa-se claramente que na presença destes sinais de sincronismo espúrios, sem a proteção implementada, o sinal usado no controle da fonte é perturbado.

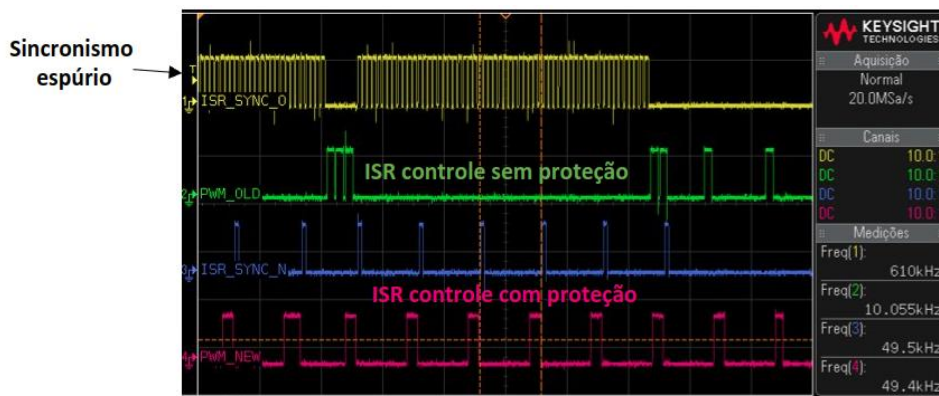


Figura 510 – Efeito danoso dos pulsos espúrios de sincronismo no sinal de controle da fonte de corrente.

Manutenção preventiva nas placas de controle de fontes (UDC)

Foi constatado, após três ocorrências de falhas semelhantes no ano (maio, julho e agosto) envolvendo os controladores de fontes do Sirius (UDCs), que há uma falha de esquemático/*layout* eletrônico, que consiste numa conexão não-ideal no circuito integrado que controla a camada física de comunicação *ethernet*. Essa conexão errônea não impede o funcionamento do dispositivo, mas ocasiona um desgaste lento, que o danifica permanentemente e impede o funcionamento do controlador. Visto que essas placas operam desde 2017, levou-se cinco anos para que a falha fosse percebida. Tal falha foi ocasionada por um erro na documentação do componente eletrônico da empresa Texas Instruments. O erro de documentações somente foi corrigido quando o projeto e a produção das eletrônicas já haviam sido finalizados. A Figura 511 mostra o componente responsável pela comunicação *Ethernet* danificado após anos de funcionamento ininterrupto.



Figura 511 – Efeito danoso dos pulsos espúrios de sincronismo no sinal de controle da fonte de corrente.

Essa investigação, juntamente com a solução de removê-lo e ter a placa operacional novamente, levou a uma campanha de remoção deste circuito integrado de todas as unidades em operação no Sirius, unidades reservas e de uso para desenvolvimento. Os trabalhos de substituição, reparo e preparo das placas UDC foram feitos aos poucos, inclusive em janelas de Estudos de Máquina do Sirius. A Figura 512 mostra uma pequena parte das eletrônicas que foram reparadas e estão em operação nos aceleradores.

Uma atividade relevante em 2022 foi suprimir um problema observado nas fontes comerciais que trabalham como elo DC para as fontes de alta potência do Sirius, da fabricante suíça Regatron. Foi identificado em uma das unidades que o plástico que faz o *gap* do núcleo do indutor de saída estava derretido, o que acabou danificando essa fonte. Depois de uma maior investigação foi observado que outras unidades apresentavam o mesmo problema e que realmente a temperatura nesses indutores estava muito acima do esperado.

Discussões com o fabricante indicaram que um problema na refrigeração é a causa raiz deste problema. Porém, mesmo com os racks operando com a porta frontal aberta em alguns casos, as temperaturas ainda continuam elevadas. Para mitigar esse defeito, foi instalado um ventilador no frontal da fonte que estava muito mais quente do que as outras e uma solução mais permanente está sendo estudada para ser aplicada a estas fontes comerciais. Neste meio tempo os indutores problemáticos serão substituídos. A Figura 515 mostra um exemplo de indutor sobreaquecido.



Figura 515 – Indutor da fonte comercial Regatron apresentando sinais de sobreaquecimento.

Automação e Sistemas de Intertravamento

O Sistema de intertravamento do Sirius, também denominado como sistema de *interlock*, foi projetado para garantir a integridade da máquina e a segurança das pessoas que trabalham direta ou indiretamente na mesma. Dessa maneira, esse sistema foi dividido em dois subsistemas, MPS (*Machine protection System* – Sistema de Proteção da Máquina) e PPS (*Personnel Protection System* – Sistema de proteção Pessoal). Controla um grande volume de sinais e está distribuído ao longo de toda a blindagem dos aceleradores, além das salas de *rack*, salas de fontes, conectividade e RF. Para atender este volume e dispersão de sinais, definiu-se uma arquitetura baseada em CLPs (Controladores Lógicos Programáveis), que permite a centralização do processamento das informações e lógicas de controle e a descentralização dos equipamentos para as leituras dos sinais e de controle dos dispositivos, através de componentes remotos: painéis remotos de controle e separação da infraestrutura por zonas, para centralização de sinais de entradas e saídas. Trata-se de produtos e dispositivos padrões de mercado, que trazem vantagens, tais como, redução de custo, facilidade de manutenção e de futuras expansões. Além disso, existe a certificação e homologação por normas internacionais quanto à arquitetura baseada e CLP, garantindo a confiabilidade do sistema.

Para ambos os subsistemas, MPS e PPS, foram selecionados CLPs da empresa *Rockwell Automation*, sendo que para o PPS, um CLP de Segurança adequado para segurança de pessoas foi definido e para o MPS, um CLP *standard* de alta performance foi definido.

Aumento da segurança do sistema

O Sistema de *Interlock* opera desde 2018 e está gradativamente passando por novas implementações e atualizações, sendo que em 2022 algumas intervenções foram feitas, por exemplo, para garantir a segurança do ponto de vista cibernético, ou seja, possíveis ataques *hackers*, o sistema de *Intelock*, que estava na rede de dados corporativa do CNPEM, foi movido para uma rede dedicada e isolada das demais.

Outra implementação realizada em 2022 ocorreu no sistema PPS, visando uma maior segurança das pessoas: um sistema de rastreabilidade, baseado em *tags* foi concebido, prototipado e está em fase de final de instalação. Por este sistema é possível saber se uma pessoa específica está acessando o túnel. Os blocos lógicos de controle para esse sistema de rastreabilidade já estão implementados na lógica dos CLPs do sistema. Ainda relacionado com o sistema de Rastreabilidade, foi implementado uma lógica para contagem de segurança de tempo de decaimento da radiação no interior do acelerador e posterior acesso ao túnel. A Figura 516 mostra a tela das interfaces homem-máquina (IHM) instaladas em cada uma das entradas de acesso ao acelerador.



Figura 516 – Tela de interface homem-máquina mostrando a contagem de tempo de segurança 6 horas necessária para acesso aos aceleradores após o desligamento dos equipamentos.

Também em 2022, para garantir que o sistema de *interlock* esteja sempre na melhor versão de *software* e *firmware*, de acordo com o fornecedor *Rockwell Automation*, todo o sistema foi atualizado para a versão 33, incluindo o aplicativo e todos os módulos.

Na medida em que a operação para usuários do Sirius avança e que a corrente armazenada tende a aumentar ao longo dos anos, assim como tende a aumentar a intensidade dos feixes de luz síncrotron presentes nas linhas de luz devido a novos dispositivos de inserção, novas implementações para aumentar a segurança geral do sistema vêm sendo desenvolvidas. O projeto final para bloqueio e monitoramento das aberturas das linhas de visada que são abertas e utilizadas durante o alinhamento dos aceleradores foi finalizado, conforme mostra a Figura 517. Estas aberturas somente poderão ser acessadas através de chaves especiais (*trapped-keys*) que foram instaladas no painel do *interlock* na sala de controle, conforme também visto na Figura 517. O sistema de monitoramento das visadas tem previsão de término para o primeiro

semestre de 2023, pois depende de acesso aos aceleradores para instalações e testes, bem como para posterior integração com o sistema de *interlock* PPS.



Figura 517 – Mecanismos de bloqueio e monitoramento das aberturas das linhas de visada (esquerda) e sistema de *Trapped-Key* para controle e liberação das aberturas das linhas de visada no painel de *interlock* da sala de controle.

Além do aumento da corrente armazenada e fluxo dos fótons, a operação dos aceleradores em modo *top-up* é esperada em 2023. Neste modo de operação as linhas de luz permanecem com os bloqueios de fótons abertos durante o processo de injeção, o que requer uma série de precauções adicionais de segurança por parte do sistema de intertravamento. Um dos fatores importantes para que a injeção em modo *top-up* ocorra e seja habilitada com segurança é que exista feixe previamente armazenado no acelerador.

Foi desenvolvido um sistema de medição de corrente do feixe de elétrons para integração ao sistema de *interlock* para permitir a injeção em modo *top-up* de forma segura. A leitura da corrente armazenada nos aceleradores é feita através de instrumentos passivos instalados ao longo das câmaras de vácuo dos aceleradores chamados de NPCTs (*New Parametric Current Transformer*), sigla em inglês para transformador paramétrico de corrente. O sinal elétrico proveniente dessa leitura é processado por um novo *hardware* com o mesmo padrão de segurança do sistema de intertravamento que montado em uma gaveta de 19 polegadas e foi instalado em um rack de instrumentação do Sirius, como mostrado na Figura 518. A lógica de controle para esse fim já foi incorporada aos CLPs do sistema de intertravamento.



Figura 518 – Sensor NPCT para leitura da corrente armazenada no Sirius (esquerda). No Sirius, para efeito de redundância, dois sensores NPCT operam simultaneamente. Detalhe interno do novo *hardware* de processamento dos sinais de corrente armazenada para liberação da injeção em modo *top-up* (centro). Rack de instrumentação com as eletrônicas de leitura de corrente e de intertravamento que permitirão a injeção em modo *top-up* de forma segura em 2023 (direita).

Integração com linhas de luz

Uma das dificuldades de integração entre anel e linhas de luz é que algumas falhas pontuais no sistema de vácuo de uma linha de luz, por vezes ocasionadas devido a manutenções ou testes, potencialmente podem interromper o funcionamento do acelerador, interferindo, portanto, na operação de todas as outras linhas de luz. Para a integração do sistema de vácuo do Sirius com o sistema de vácuo dos *front-ends* das linhas de luz alguns subsistemas estão em desenvolvimento, um deles, denominado “*front-end* máquina”, é integrado ao sistema de *interlock* MPS e visa reduzir ou eliminar essa condição indesejada onde uma linha de luz “derruba” a operação de todas as outras quando isto poderia ser evitado.

No tocante a este projeto foram instalados cabos de interligação e controle para os *front-ends* dos setores 6 ao 18, instaladas novas caixas de passagem em alguns setores do Sirius, foi realizada a adaptação e instalação dos painéis pneumáticos nas paredes de alguns setores, foram montados e conectorizados cabos dos sinais de interface dos *front-ends* das linhas Sabiá, Paineira, Carnaúba, Cateretê e Ema. Exemplos destas operações são mostrados Figura 519. A lógica de controle para esse fim já foi incorporada aos CLPs e, o mais importante, foi realizado o desenvolvimento da lógica de controle e troca de dados com as linhas de luz para reduzir a incidência de desligamento do feixe devido a falhas pontuais em linhas de luz, conforme exemplificado na Figura 520. A lógica de controle para esse fim está incorporada aos CLPs do sistema de intertravamento.



Figura 519 – Da esquerda para direita: cabos de interligação e controle para *front-ends* (esquerda), exemplo de nova caixa de passagem instalada no interior dos aceleradores do Sirius, novos painéis pneumáticos instalados para os *front-ends* e cabos de sinal já conectorizados para operarem junto a um *front-end* máquina sob testes (direita).

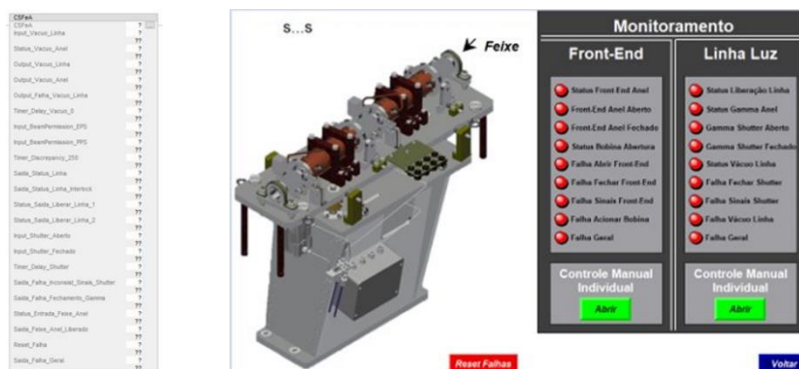


Figura 520 – Interface gráfica resultante da nova lógica de intertravamento que monitora sinais de falha de vácuo, dentre outros, de linhas de luz e do *front-end* máquina afim de minimizar interrupções da operação dos aceleradores.

Sistema de Controle de baixo nível

Os módulos do sistema de controle do Sirius foram aperfeiçoados, trabalho realizado por diversos grupos do CNEPM a fim de se garantir a operação, manutenção e confiabilidade da fonte de luz síncrotron.

BeagleBones – os nós do Sistema de Controle

Dentre os itens que englobam o sistema de controle, os nós de comunicação assumem grande responsabilidade ao interagir com diversos subsistemas. Muitos desses nós foram instalados no início das instalações em 2018 e sua operação e atualização é constantemente mantida recebendo *upgrades* com novas versões de *software* e/ou funcionalidades. Já pouco constante, novos nós podem ser incorporados à rede de controle caso haja necessidade de aumentar ou replicar a infraestrutura.

Uma configuração de *software* finalizada em 2022 é a inserção de todas as SERIALxxCONs no projeto para sua autoconfiguração, que atualizam seus IPs e *hostnames* automaticamente com base em sua subrede e equipamento conectado, além de rodar as aplicações necessárias para interface com o equipamento em questão. Tal implementação traz agilidade e facilidade de manutenção, seja corretiva ou preventiva, dependendo minimamente de intervenção humana. Assim como os controladores de fontes UDCs, esses nós do sistema de controle são universais, intercambiáveis e de simples substituição. A Figura 521 mostra um nó do sistema de controle sendo autoconfigurado na inicialização em poucos segundos, de forma automática.

```
05/07/2022 14:36:24 - (dhcpConfig) INFO - AUTOCONFIG enabled. Configuring DHCP.
05/07/2022 14:36:24 - (dhcpConfig) INFO - Ethernet service ethernet_f4844c14434f_cable
05/07/2022 14:37:48 - (detectEquipment) INFO - Iterating through possible devices ...
05/07/2022 14:37:48 - (detectEquipment) INFO - Searching...
05/07/2022 14:37:48 - (Devices) INFO - SIMAR
05/07/2022 14:37:49 - (Devices) INFO - SPIxCONV
05/07/2022 14:37:55 - (Persist) INFO - Persisting PRU_POWER_SUPPLY at /var/tmp/res.
05/07/2022 14:37:55 - (Persist) INFO - Persisting 6000000 at /var/tmp/baudrate.
05/07/2022 14:37:55 - (Persist) INFO - Device Identified!
05/07/2022 14:37:55 - (Persist) INFO - Persisting [{"device": 1, "name": "Power Supply", "baudrate": 600
0000, "details": {"PRU_POWER_SUPPLY": "PS model FBP, Connected: [1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8]. Names: ['SI-11
12:PS-QFP/SI-11M2:PS-QDP1/SI-11M2:PS-QDP2', 'SI-12M1:PS-QFB/SI-12M1:PS-QDB1/SI-12M1:PS-QDB2', 'SI-11M1:
PS-Q5/SI-11M2:PS-Q5']", "time": "2022-07-05 14:37:55.932557"}
]
at /opt/device.json.
05/07/2022 14:37:58 - (BBB) INFO - Node configuration file read successfully.
05/07/2022 14:37:58 - (BBB) INFO - Node configuration file updated successfully.
05/07/2022 14:37:58 - (AutoConfig) INFO - <bbb.BBB object at 0xb63ca6d0>
05/07/2022 14:37:59 - (AutoConfig) INFO - Found a compatible device in spreadsheet: {'BBB_IP_1': '10.12
8.111.121', 'BBB_IP_2': '', 'BBB_HOSTNAME': 'IA-11RaCtrl:CO-PSCtrl-SI1', 'DEVICE_TYPE': 'PowerSupply',
'DEVICE_ID': [1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8], 'DEVICE_NAME': 'SI-11M2:PS-QFP, SI-11M2:PS-QDP1, SI-11M2:PS-QDP2
, SI-12M1:PS-QFB, SI-12M1:PS-QDB1, SI-12M1:PS-QDB2, SI-11M1:PS-Q5, SI-11M2:PS-Q5'}. Proceed with BBB co
nfiguration!
05/07/2022 14:37:59 - (AutoConfig) INFO - BBB hostname: IA-11RaCtrl:CO-PSCtrl-SI1
05/07/2022 14:38:00 - (AutoConfig) INFO - BBB IP: 10.128.111.121
05/07/2022 14:38:00 - (BBB) INFO - Updating current ip address from 10.128.111.209 to 10.128.111.121, m
ask 255.255.255.0, default gateway 10.128.111.1.
05/07/2022 14:38:00 - (BBB) INFO - Changing current IP address from 10.128.111.209 to 10.128.111.121
05/07/2022 14:38:13 - (BBB) INFO - Node configuration file read successfully.
05/07/2022 14:38:13 - (BBB) INFO - Node configuration file updated successfully.
root@IA-11RaCtrl--CO-PSCtrl-SI1:~#
```

Figura 521 – Nó do sistema de controle sendo monitorado durante processo de autoconfiguração.

Em 2022 também se destaca a mudança de modo de configuração de rede das unidades que atuam nos Sistemas Pulsados. *BeagleBones* que controlavam gavetas de controle dos ímãs *septa* e *kickers* tinham seus respectivos IPs definidos pelo servidor, via DHCP. Por padronização e dificuldades com a configuração de rede, agora, as gavetas são configuradas com IPs estáticos e definidos através de uma memória não-volátil incorporada na gaveta que indica qual é o respectivo magneto. Sendo assim, esse subsistema passa a fazer parte de *BeagleBones*

autoconfiguráveis desde maio de 2022, data da parada de máquina onde as modificações foram aplicadas.

Com o objetivo de ampliar o monitoramento da saúde desses nós, foi aperfeiçoado o projeto BBBread, incrementando novas funcionalidades, como visualização de *logs*, uso de memória e agrupamento de unidades que controlam fontes de corrente. Esse serviço, mostrado pela Figura 522, é consultado via web e há integração com o Microsoft Azure, onde apenas usuários conectados através de uma conta Microsoft/CNPEM podem fazer atuações em alguma das 325 BeagleBones monitoradas.

IP	Hostname	Power Supplies	Status	Role
10.128.116.121	IA-14RaCtrlCO-PSCH-SI1	SI-14M2-PS-QFB, SI-14M2-PS-QDB1, SI-14M2-PS-QDB2, SI-17M1-PS-QFA, SI-17M1-PS-QBA	Connected	Primary
10.128.108.131	IA-08RaCtrlCO-PSCH-SI3	SI-08C1-PS-Q1, SI-08C1-PS-Q2, SI-08C2-PS-Q3, SI-08C2-PS-Q4, SI-08C4-PS-Q1, SI-08C4-PS-Q2	Connected	Primary
10.128.110.105	IA-10RaCtrlCO-PSCH-BO	BO-35U-PS-CH, BO-35U-PS-CV, BO-35U-PS-CH, BO-35U-PS-CV	Connected	Primary
10.128.114.121	IA-14RaCtrlCO-PSCH-SI1	SI-14M2-PS-QFB, SI-14M2-PS-QDB1, SI-14M2-PS-QDB2, SI-19M1-PS-QFP, SI-19M1-PS-QDP1	Connected	Primary
10.128.116.105	IA-14RaCtrlCO-PSCH-BO	SI-19M1-PS-QDP2, SI-14M1-PS-QS, SI-14M2-PS-QS, SI-145B-PS-CH-1, SI-145B-PS-CH-2	Connected	Primary
10.128.131.118	PA-RaPSE05-CO-PSCH-BO2	BO-35U-PS-CH, BO-35U-PS-CV, BO-41U-PS-CH, BO-41U-PS-CV	Connected	Primary
10.128.114.105	IA-14RaCtrlCO-PSCH-BO	PA-RaPSE01-PS-DCLink-BO, PA-RaPSE02-PS-DCLink-BO, PA-RaPSE03-PS-DCLink-BO	Connected	Primary
10.128.132.107	PA-RaPSE04-PS-DCLink-SI	PA-RaPSE04-PS-DCLink-BO, PA-RaPSE05-PS-DCLink-BO, PA-RaPSE06-PS-DCLink-BO	Connected	Primary
10.128.106.104	IA-04RaCtrlCO-DCLink-CH1	SI-Fam-PS-B1B2-1, SI-Fam-PS-B1B2-2	Connected	Primary
		IA-06RaPSE01-PS-DCLink-SI, IA-06RaPSE02-PS-DCLink-SI	Connected	Primary
		SI-08C1-PS-Q1, SI-08C1-PS-Q2, SI-08C2-PS-Q3, SI-08C2-PS-Q4, SI-08C4-PS-Q1, SI-08C4-PS-Q2		

Figura 522 – Serviço de monitoração em tempo real dos nós do sistema de controle.

Detecção de pequenos vazamentos em berços do Sirius

Houveram avanços no projeto de um sistema que visa detectar pequenos vazamentos no anel de armazenamento do Sirius que podem provir da refrigeração a água dos eletroímãs. O sistema utiliza sensores capacitivos alocados nos berços do anel e conectados à uma linha de transmissão coaxial casada, causando descasamento nesta linha na presença de líquido em seu dielétrico. Em 2022 foram implementadas modificações e atualizações no *firmware* do sistema embarcado do detector, que já contava com uma unidade funcional (testada em bancada com capacitores de prateleira no lugar dos sensores). Foram também fabricados e testados em bancada alguns sensores capacitivos, que têm tiras de papel mata-borrão como dielétrico (para absorver a água) e fita de alumínio como uma de suas placas paralelas, sendo a outra placa realizada pela superfície dos berços.

Os sensores fabricados, bem como cabos coaxiais para interconexão, foram instalados ao longo do trecho 3 do anel de armazenamento, como mostrado na Figura 523, para realização de testes e estudos de projeto. Experimentos de detecção “a seco” (causando reflexão na linha sem uso de água) foram realizados e ocorreram também discussões sobre propostas para canalizar a água desde os pontos de possível vazamento até os sensores. No momento, o desenvolvimento deste projeto encontra-se temporariamente pausado.



Figura 523 – Sensores de vazamento para pequenos volumes de água instalados nos berços do setor 3 do anel de armazenamento.

Biblioteca PyDRS e ambiente de testes de fontes na Sala de Integração do grupo SEI

Ambientes de testes e desenvolvimentos são tão importantes quanto unidades de hardware em operações e aplicações de software em produção. De modo a aperfeiçoar essas ferramentas e melhorar o processo de desenvolvimento para posterior aplicação no Sirius, trabalhou-se no módulo Python de interface com as fontes, o PyDRS e na implantação de um servidor local na sala do grupo SEI e o *deploy* de um IOC idêntico ao utilizado em fontes do Sirius.

O módulo PyDRS, amplamente utilizado por grupos que trabalham com as fontes desenvolvidas no LNLS/CNPEM, contou com diversas melhorias, inclusões de funcionalidades e reestruturação, permitindo também a conexão direta com sockets TCP/IP além de portas seriais. Testes unitários começaram a ser descritos.

Rodando IOCs idênticos aos do Sirius e sendo possível atuar neles (pausar, reiniciar, modificar tipo de fonte, etc), há possibilidade de uma investigação de eventuais problemas com maior agilidade, uma vez que tudo pode ser feito em bancada, sem necessidade de aguardar períodos de manutenção ou valiosas janelas de estudos de máquina para testes em ambiente real de operação.

Projeto SIMAR

O projeto de um Sistema de Monitoramento e Atuação em Racks do Sirius (SIMAR) visa, principalmente, o monitoramento do ambiente de operação de equipamentos de diversos subsistemas essenciais para a geração de luz síncrotron. Um pequeno sobreaquecimento ou portas abertas gerando acúmulo de poeira, por exemplo, pode encurtar a vida útil ou gerar falhas precoces em dispositivos.

Em fase de prototipagem final no início do ano, teve-se como objetivo a ampliação do sistema para todos os *racks* de Engenharia do Sirius. Sensores de temperatura e pressão monitoram, direta ou indiretamente, a situação de racks. Por padronização e pela relação custo-benefício, optou-se pela *BeagleBone* como parte principal do sistema. Centralizando os dados tem-se um banco de dados Redis, ponto de conexão com IOC EPICS para integração dos valores ao Sistema de Controle do Sirius.

Produziram-se novas unidades controladoras e sensores para atender todos os racks foram preparados, sendo o invólucro mecânico projetado e produzidos todos *in-house* em uma impressora 3D, economicamente mais interessante.

Atualmente, mais da metade dos ambientes da engenharia contam com monitoramento. Apenas as salas de rack 01 a 09 e sala de RF não contam com o monitoramento, embora os sensores já estejam cabeados e posicionados em todos os racks. A escassez de componentes eletrônicos no mercado gerou um atraso para finalização das unidades controladoras. A previsão de aumentar a abrangência e atender todos os racks é o primeiro trimestre de 2023.

A atuação em tomadas e monitoramentos da rede elétrica foi alvo de estudo. Prototipou-se uma régua de tomada com 7 plugs, sendo possível obter valores de tensão da rede, status (on/off) e corrente de cada ponto, frequência e fator de potência aproximados e ocorrência de *glitches* na rede. Otimizações serão levantadas e conversas com possíveis interessados estão sendo endereçadas, com possível instalação de mais unidades em 2023.

Para a visualização de dados e interface com o usuário, desenvolveu-se uma API e uma interface *web*, onde consultas podem ser realizadas livremente e atuações somente para usuários logados via Microsoft Azure/CNPEM. Tradicionalmente, é possível visualizar os históricos pelo arquivador do Sirius, como mostrado na Figura 524.

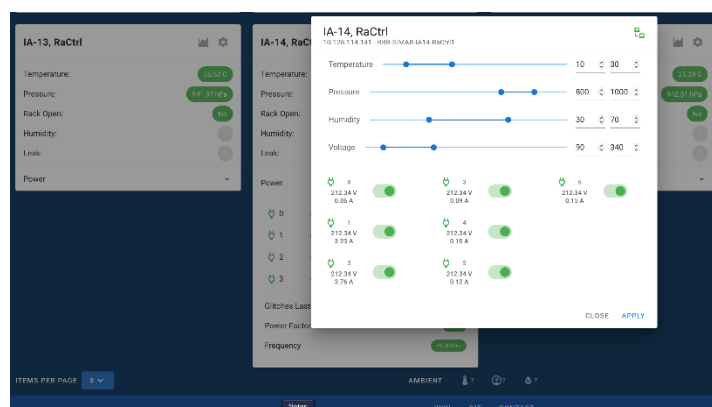


Figura 524 – Interface gráfica Web para consulta de dados do sistema SIMAR, de monitoração e atuação em racks do Sirius.

Pensou-se também em monitoramentos provisórios de temperatura e em locais com infraestrutura de rede limitada. Para isso, uma versão mais enxuta, wireless e com apenas um sensor de temperatura/umidade/pressão foi fabricado: o miniSIMAR, operando com uma *BeagleBone Wireless*.

Operando de forma dinâmica para mapear os valores em variáveis EPICS genéricas, o miniSIMAR se conecta à rede *wireless* corporativa, necessitando apenas de um ponto de alimentação para operação. O miniSIMAR também já foi utilizado para outras aplicações, como medida de umidade na sala do grupo de Proteção Radiológica, monitoramento das condições de temperatura e umidade do prédio IMAS-1 onde há diversos equipamentos e itens em estoque, conforme mostra o gráfico da Figura 525.



Figura 525 – Monitoração de temperatura e umidade de uma área de estoque durante duas semanas realizada pelo equipamento miniSIMAR.

Pensando em miniaturizar ainda mais o projeto e otimizar custos, há um estudo em andamento para uso do embarcado ESP32 como inteligência para monitoramentos provisórios, podendo, eventualmente, ser alimentado via bateria. O SIMAR trouxe informações que contribuíram ativamente para os estudos de ventilação/refrigeração das salas de rack, dentre outras atividades.

Força tarefa de Monitoramento de estabilidade sugestão

Ao longo do ano de 2022, diversas atividades foram conduzidas para manutenção, revisão e análise dos dados provenientes dos sistemas de monitoramento de estabilidade do Sirius, com o objetivo de compreender o efeito das diversas fontes de perturbação na fonte de luz síncrotron. Os estudos englobaram fenômenos muito lentos, como o efeito das oscilações de temperatura, efeito de marés terrestres, até fenômenos rápidos, como a investigação do ruído eletromagnético de 60 Hz observado no feixe de elétrons em ambos os planos transversais da órbita.

Força tarefa de estabilidade

Muitos grupos do LNLS e da Engenharia e Tecnologia do CNPEM estão envolvidos num esforço para compreender e reduzir as perturbações da estabilidade da fonte de luz síncrotron. É comum nos primeiros anos de operação de aceleradores deste tipo que empreitadas como esta ocorram, envolvendo muitas frentes. O marco mais importante atingido em 2022 é a operação do sistema FOFB, sigla em inglês para sistema de *feedback* de órbita rápido (*Fast Orbit Feedback System*).

A Busca pelas principais fontes de perturbação em torno de 60 Hz e as interferências de longo prazo em linhas de luz com período de 24 horas estão também associadas à variação diária da temperatura externa e estão sendo investigadas.

Monitoramento da estabilidade do prédio

O comportamento do prédio vem sendo monitorado desde que se descobriu que a operação de um poço semiartesiano afeta, mesmo que micrometricamente, a estabilidade do solo sob o prédio do Sirius. Como este poço abastece com água potável todo o campus, a desativação desta fonte de perturbação não é algo simples.

Durante o primeiro semestre de 2022 um novo modo de operação da bomba que controla este poço foi implementado, bomba esta que, ao invés de operar sendo controlada pelo nível das caixas d'água do CNPEM, opera com um ciclo de trabalho constante e com acionamento a cada 10 minutos, independentemente do nível das caixas.

Os resultados foram satisfatórios, como pode ser visto na Figura 526. A estabilidade do prédio é avaliada através de uma rede de sensores hidrostáticos instalada ao redor do acelerador e através da observação do sinal de radiofrequência dos aceleradores, que é usado para corrigir o perímetro médio do anel de armazenamento. Percebeu-se que estas variáveis respondem de forma coerente com a estabilidade do prédio.

Está em processo de execução a desativação do poço próximo ao Sirius e a reativação de um poço localizado próximo à ferramentaria do CNPEM, para que assim todas as influências sejam mitigadas. Tal atividade aguarda alvarás dos órgãos competentes para que possa ser iniciada.

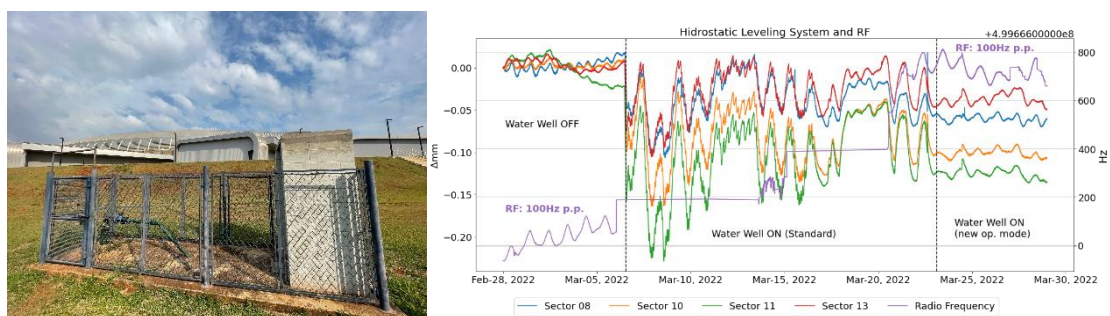


Figura 526 – Poço semiartesiano a 20 m do prédio do Sirius (esquerda) e comparação entre dados provenientes do sistema HLS e dos sistemas de RF sob influência de diferentes modos de operação da bomba do poço semiartesiano.

O sistema de nível hidrostático, cujo sensor individual é mostrado na Figura 527, teve sua tubulação limpa, recebeu novas mangueiras plásticas e teve todo o volume de água desmineralizada trocado em virtude da presença de algas que já estavam comprometendo o correto funcionamento do sistema. Uma empresa terceirizada foi contratada para manutenção semestral da água por meio da aplicação de químicos. Adicionalmente, em conjunto com uma empresa de desenvolvimento parceira, um novo sensor de nível hidrostático com funcionamento mecânico baseado em sensores indutivos está sendo avaliado. Foram realizados testes de validação do sensor utilizando um sistema de movimentação hexápode da linha de luz EMA. Os dados apresentados não foram satisfatórios e novas implementações nos sensores estão sendo realizadas.

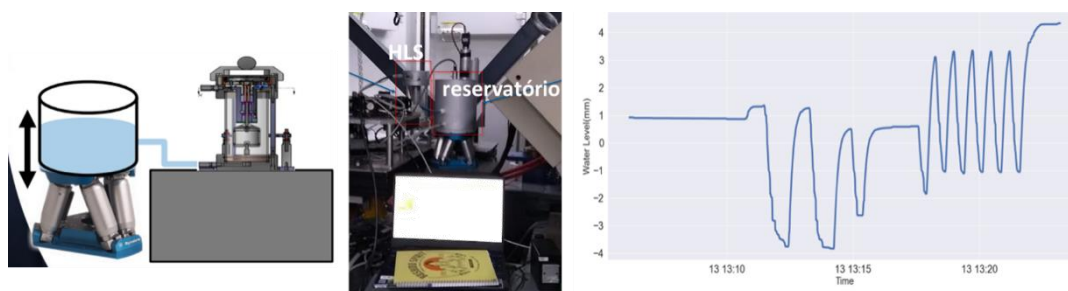


Figura 527 – Desenho esquemático utilizado nos testes de bancada na linha EMA, com o sistema de movimentação hexápode (esquerda). Foto do setup de medida (centro) e exemplo de varredura para avaliar a linearidade e repetibilidade do sensor da Setup Automação (direita).

Refrigeração para as salas de rack da área de engenharia dos aceleradores

Os aproximadamente 500 metros da blindagem interna do Sirius são compartilhados por 20 salas de instrumentação, chamadas de salas de rack, cuja função é abrigar os equipamentos eletroeletrônicos necessários para o funcionamento dos aceleradores. Cabos de sinal, potência e radiofrequência interconectam os racks e painéis nestas salas aos equipamentos no interior da blindagem dos aceleradores.

As únicas interfaces das salas de *rack* com o prédio são as portas de entrada, mas como a carga térmica interna não é desprezível, ocorre elevação de temperatura no interior das salas, comprometendo a vida útil de alguns sistemas. A Figura 528 exemplifica a temperatura no interior do painel do sistema de *interlock* 109 no momento da ocorrência de uma falha.

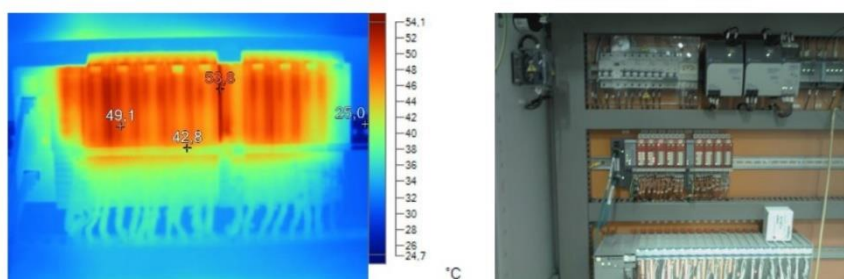


Figura 528 – Distribuição de temperaturas no interior do painel elétrico de sensores e atuadores remotos número 109 do sistema de *interlock* (esquerda). Na foto (direita) vê-se os componentes afetados com a elevação de temperatura ambiente no interior do painel, que está no limite máximo recomendado pelo fabricante.

Para manter a temperatura das salas dentro de parâmetros aceitáveis de funcionamento, foi desenvolvido um protótipo para as salas 19 e 20, conforme mostra a Figura 529, com sistemas de insuflamento forçado de ar do hall e saída de ar quente por convecção natural pelo teto das salas. Com essa troca de ar interna nas salas de *racks*, pretende-se circular ar resfriado do *hall*, que em média está a 24 °C, dentro dos *racks*, e exaurir esse ar quente que sai pela parte superior dos *racks* diretamente para o *hall*, através do teto das salas, permitindo assim que parte da carga térmica gerada no interior das salas contribua como carga térmica para o sistema de ar condicionado do prédio que controla a temperatura do *hall* experimental, que hoje trabalha com carga térmica mínima, dificultando assim o ajuste da malha de controle do sistema. Desse

modo a redução da temperatura interna das salas contribuirá para o controle do sistema de temperatura do hall experimental.

Pretende-se tomar o ar do *hall* a 24 °C, fazer a troca térmica dentro das salas de racks e exaurir um ar para o hall em torno de 27,5 °C. O protótipo iniciou pelas salas de racks 19 e 20, pois trata-se da sala com condições desfavoráveis em termos de estabilidade térmica, uma vez que está faceada com a parede do LINAC, conta com um quadro elétrico de grandes proporções e tem volume reduzido, não tendo grande volume de circulação de ar frio do *hall* passando pelas portas. O protótipo foi iniciado e está em fase de análise e execução de ajustes de melhorias, com previsão de finalização dessa fase no primeiro trimestre de 2023. Após a conclusão destes protótipos, outras salas serão executadas em sequência, seguindo uma ordem de prioridade baseada na criticidade de cada sala.



Figura 529 – Protótipo para redução de temperatura das salas de rack baseado em insuflamento de ar frio do hall experimental.

Melhorias no sistema de ar-condicionado do Sirius

O sistema de controle do ar-condicionado do túnel dos aceleradores manteve-se estável após os melhoramentos feitos ao longo de 2021. O perímetro médio de aproximadamente 500 metros do túnel blindado dos aceleradores é refrigerado por 10 sistemas tipo fancoil controlados separadamente. Cada um destes 10 setores é controlado pela média de 8 sensores instalados nas paredes interna (do *booster*) e externa (dos *front-ends*) dos aceleradores. As saídas de insuflamento são distribuídas ao longo de todo o perímetro, como mostra a Figura 530, e as entradas de retorno para a circulação de ar ficam instalados em dutos sobre cada em cada uma das portas que dão acesso ao túnel dos aceleradores.



Figura 530 – Dutos de insuflamento de ar do sistema de ar-condicionado do túnel dos aceleradores.

Ao longo de 2022, intensificou-se a análise de dados de temperatura do túnel. Além destes 80 sensores, 8 em cada um dos 10 setores do túnel, os aceleradores possuem centenas de outros sensores de temperatura espalhados ao longo da blindagem e adicionalmente, sensores de

temperatura de diversos tipos embutidos no concreto do piso do prédio sob os aceleradores e sob o piso do *hall* experimental, estes últimos divididos em e níveis: sensores embutidos próximos ao piso, a 15 cm da superfície e em mais duas camadas, separadas de 30 cm dos primeiros sensores. A Figura 531 mostra o *layout* dos sensores de temperatura embutidos no piso de concreto do prédio, assim como, exemplifica as variações de temperatura observadas no interior do piso, usualmente com periodicidade diária ou mais lentas e com amplitudes, na maioria dos casos, de poucos décimos de graus Célsius.

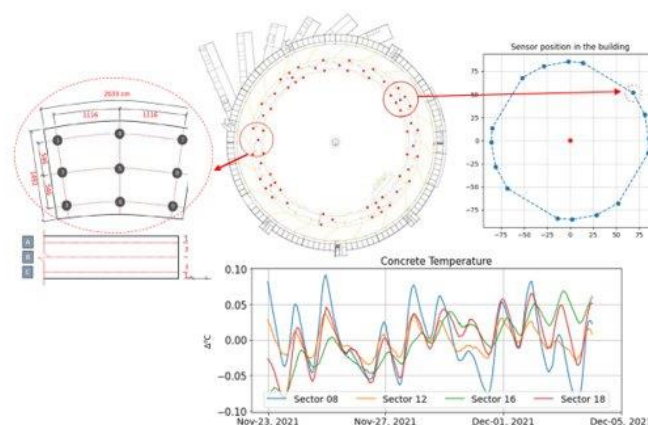


Figura 531 – *layout* da distribuição dos sensores de temperatura sob o piso de concreto dos aceleradores e as típicas variações de temperatura que se tem dentro do concreto, de décimos de graus Célsius.

Fora da blindagem dos aceleradores, dentro do ambiente do *hall* experimental, o *layout* do sistema de ar-condicionado é parecido: 40 máquinas do tipo fancoil agrupadas em 10 grupos de 4 controlam a temperatura do prédio, que é então dividido em 10 setores isolados. Assim como no túnel, 10 grupos de 8 sensores são usados para o fornecer a média das 10 regiões do prédio, a serem controladas.

A análise destas centenas de sensores permitiu compreender a influência do sistema de ar-condicionado do prédio sobre a estabilidade dos aceleradores. A Figura 532 mostra o *layout* da distribuição dos sensores dos sistemas de ar-condicionado do túnel dos aceleradores e do prédio do Sirius.

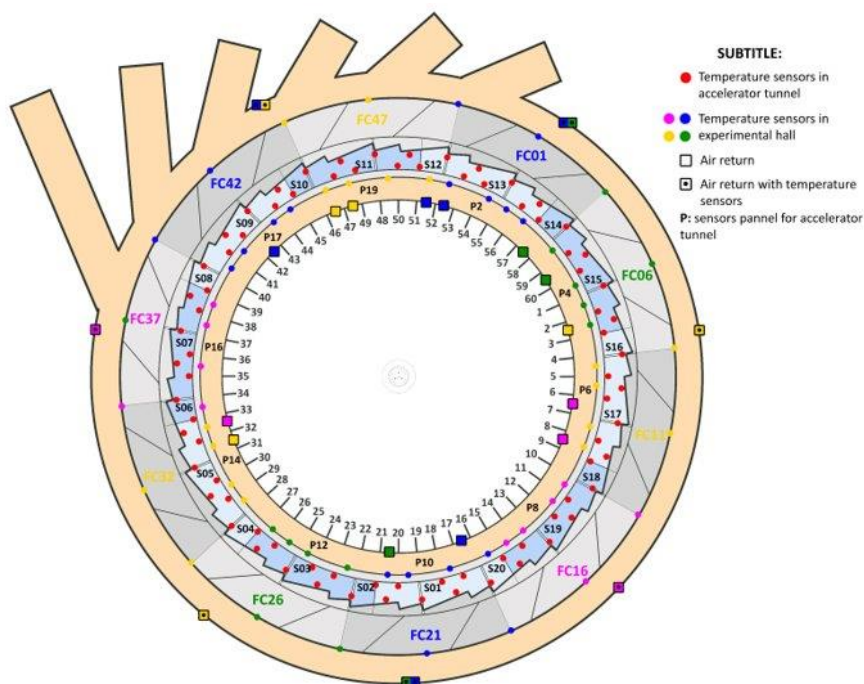


Figura 532 – layout da distribuição dos sensores de temperatura dos sistemas de ar-condicionado do túnel dos aceleradores e do prédio do Sirius.

Usando os sensores mostrados na Figura 531 desenvolveu-se um modelo de expansão do anel de concreto com base nas variações de temperatura medidas por sensores do tipo NTC colocados em várias camadas de concreto e dispostos ao longo do perímetro do edifício, considerando expansão térmica linear na direção radial. Inicialmente, estimou-se a posição média dos sensores de temperatura em cada setor da edificação com o objetivo de estimar o movimento de cada região a partir do deslocamento radial de um respectivo ponto. O resultado mostrou gráficos de correlação como os mostrados na Figura 533, onde é possível observar que o valor dos ajustes no gerador de RF (curva vermelha, eixo direito) está muito próximo do modelo teórico desenvolvido. Fatores de correlação cruzada sempre maiores que muito maiores que 90% são encontrados em todos os períodos analisados. Por menores que sejam as oscilações de temperatura dentro do concreto, sempre correlacionadas com a temperatura ambiente, os efeitos são percebidos pela fonte de luz síncrotron.

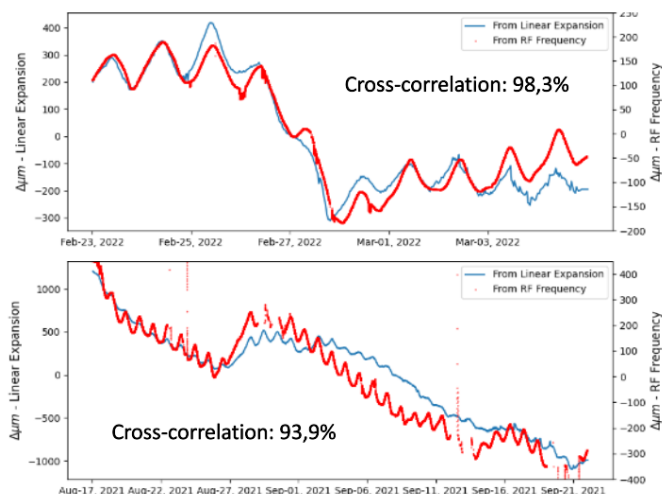


Figura 533 – Observação da variação de perímetro do anel de armazenamento tanto pelo sinal de radiofrequência que é usado para compensar variações reais de perímetro (curvas vermelhas, eixo direito), quando pelo modelo teórico baseado em expansão térmica do concreto (curvas azuis, eixo esquerdo).

Os dados obtidos em experimentos e observações como os mostrados pela Figura 533 nos direcionaram os esforços para uma campanha de otimização do sistema de ar-condicionado do hall experimental, já que todo o prédio, não só o túnel dos aceleradores, influencia na estabilidade dos aceleradores. As análises preliminares das temperaturas dos sistemas de ar-condicionado do túnel mostram estabilidade na maior parte do tempo em 2022, embora eventos isolados de perda de controle ainda existam. Já para o *hall* experimental, os dados mostram que existe margem para melhoramentos. As Figura 534, Figura 535 e Figura 536 mostram uma situação ótima de controle no túnel dos aceleradores, uma situação com ocorrência de pequenos desvios no túnel e um exemplo típico de controle de temperatura no *hall* experimental, respectivamente.

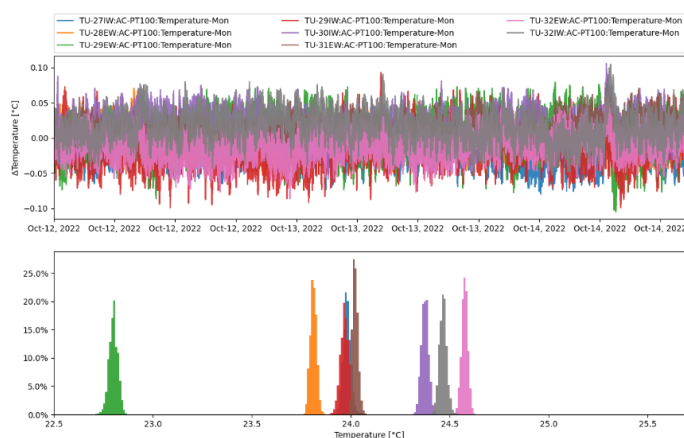


Figura 534 – Observação dos oito sensores de temperatura (de 27 a 32), de um dos dez fancoils de controle do sistema de controle de ar-condicionado do túnel dos aceleradores. A menos dos offsets de temperatura, que por ora estão em fase de calibração, a estabilidade está dentro da faixa de ± 0.1 °C.

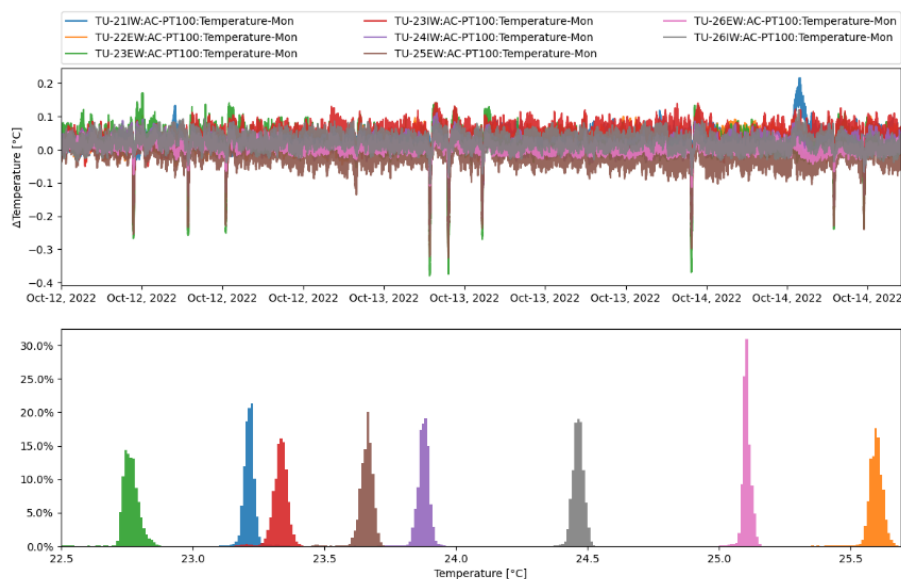


Figura 535 – Observação dos oito sensores de temperatura (de 21 a 26), de um dos dez fancoils de controle do sistema de controle de ar-condicionado do túnel dos aceleradores. Além dos offsets de temperatura, em fase de calibração, ocorrem eventos onde a janela ótima de estabilidade de ± 0.1 °C é comprometida.

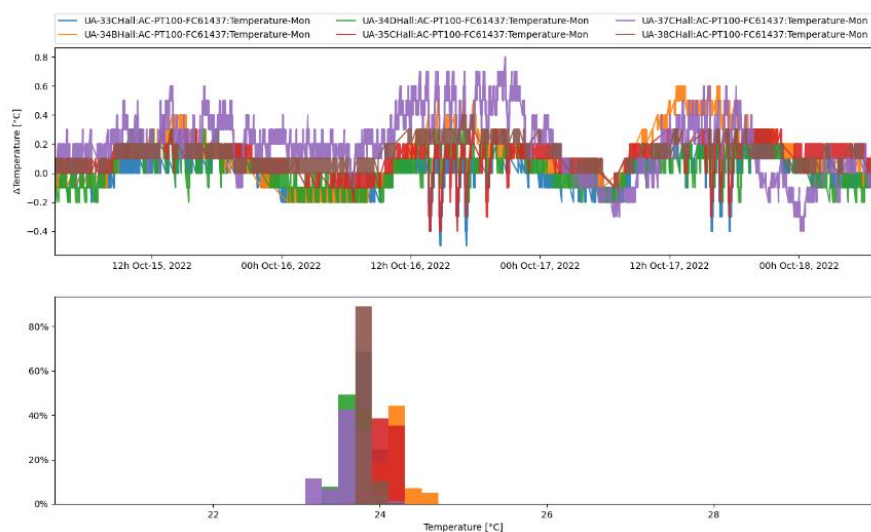


Figura 536 – Observação de seis dos oito sensores de temperatura de um dos dez fancoils de controle do sistema de controle de ar-condicionado do hall experimental. A meta de estabilidade de ± 0.5 °C é atingida, embora acredite-se que estes parâmetros precisarão de revisão, haja visto as oscilações corroboradas pelos modelos de expansão térmica do concreto.

Os próximos passos em 2023 compreendem a continuação da revisão do sistema de controle do ar-condicionado do hall experimental, a finalização da refrigeração das salas de rack e melhoramentos no controle dos fancoils do hall experimental, principalmente. Uma parte importante dos trabalhos é a finalização de uma ferramenta automática de análise de dados que permitirá identificar sensores problemáticos ou outras questões com o sistema de maneira prematura e com mínima intervenção humana.

Investigações sobre perturbações de órbita rápidas

Entre as perturbações com escalas de tempo que variam de poucos segundos a milissegundos, as interferências de 2 Hz e 60 Hz aparecem tanto no plano horizontal quanto no plano vertical em todos os sensores de posição de feixe (BPMs), e são as de maior impacto nas estações experimentais. Os 2 Hz e seus harmônicos são visíveis no feixe armazenado quando o *booster* está operando, portanto, esse é um problema que deve ser minimizado em breve, já que a operação em modo *top-up* está prevista para 2023. As perturbações na frequência da rede elétrica, 60 Hz, estão sempre presentes e são a principal fonte de ruído no espectro do feixe, inclusive no plano longitudinal.

A primeira abordagem para investigar os distúrbios de 2 Hz e 60 Hz foi identificar esses componentes de frequência nas fontes de alimentação dos aceleradores. Todas foram projetadas internamente e fabricadas por empresas locais.

O conjunto total das fontes é dividido em três categorias, as fontes de baixa potência, que alimentam os ímãs corretores e *trim-coils*, as fontes de alta potência, que alimentam os ímãs do anel de armazenamento e linhas de transporte e as fontes de alimentação AC, que alimentam os magnetos do *booster*. Todas estas fontes operam com controladores digitais que permitem customizações em suas malhas de controle, o que auxiliou nos testes.

As fontes de baixa potência podem fornecer correntes bipolares de até 10 A, na largura de banda de 1 kHz com especificação de *ripple* de 20 ppm (de 0,1 Hz até 3 kHz) e estabilidade de 100 ppm. Quatro fontes de baixa potência compartilham o mesmo bastidor, junto com seu DCCT (sensor de corrente), conversor AD e controlador. O bastidor é alimentado por um DC-Link externo, uma fonte de alimentação pronta para uso da TDK-Lambda.

As fontes de alta potência são monopolares e podem fornecer correntes de até 400 A, e usam dois conversores *buck* intercalados em paralelo para reduzir o *ripple* de saída. A especificação para essas fontes é de 20 ppm para estabilidade e *ripple*. Esses módulos também são alimentados por uma fonte de alimentação externa pronta para uso, modelo TopCon Quadro, da Regatron.

As fontes de alimentação CA são bipolares tanto em corrente quanto em tensão, mas na operação normal somente corrente monopolar é utilizada. Elas podem fornecer correntes de até 1100 A em ciclos de 2 Hz com uma especificação de 100 ppm para *ripple* e estabilidade. Esses conversores de potência possuem um estágio de entrada que elimina componentes de 2 Hz e harmônicos da corrente de entrada; isso é feito usando bancos de capacitores de alto valor.

A Figura 537 mostra algumas fontes de alimentação usadas no Sirius. Vários testes foram realizados com o feixe mostrando evidências de que fontes individuais ou pequenos grupos de fontes de alimentação não são a fonte do ruído de 2 Hz e 60 Hz que vemos no feixe. Os harmônicos de 60 Hz e eventualmente de 2 Hz são visíveis na saída das fontes, mas sempre muito abaixo das especificações de poucas dezenas de ppms. A Figura 538 mostra um exemplo destas medidas de *ripple* realizadas em grande parte das fontes.



Figura 537 – Da esquerda para a direita, foto da sala de fontes (esquerda), fontes de alta potência AC do booster, bastidor de fontes de baixa potência e DC-link usado nas fontes de baixa potência (direita).

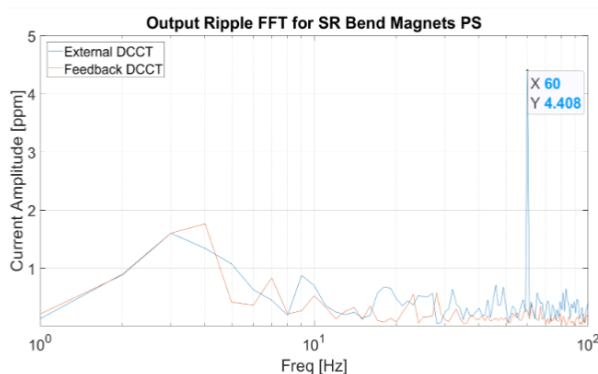


Figura 538 – Medida de ripple na fonte dos dipolos do anel de armazenamento mostrando somente poucas unidades de ppm de ruído na frequência de 60 Hz.

Um dos testes mais conclusivos foi o de desligar fontes em grupos, quando possível. As fontes de alimentação de baixa potência, quando desligadas, família por família, com feixe armazenado, não mostraram evidências de que pudessem ser a causa da contaminação de 60 Hz. Isso foi feito também para as bobinas de compensação de fontes de alimentação quadropolos, sem influência significativa observada.

Identificar a causa raiz da perturbação de 60 Hz no feixe é bastante desafiador, pois qualquer equipamento conectado à rede elétrica pode contribuir virtualmente para esses distúrbios. As fontes eram a principal suspeita, pois estão conectados diretamente aos ímãs que podem impactar na estabilidade do feixe. Desconfiou-se também da fonte ruído, ainda desconhecida, estar apenas acoplada às fontes por meio de cabos ou do sistema de aterramento.

Como as medidas diretas de *ripple* não mostraram contribuição significativa das fontes para as perturbações de 60 Hz e 2 Hz, como mostrado pela Figura 538, outro teste foi realizado para impor sistematicamente uma componente senoidal de amplitude controlada à corrente de saída para determinar a amplitude necessária para afetar o feixe na mesma quantidade que os distúrbios de 60 Hz vistos na órbita. O teste foi feito com um tom de 2 Hz, eliminando assim qualquer possibilidade de atenuação devido à filtragem pela câmara de vácuo ou largura de banda do ímã. Os resultados são ilustrados pela Figura 539. Um componente de amplitude de 200 ppm para dipolos e cerca de 800 ppm de amplitude para quadropolos seriam necessárias para perturbar o feixe em magnitude semelhante à componente de 60Hz observada no feixe, valores duas ordens de grandeza maiores que os valores de *ripple* medidos nas fontes. Esta é uma forte indicação de que a estabilidade das fontes não parece ser a causa raiz das perturbações de 60 Hz observadas na órbita do feixe.

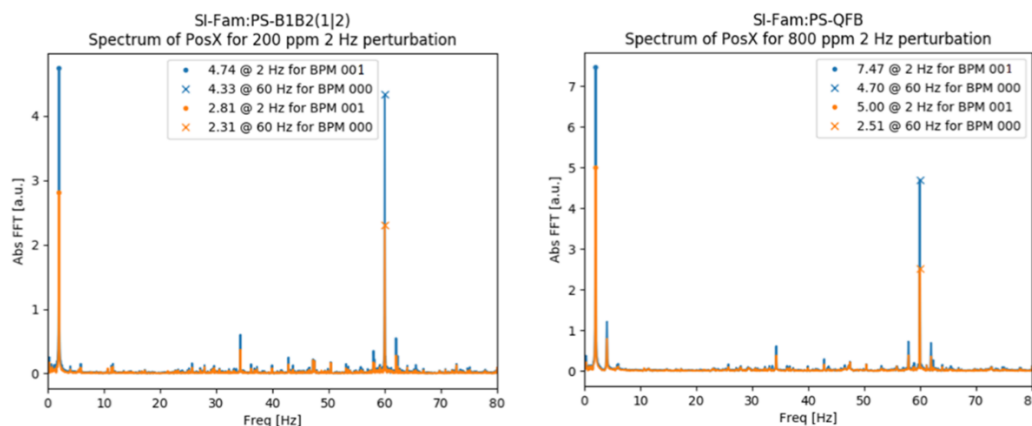


Figura 539 – Experimento de injeção controlada de perturbação através das fontes de alta potência. Seriam necessários 200 ppm na fonte dos dipolos (esquerda) e cerca de 800 ppm na fonte dos quadrupolos QFB (direita) para provocar um efeito similar ao observado na órbita do feixe.

As investigações sobre a origem das perturbações continuam, porém, focando em outros subsistemas e hipóteses. Talvez a pequena contribuição individual de cada uma das mais de 800 fontes de corrente, mesmo que pequena, possa explicar parte do problema quando analisada de forma global. Outro fato novo é a entrada em operação do sistema de correção de órbita rápido, responsável por atenuar perturbações de órbita abaixo de 1000 Hz, sendo mais efetivo quanto menor a frequência da perturbação. Experimentos já mostraram a efetividade do sistema para a supressão dos ruídos de 60 Hz e 2 Hz, reduzindo assim a urgência da força tarefa de estabilidade em atuar nessa área.

Atenuação das perturbações provenientes do sistema de RF do Sirius

A Figura 540 mostra o desvio de energia acumulado do feixe elétrons para diferentes correntes armazenadas no Sirius. Apesar do desvio de energia estar dentro do aceitável ($< 10\%$ de σ_δ), nota-se um aumento considerável no desvio em torno da frequência de 1,5 kHz (frequência síncrotron). A Figura 541 mostra o espectro do desvio de energia, em torno de 1,5 kHz. É possível notar ruídos em múltiplos de 60 Hz e 64 Hz. A presença desses ruídos no desvio de energia do feixe é um indício que sua origem está no sinal de radiofrequência da cavidade de RF do Sirius. Durante o ano de 2022, diversos estudos foram conduzidos no sistema de radiofrequência para identificar e mitigar esses ruídos melhorando, assim, a estabilidade do feixe de elétrons armazenado.

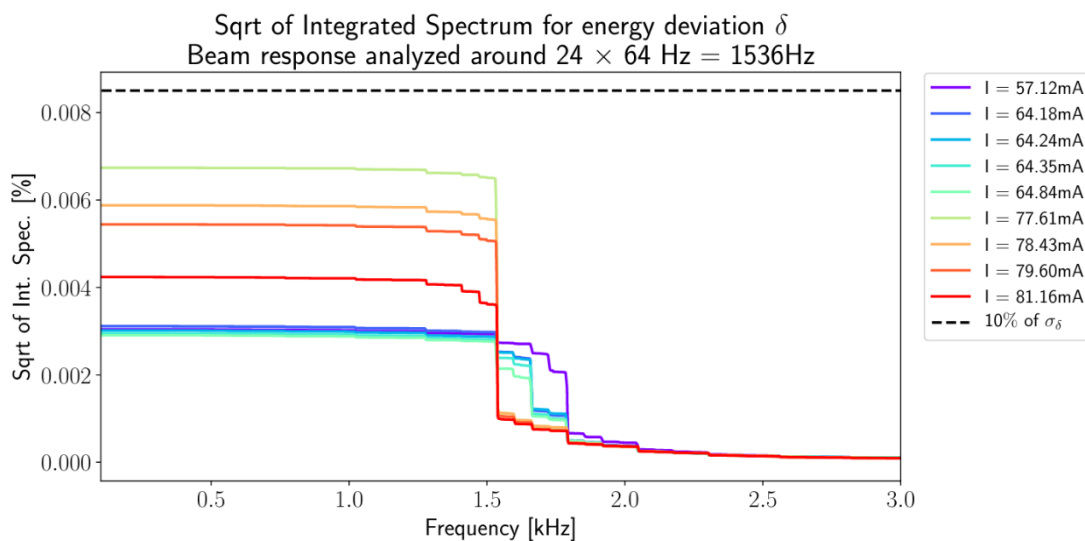


Figura 540 – Espectro acumulado do desvio de energia do feixe de elétrons do Sirius para diferentes correntes armazenadas.

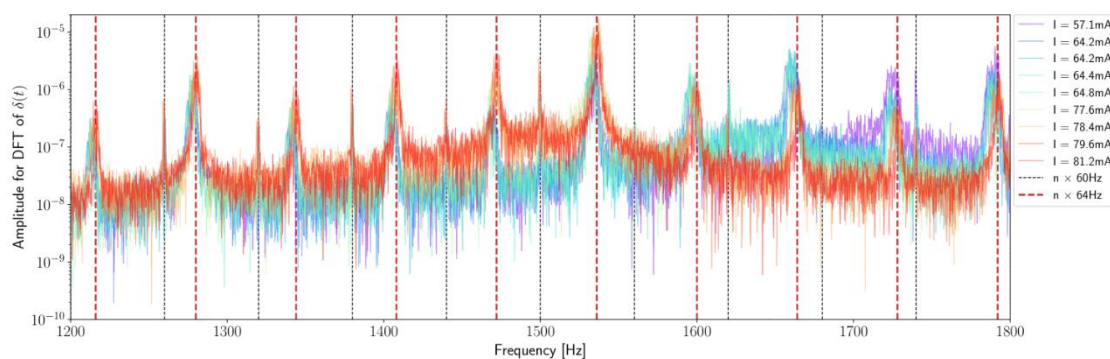


Figura 541 – Espectro do desvio de energia do feixe de elétrons do Sirius para diferentes correntes armazenadas.

Com os testes realizados foi possível identificar que o ruído de 60Hz era causado por interferência da rede de alimentação AC do rack de controle. Essa interferência, em banda-base, acarretava a saturação de um componente não-linear contido na planta de RF (acoplador direcional por transformador) resultando na modulação do sinal de RF em 500 MHz. Esse ruído é introduzido na malha de realimentação do sistema de RF não sendo possível suprimi-lo com o controle de realimentação (*feedback*). O ruído de 64 Hz é introduzido na saída do DAC do sistema, sendo possível atuar nos parâmetros de controle para tentar suprimi-lo. A Figura 542 mostra o diagrama de blocos da planta de RF com as setas indicando a posição onde cada ruído é introduzido no sistema.

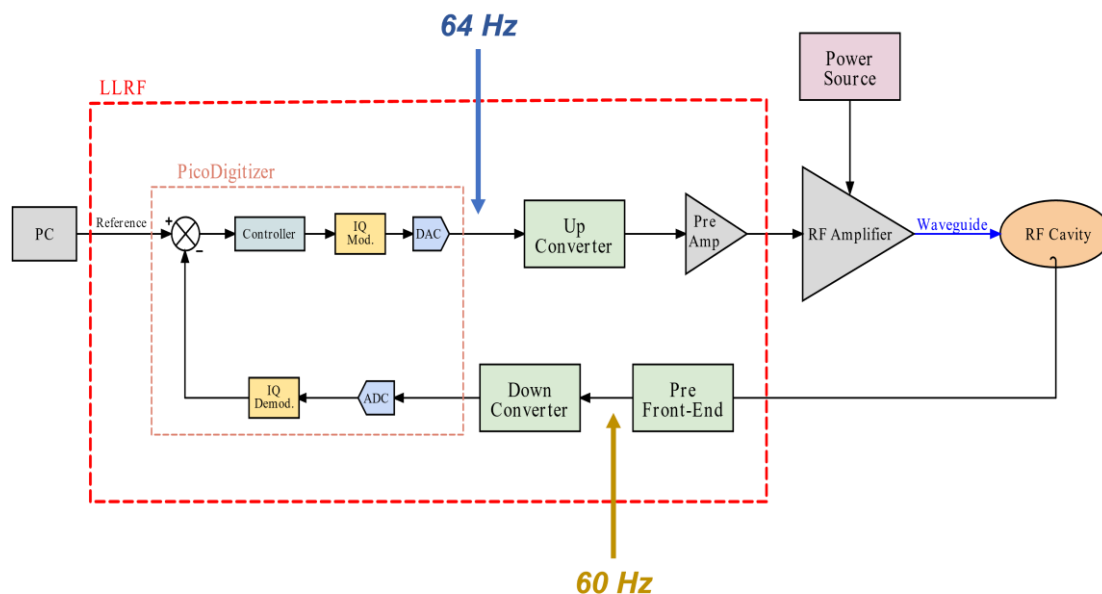


Figura 542 – Diagrama de blocos da planta do sistema de RF do Sirius indicando a localização nas quais os ruídos de 60 Hz e 64 Hz apareciam no sinal de RF.

O ruído de 60 Hz foi solucionado introduzindo filtros passa-alta, com frequência de corte de 400 MHz, em alguns sinais do pré-front end da planta de RF. Dessa forma, o ruído de 60 Hz, em banda-base, foi filtrado evitando a saturação do acoplador direcional de RF. A Figura 543 mostra a imagens com os filtros instalados no pré-front end e Figura 544 mostra o efeito no espectro do sinal de RF com a introdução desses filtros.

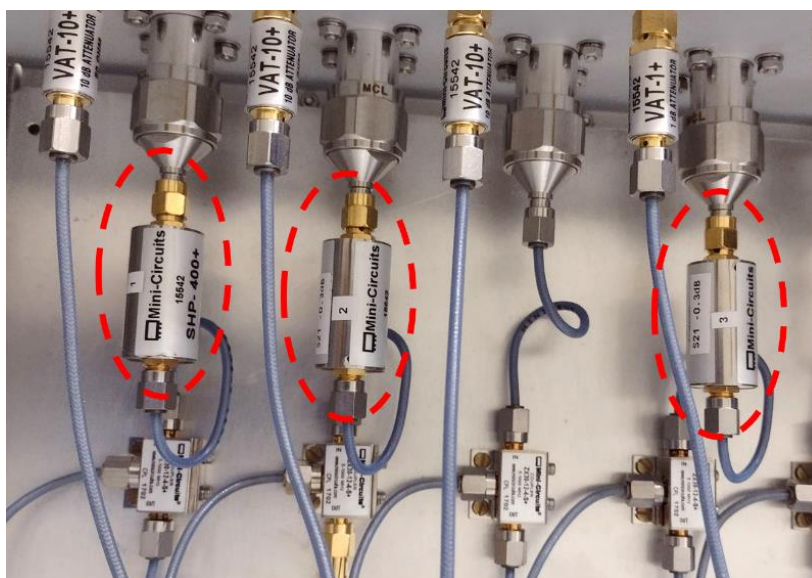


Figura 543 – Circuito de RF do pré-front end do sistema de LLRF com a introdução dos filtros passa-baixa de 400 MHz.

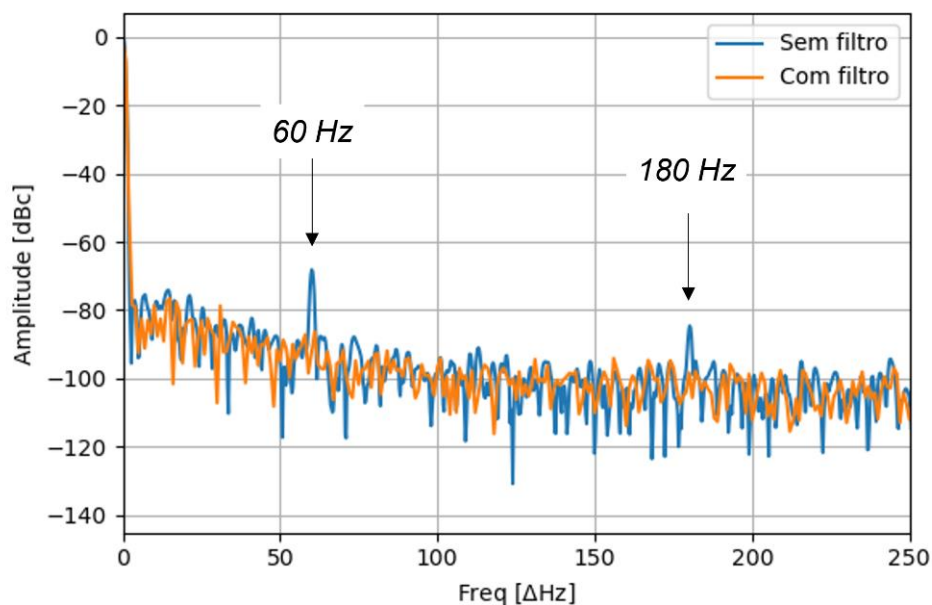


Figura 544 – Espectro do sinal de RF antes e depois da adição dos filtros passa-baixa no pre-frontend do LLRF.

Durante alguns testes foi possível verificar que parâmetros de controle mais agressivos conseguem suprimir o ruído de 64 Hz. A Figura 545 mostra a diminuição horizontal e longitudinal do feixe após aumento dos parâmetros controle Kp e Ki devido a supressão dos ruídos em torno da frequência síncrotron de 1,5 kHz. Os estudos de otimização dos parâmetros de controle da planta de RF ainda estão em andamento e visam melhorar os parâmetros para uma boa rejeição de ruído, melhorando a estabilidade do feixe de elétrons.

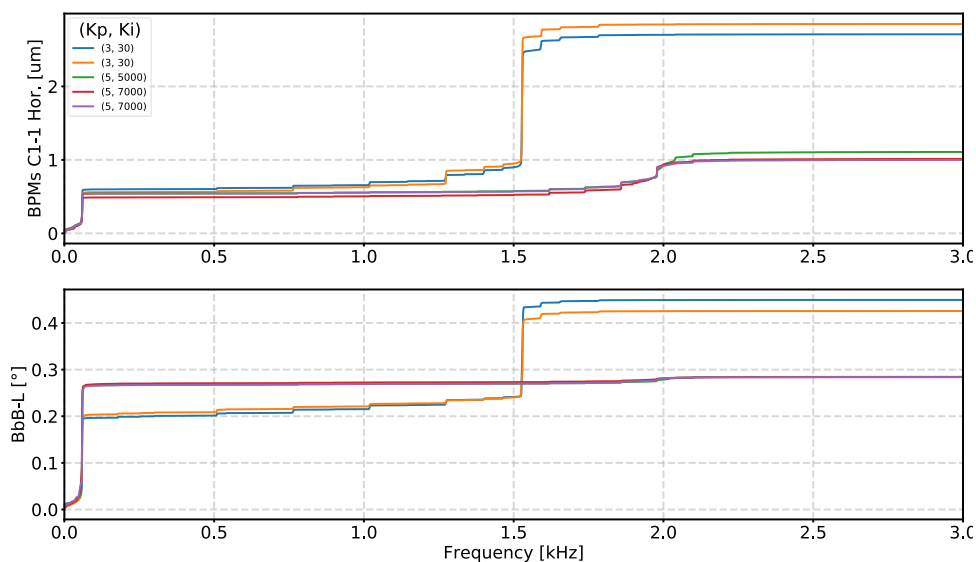


Figura 545 – Tamanho horizontal e longitudinal do feixe de elétrons com 70 mA de corrente armazenada para diferentes parâmetros de controle Kp e Ki do sistema de LLRF do Sirius.

Nos aceleradores de partículas o injetor é o sistema responsável por gerar as partículas e acelerá-las para que atinjam a energia necessária para que possam ser capturadas pelo acelerador de interesse. No caso do Sirius o sistema de injeção é composto por um acelerador linear (linac) e um síncrotron injetor ou *booster*, conectados entre si por redes magnéticas denominadas linhas de transporte. Os elétrons são produzidos por um canhão de elétrons, um pequeno acelerador eletrostático que compõe o primeiro estágio do linac. O linac é basicamente um conjunto de estruturas aceleradoras responsáveis por elevar a energia dos elétrons e permitir que sejam injetados no *booster*. O *booster* é um acelerador circular que eleva a energia do feixe proveniente do linac até a energia de operação do anel de armazenamento, onde o feixe é injetado e permanece armazenado emitindo luz para as estações experimentais. O anel de armazenamento é a fonte de luz propriamente dita. O linac e o *booster* são utilizados para alimentar o anel com elétrons.

A área de injetores e sistemas pulsados é responsável pelos sistemas pulsados do injetor, o que inclui o canhão de elétrons, as fontes pulsadas do linac e os magnetos pulsados utilizados para mover o feixe de um acelerador para o outro. As fontes pulsadas são fontes de alta tensão e alta potência, conhecidas como moduladores, utilizadas para o acionamento das válvulas klystron, que são os amplificadores de microondas de alta potência que alimentam as estruturas aceleradoras do linac. Os magnetos pulsados são basicamente de três tipos: os *kickers* produzem uma deflexão localizada no feixe armazenado; os *septa* produzem uma deflexão no feixe da linha de transporte sem afetar o feixe armazenado; o *kicker* não-linear (NLK) causa uma deflexão no feixe que está sendo injetado no anel e passa fora de seu centro magnético sem afetar o feixe armazenado. O canhão de elétrons é a fonte de elétrons para os aceleradores, onde o feixe de elétrons é gerado e sofre a primeira aceleração.

Em 2022 alguns projetos relacionados a esses sistemas estiveram em andamento. O Sirius foi projetado para operar em um modo de operação conhecido como *top up*, em que a corrente armazenada é mantida aproximadamente constante pela injeção de novos elétrons sempre que a corrente cai abaixo de um limiar especificado. Este será o modo de operação normal do Sirius nos turnos para usuários. Com isso as injeções são constantes e a situação ideal é que o processo seja transparente para as estações experimentais. Para isso os magnetos pulsados não podem afetar o feixe armazenado, causando perturbações na órbita que interferiram negativamente nas medidas realizadas nas estações experimentais. Os *septa* e o NLK atualmente instalados precisam ser melhorados para atingir essa especificação.

Outras atividades importantes foram relacionadas com manutenções e melhoramentos do linac e dos dispositivos pulsados. Os moduladores do linac estão passando por uma revisão completa visando aumentar a confiabilidade desses equipamentos.

Melhoramentos no NLK

Quando o feixe de elétrons entra no anel ele segue uma trajetória que passa fora do centro do NLK. O NLK produz um campo intenso na região de passagem do feixe proveniente da linha de transporte mas um campo idealmente nulo sobre a órbita de referência do feixe armazenado. Entretanto, experimentos mostram que o NLK do Sirius produz uma deflexão no feixe armazenado que indica que o campo central tem amplitude suficiente para perturbar o feixe.

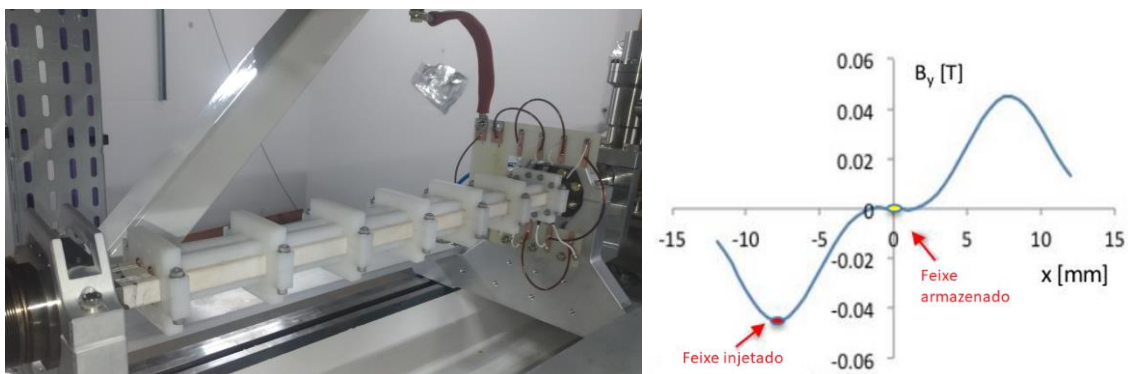


Figura 546 – O NLK instalado no anel de armazenamento (esq.) e o perfil de campo que ele gera (dir.).

Duas linhas de investigação estão sendo seguidas para reduzir esse efeito. Uma delas envolve o desenvolvimento e fabricação de indutores variáveis, que serão instalados nas quatro bobinas do NLK. O objetivo é desviar uma pequena fração da corrente principal para compensar pequenos erros nas dimensões mecânicas do magneto. A expectativa é que com essas pequenas variações na corrente das espiras seja possível reduzir o campo central do NLK. As bobinas estão em desenvolvimento e uma segunda versão está em fase de prototipagem.

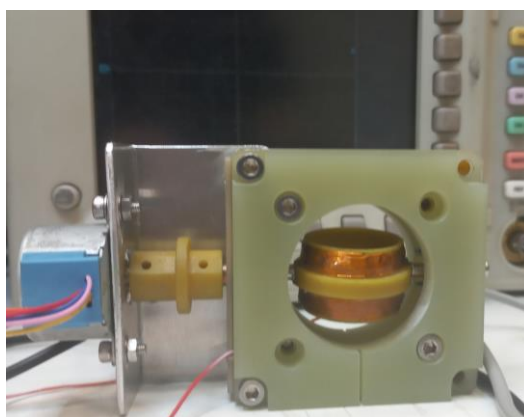


Figura 547 – Novo protótipo do indutor variável em testes de bancada.

Medidas realizadas no protótipo do NLK na bancada de caracterização de magnetos pulsados mostraram que a forma como as bobinas são conectadas à fonte pulsada de alta tensão contribui para gerar campos espúrios que podem afetar o feixe. Uma placa de circuito foi desenhada para a conexão das bobinas e os testes em bancada mostram-se promissores. A Figura 546 mostra as conexões atuais e a Figura 548, a nova placa de conexão. A primeira versão deve ser instalada no NLK do anel de armazenamento em janeiro de 2023.

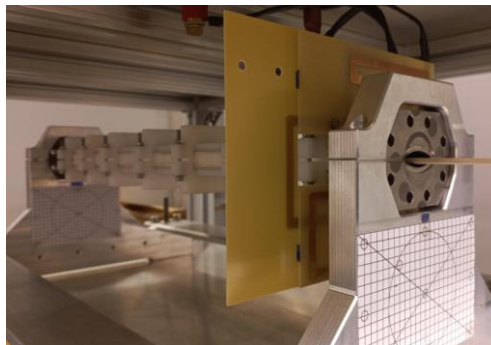


Figura 548 – Protótipo do NLK instalado na bancada de caracterização para testes do circuito de conexão das bobinas.

Melhoramentos nos Septa de Injeção

O *septum* é um dipolo magnético pulsado utilizado no processo de injeção e extração do feixe em aceleradores circulares. São os primeiros e os últimos ímãs de uma linha de transporte conectando dois aceleradores circulares, como a que existe, no Sirius, entre o *booster* e o anel. Na injeção do anel, existem três *septa* instalados na região em que a câmara de vácuo da linha de transporte que traz o feixe proveniente do *booster* se aproxima e se conecta à câmara do anel, permitindo a injeção do feixe nesta máquina. A principal característica do *septum* ideal é que ele gere um campo intenso para curvar a trajetória do feixe na linha de transporte, ao mesmo tempo em que seja nulo o campo na região da câmara de vácuo do anel, por onde circula o feixe já armazenado. No *septum* real este campo precisa ser suficientemente fraco de modo a não causar perturbações na órbita do feixe armazenado, o que definido pela dinâmica de feixe, sendo um componente essencial da especificação do *septum*. No ponto de injeção, em que é posicionado o *septum* fino, a distância entre as duas câmaras é de apenas poucos milímetros. Como os *septa* instalados no Sirius são pulsados, a perturbação não consegue ser corrigida pela correção de órbita. Para que o Sirius possa ser operado em modo *top up* sem que haja a necessidade de cegar as linhas de luz durante a injeção é preciso reduzir o campo de fuga dos *septa*. Os *septa* do Sirius estão com um campo de fuga acima das especificações de projeto e necessitam de correção.

Para estudar a origem do campo de fuga um protótipo do *septum* de injeção no *booster* foi montado na bancada de caracterização de ímãs pulsados. O principal objetivo é investigar onde essas fugas de campo ocorrem e procurar formas de melhorar as blindagens magnéticas existentes. Os estudos estão em andamento. As investigações na bancada levaram à instalação de blindagens localizadas na região em que as câmaras de vácuo da linha de transporte e do anel se encontram. Uma instalação de blindagem está programada para ser realizada na parada de manutenção de janeiro de 2023.

Os *septa* apresentam um segundo problema que também está sendo investigado. Devido às altas correntes e altos campos magnéticos pulsados os *septa* apresentam um aquecimento que pode afetar a eficiência de injeção. Estão sendo estudadas maneiras de mitigar o problema, que se manifesta quando a injeção ocorre continuamente por longos períodos, o que pode ocorrer durante estudos de máquina. Em 2022 foi testada a utilização de bobinas refrigeradas, com resultado positivo, mas não suficiente visto serem as correntes induzidas na câmara de vácuo a

principal fonte de calor. Os estudos para a mitigação do problema ainda estão em andamento (Figura 549).

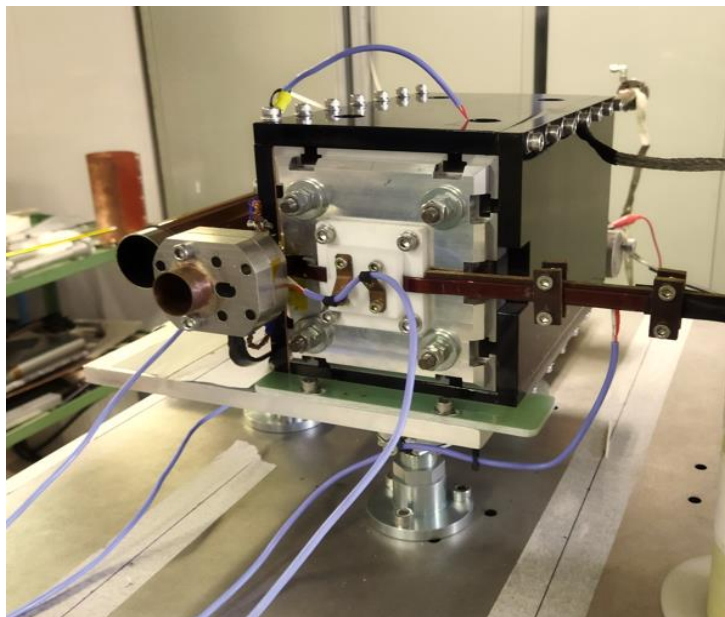


Figura 549 – Septum posicionado na bancada de caracterização preparado para estudos relacionados ao aquecimento do núcleo.

Bancada de testes do canhão de elétrons

O canhão de elétrons é um componente crítico do acelerador ao qual dificilmente se tem acesso para estudos. Como os ajustes do canhão têm bastante impacto sobre a eficiência do processo de injeção, utilizá-lo para estudos e testes de subsistemas não é recomendável. Assim, para permitir esses estudos e testes foi montada uma área de testes utilizando o antigo canhão de elétrons do UVX. Com a bancada será possível testar componentes reservas do canhão do Sirius, como fontes de filamento, geradores de pacotes de elétrons, fonte de alta tensão, entre outros. Além do canhão, a bancada inclui um trecho reto com um conjunto de lentes magnéticas para focalização do feixe e um par de bobinas corretoras, um monitor de corrente (CT) e um conjunto tela de alumina/câmera para visualização do feixe.

Em 2022 a bancada terminou de ser montada (Figura 550). Foram feitas as instalações de vácuo do final da montagem, com a instalação do monitor de tela (*screen monitor*) que permitirá obter uma imagem do feixe que atinge a tela de alumina. A montagem tem apenas uma válvula de vácuo que separa o canhão do restante da linha. Todo o trecho foi colocado sob vácuo e foi realizada a testagem de estanqueidade. Apesar de não ter sido ventilado durante o processo de transferência do túnel do linac do UVX para a nova bancada, o catodo termiônico do canhão operou por cerca de 20 anos no injetor do UVX. Para os testes da bancada o catodo foi trocado e condicionado, o que serviu como treinamento para uma eventual necessidade de troca do catodo do canhão do Sirius.



Figura 550 – Montagem finalizada da bancada de testes do canhão de elétrons, mostrando à esquerda o canhão, o trecho de focalização e a montagem da câmara, e à direita os racks de instrumentação.

Foi realizada também a uma avaliação detalhada da instalação pela Proteção Radiológica. Foram reforçadas as blindagens para permitir a operação no local dentro dos níveis de exposição do público.

Com relação ao sistema de intertravamento e de proteção pessoal, em 2022 foi realizada a contratação do serviço de apreciação de risco e certificação do sistema de segurança do equipamento, o desenvolvimento do modelo 3D e diagrama elétrico do painel de controle do sistema de proteção para aprovação da empresa certificadora. Foram adquiridos os componentes de automação para o projeto do sistema de segurança e realizada a montagem física do painel de controle (Figura 551).



Figura 551 – Modelo 3D do painel (esquerda), o exterior do painel evidenciando o botão de pânico que interrompe o funcionamento de todo o sistema (centro) e detalhes da montagem elétrica (direita).

A instalação do painel de controle, juntamente com as botoeiras, sensores e chaves de segurança foi realizada e todos os testes de segurança foram realizados, juntamente com a validação e certificação dos equipamentos. A Figura 552 mostra detalhes da instalação de campo.



Figura 552 – Instalação de campo do sistema de segurança da bancada de teste do canhão do Sirius. Detalhes das botoeiras, da instalação do painel de controle, dos sensores e chave de segurança mostrados nas diversas fotos.

Com a finalização das instalações a bancada ficou operacional e foi possível iniciar os testes com feixe. Foram testados os monitores de corrente, o monitor de tela (*screen monitor*) e a operação das lentes de focalização. A bancada encontra-se totalmente operacional. A Figura 553 mostra um pulso de corrente do canhão medido pelo monitor de corrente.

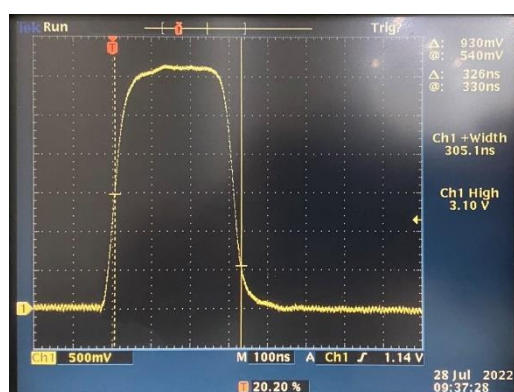


Figura 553 – Pulso de corrente do canhão de elétrons medido pelo monitor de corrente.

Protótipo de uma fonte de íons

Tendo em vista a possibilidade de futuras aplicações, foi iniciado um estudo para a montagem de uma fonte de íons. O projeto visou iniciar o grupo de injetores, originalmente um grupo de fontes pulsadas de alta tensão, no estudo de fontes de partículas. O estudo teve duas fases, a

primeira com foco em fontes de elétrons, visando futuros testes com a bancada de testes do canhão, e a segunda com foco em íons, em especial em fontes de prótons, que têm uma ampla gama de aplicações. Como parte dos estudos, foi desenvolvido o projeto de um protótipo de uma fonte simples para geração de íons a partir de gases.

Por permitir uma montagem simples e barata, o protótipo utiliza microondas para gerar o plasma de onde são extraídos os íons de interesse. Uma válvula magnetron de forno de microondas é acoplada a um trecho de guia de onda retangular que, em uma região conveniente, é atravessado por um tubo de quartzo. O tubo de quartzo tem acoplados de um lado uma entrada de gás e do outro um conjunto de eletrodos que compõem um extrator de íons. Ao ser ligada, a magnetron gera microondas que, ao atravessarem o tubo de quartzo e sendo as condições de pressão adequadas no interior do tubo, geram o plasma de onde serão extraídos os íons. O extrator é formado por um par de eletrodos isolados entre si, e alta tensão é aplicada entre eles para gerar o campo elétrico que irá extrair e focalizar os íons. Após o eletrodo de extração o feixe de íons é direcionado a um copo de Faraday, onde será medida a corrente emitida. A montagem possui também uma bomba mecânica e sensores de vácuo. A Figura 554 mostra dois exemplos de simulações utilizadas no projeto dos componentes da fonte. A Figura 555 mostra a montagem, podendo-se ver o guia de onda, o tubo de quartzo, o extrator e o copo de Faraday. Para os testes está sendo utilizado hélio. A montagem está operacional e sendo utilizada para estudos.

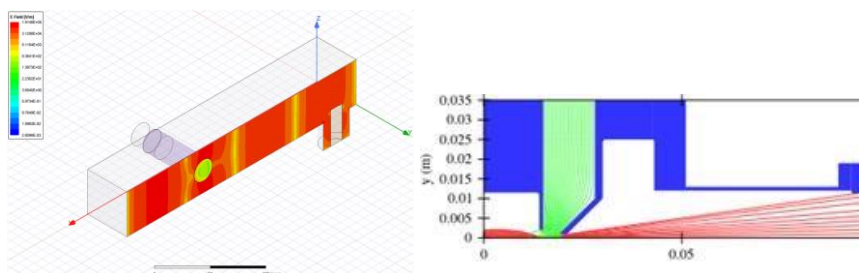


Figura 554 – (esq.) Simulações eletromagnéticas mostrando o acoplamento da magnetron ao guia de onda e a posição do tubo de quartzo; (dir.) exemplo de uma simulação utilizada no projeto do eletrodo de extração de íons.

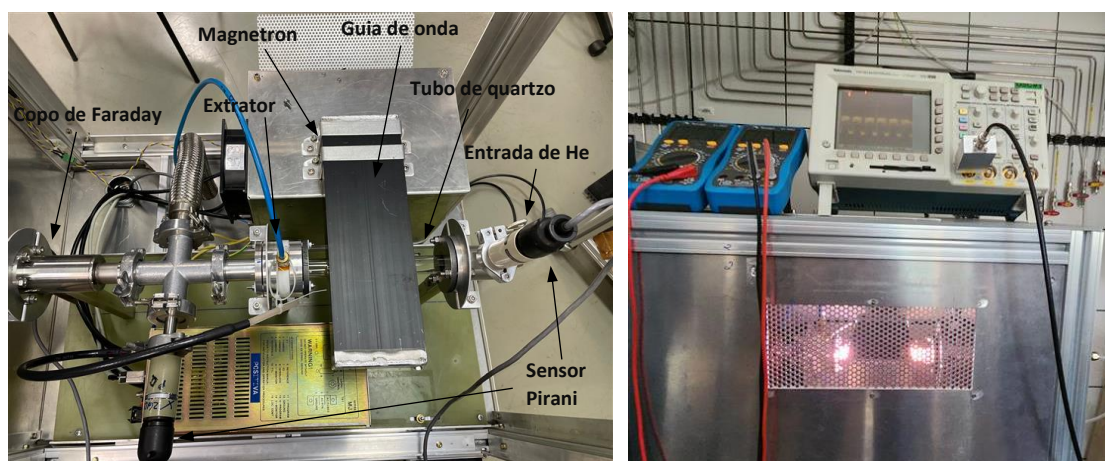


Figura 555 - Montagem da fonte de íons mostrando o tubo de quartzo atravessando o guia de ondas. À direita a fonte em operação.

Radiofrequência

As atividades relacionadas com o sistema de radiofrequência estão basicamente centradas na preparação para as instalações das duas cavidades supercondutoras e das plantas de RF que irão acioná-las. As cavidades e todo o conjunto de equipamentos necessários para a sua operação estão no campus do CNPEM, armazenadas no *hall* experimental do Sirius. Os amplificadores estão em construção e o desenho das plantas de RF está sendo concluído. Além das atividades relacionadas com as futuras instalações, houve um esforço em manter os sistemas atuais operando com alta confiabilidade. O contínuo refinamento das condições de operação das plantas instaladas tem sido objeto das atividades durante os períodos de manutenção e estudos de máquina, buscando eliminar possíveis impactos da planta de RF do anel sobre a estabilidade do feixe. A interação contínua com a operação do Sirius e com a Física de Aceleradores do LNLs disparou estudos visando identificar causas de perturbações identificadas no feixe que poderiam estar relacionadas com a planta de RF do anel. Foi o caso da investigação para identificar e eliminar um ruído de 60 Hz identificado no *front-end* do LLRF. Como este, foram vários os estudos realizados para caracterização do LLRF que levaram a um melhor entendimento do funcionamento do sistema. De particular relevância também é o estudo que está em andamento de identificação da planta de RF do anel, que permitirá obter um melhor modelamento do sistema de controle, ferramenta importante para se estudar as relações do sistema de RF com a estabilidade do feixe.

Outros dois pontos importante relacionados com as atividades na área de radiofrequência foi a grande evolução na capacidade de análise do impacto que elementos da câmara de vácuo podem ter sobre o feixe de elétrons. Os componentes que estão sendo projetados para serem instalados no Sirius passam por uma análise de impedâncias cujos resultados são analisados em conjunto com a Física de Aceleradores do LNLs. Esses estudos são importantes para determinar se estruturas na câmara podem armazenar modos ressonantes que podem levar a um aquecimento do componente, o que poderia limitar a corrente de operação do Sirius. Um exemplo desses estudos é a análise dos trechos de transição das cavidades supercondutoras.

O outro ponto a ser ressaltado é o fato de que os *front-ends* de RF e os dispositivos de RF do sistema de diagnóstico de feixe do Sirius também está sob a responsabilidade da radiofrequência.

Rede Magnética do Sirius

As principais mudanças na rede magnética do Sirius foi a instalação das corretoras rápidas para o sistema de correção de órbitas rápido. Além disso, dois dispositivos de inserção que foram utilizados no UVX e agora serão utilizados para o comissionamento das linhas Paineira e Sabiá enquanto os dispositivos de inserção definitivos dessas linhas não são instalados. Atualmente o foco principal das atividades referentes à rede magnética está no desenvolvimento do ondulador Delta DU525 e do WLS.

Com relação à rede magnética instalada são realizadas manutenções preventivas regulares como a checagem dos conectores elétricos e cabos, dos circuitos de refrigeração e limpeza e proteção dos núcleos de ferro. Foram concluídas as modificações na refrigeração dos dipolos BC, os dipolos de magnetos permanentes com campo central de 3,2T, que visaram aumentar a confiabilidade do circuito de refrigeração. O programa de substituição sistemática de componentes hidráulicos que apresentam vazamentos nos *manifolds* de refrigeração dos ímãs está em andamento.

Com o objetivo de aumentar a confiabilidade das medidas magnéticas tem sido realizado um trabalho frequente de checagem de medidas magnéticas entre diferentes sensores e bancadas de medida do laboratório e comparação com as previsões dos programas de simulação utilizados. O procedimento permite refinar as bancadas e identificar aspectos que precisam ser melhorados. Parte desse esforço foi voltado ao desenvolvimento dos onduladores Delta, em especial para a caracterização dos blocos magnéticos do DU220. Foram também realizados vários estudos de simulação de *shimming* para este dispositivo de inserção, assim como estudos das tolerâncias mecânicas para um ondulador Delta de longo comprimento.

Vácuo

No ano de 2022 o sistema de vácuo do Sirius, composto por linac, *booster*, linhas de transporte e anel de armazenamento apresentou desempenho estável e confiável, conforme verificado nos anos anteriores.

Como mencionado no relatório anual de 2021, a pressão estática (sem feixe de elétrons armazenado no acelerador) do sistema de vácuo do acelerador principal do Sirius é de $8 \cdot 10^{-11}$ mbar. O condicionamento do sistema de vácuo do anel de armazenamento se dá pela interação do feixe de luz síncrotron com as paredes internas das câmaras de vácuo recobertas com o filme NEG (*Non Evaporable Getter*). Observou-se que o condicionamento ocorreu de forma mais rápida que o esperado, a saber, com uma carga acumulada de 70 A.h, enquanto o projeto do sistema de vácuo estabelecia que o condicionamento deveria correr com uma carga acumulada de 100 A.h. Este fato mostra que o sistema de vácuo e as deposições do filme NEG foram feitas

com critério e qualidade, sendo, inclusive, reconhecidas por comitê internacional durante avaliação do desempenho do projeto Sirius.

No mês de outubro de 2022, foi realizado um experimento para avaliação dedicada ao desempenho do filme NEG. Nele, 95% das bombas iônicas foram desligadas e os valores de pressão de vácuo nos setores do Sirius foram avaliados. O objetivo fora analisar o comportamento da pressão do sistema de vácuo sem a contribuição das bombas iônicas que, no Sirius, exercem papel importante no bombeamento de gases (nobres e hidrocarbonetos) que o filme NEG não bombeia. Avaliou-se também o impacto no tempo de vida do feixe de elétrons ao promover o desligamento das bombas iônicas. Não foram desligadas as bombas iônicas do setor 1 (setor de injeção), setor 2 (setor da cavidade de RF), e bombas iônicas dos pré *front-ends*. Foram utilizados dois analisadores de gás residual (RGAs) para avaliação dos gases que compõem a atmosfera residual nos setores 4 e 15. Foram utilizados cerca de 60 sensores do tipo “catodo frio” para monitoramento das pressões nos 18 setores do Sirius em que as bombas foram desligadas.

O experimento iniciou com a injeção de uma baixa corrente de elétrons, 10 mA, e um gradual desligamento das bombas iônicas, setor a setor. A corrente do feixe de elétrons foi aumentada progressivamente até o valor máximo de operação de 100 mA. O gráfico da Figura 556 ilustra o perfil de pressão no setor 15 com a corrente do feixe de elétrons variando de 10 mA a 100 mA com as bombas desligadas. Nota-se que quando a corrente de elétrons estava em 100 mA, os valores de pressão registrados ficaram abaixo dos valores verificados em 10 mA logo após o desligamento das bombas. A explicação é que o feixe de luz síncrotron atuou na quebra das moléculas de hidrocarbonetos, especialmente metano (CH_4), favorecendo o bombeamento de vácuo.

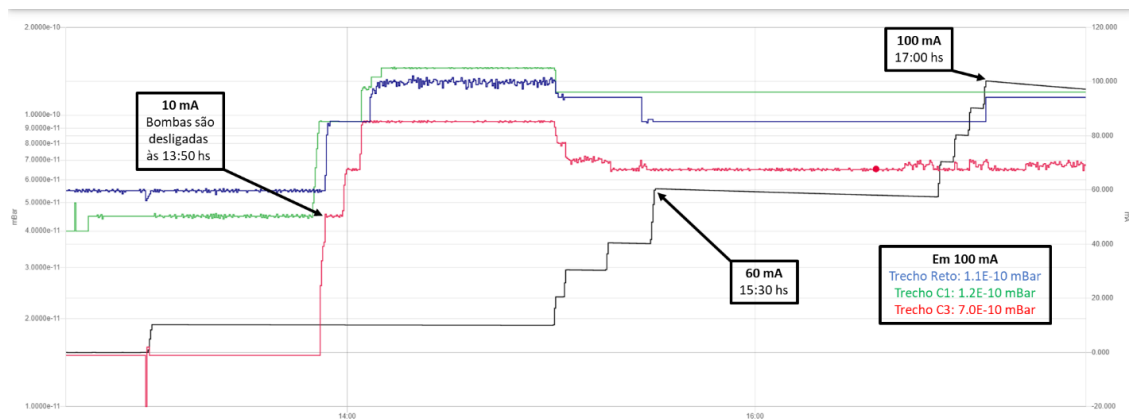


Figura 556 – Perfil de pressão dos sensores catodo frio instalados no Setor 15 do acelerador principal do Sirius.

O analisador de gás residual (RGA) utilizado neste experimento opera apenas no modo proporcionalidade para mostrar as contribuições dos gases que compõem o ambiente de ultra alto vácuo. Isso significa que a composição total dos gases existentes no ambiente em análise sempre constituirá 100% da leitura. Dessa forma, quando ocorre a redução da quantidade de

um tipo de gás, o RGA mostra um aumento do percentual dos gases mais abundantes no ambiente em análise para que a soma das contribuições constitua 100%.

A Figura 557 mostra a evolução dos gases residuais existentes no subtrecho C2 do setor 15 do anel de armazenamento do Sirius durante o experimento de desligamento de bombas iônicas. No gráfico é possível ver que a partir de 13h50, quando as bombas iônicas do setor 15 são desligadas, verifica-se um aumento das massas moleculares 16 (CH₄) e 15 (85% CH₄) indicando a falta de capacidade do filme NEG de bombear eficientemente estes gases. Conforme a corrente de feixe de elétrons estocada no anel de armazenamento aumenta para 30 mA (por volta das 15h), o feixe de luz síncrotron promove a quebra de parte das moléculas de CH₄, permitindo que o filme NEG possa bombear os gases ativos formados a partir desta quebra. O valor continua em queda conforme a corrente do anel aumenta até 100 mA, evidenciando o auxílio que luz síncrotron promove para que o NEG bombeie hidrocarbonetos após a quebra dessas moléculas.

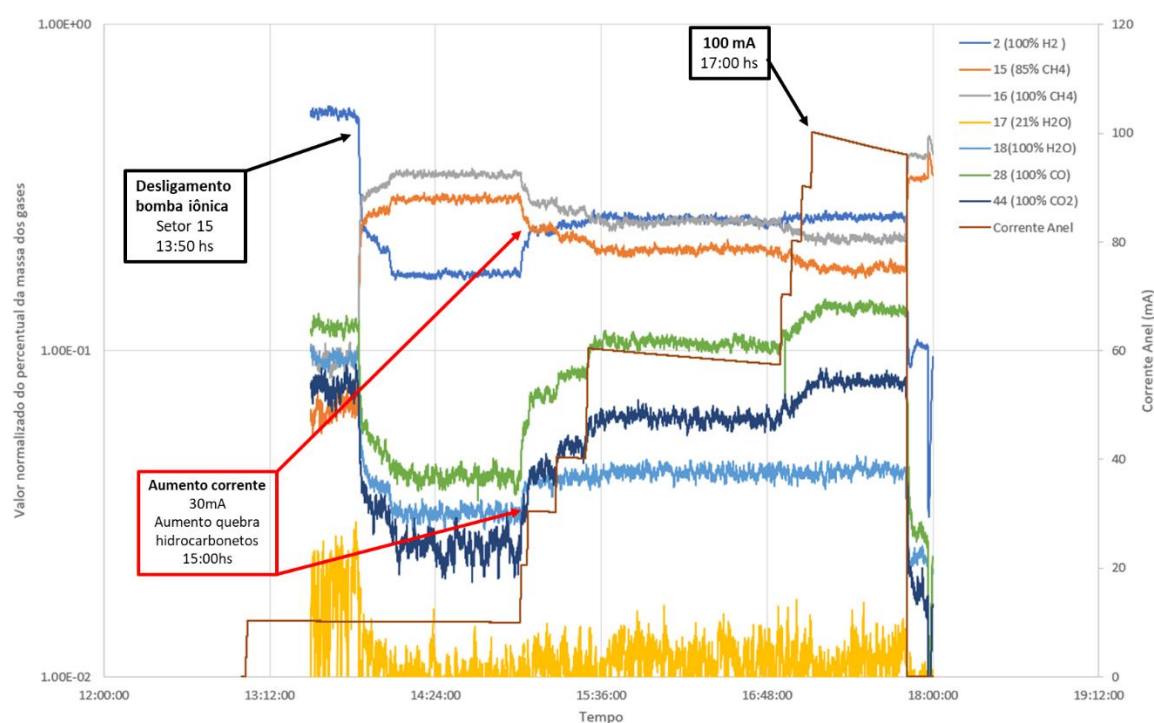


Figura 557 – Evolução da atmosfera de gás residual do setor 15 durante o experimento.

A Tabela 18 registra os valores de pressão (mbar) medidos nos sensores de vácuo dos setores 3 a 20 com as bombas iônicas desligadas e corrente armazenada de 100 mA, bem como, o caso com as bombas iônicas ligadas com corrente de elétrons armazenada de 100 mA.

BOMBAS IÔNICAS DESLIGADAS - 100 mA	BOMBAS IÔNICAS LIGADAS - 100 mA
---	--

Setor	Trecho Reto (mbar)	C1 (mbar)	C3 (mbar)	Trecho Reto (mbar)	C1 (mbar)	C3 (mbar)
1	<i>Trecho de Injeção (bombas iônicas sempre ligadas)</i>					
2	<i>Trecho da Cavidade RF (bombas iônicas sempre ligadas)</i>					
3	1,40E-10	1,00E-10	4,50E-11	6,50E-11	4,00E-11	2,00E-11
4	1,00E-10	8,50E-11	9,00E-11	4,50E-11	4,50E-11	6,50E-11
5	1,00E-10	8,00E-11	8,00E-11	7,00E-11	5,00E-11	5,00E-11
6	4,30E-10	1,70E-10	2,50E-10	2,30E-10	4,00E-11	4,00E-11
7	5,70E-10	1,50E-10	1,00E-10	2,00E-10	4,00E-11	4,00E-11
8	3,40E-10	6,50E-11	6,50E-11	2,00E-10	4,00E-11	4,00E-11
9	4,00E-10	8,00E-11	5,00E-11	2,60E-10	4,00E-11	2,00E-11
10	4,10E-10	1,00E-10	1,00E-10	2,20E-10	5,00E-11	3,00E-11
11	1,50E-10	7,00E-11	8,50E-11	1,00E-10	3,00E-11	3,00E-11
12	1,80E-10	9,00E-11	2,00E-10	3,00E-11	7,00E-11	1,50E-10
13	2,80E-10	6,00E-11	6,00E-11	2,00E-10	3,00E-11	3,00E-11
14	3,70E-10	1,40E-10	5,00E-11	2,50E-10	8,00E-11	3,00E-11
15	1,00E-10	1,00E-10	7,00E-11	8,00E-11	5,00E-11	3,00E-11

16	5,00E-10	1,50E-10	1,50E-10	2,70E-10	8,00E-11	5,00E-11
17	9,00E-10	1,50E-10	1,00E-10	6,20E-10	8,00E-11	4,00E-11
18	4,40E-10	1,00E-10	7,00E-11	2,40E-10	5,00E-11	3,00E-11
19	5,70E-10	1,00E-10	8,00E-11	3,40E-10	5,00E-11	4,00E-11
20	2,40E-10	1,70E-10	8,00E-11	1,45E-10	1,00E-10	5,50E-11
Média	3,46E-10	1,09E-10	9,58E-11	1,98E-10	5,36E-11	4,39E-11
Média Geral	1,83E-10			9,85E-11		

Tabela 18 – Pressão de vácuo medida nos sensores dos trechos 3 a 20 com bombas iônicas desligadas e ligadas, e com corrente armazenada de 100 mA.

De forma geral, a pressão de vácuo média no anel de armazenamento do Sirius com corrente armazenada de 100 mA e bombas iônicas ligadas é de $9,85 \cdot 10^{-11}$ mbar. Com o desligamento das bombas iônicas, a pressão média ficou em $1,9 \cdot 10^{-10}$ mbar. Um valor que ainda permite a operação da máquina sem nenhum impacto no tempo de vida ou dimensões do feixe de elétrons.

Finalmente, esse experimento permitiu levantar duas importantes conclusões: a alta qualidade dos filmes NEG depositados nas câmaras de vácuo do Sirius; e o efeito da luz síncrotron na quebra das moléculas de hidrocarbonetos e, conseqüentemente, o seu auxílio em promover o bombeamento desses gases pelo filme NEG.

Projetos de dosimetria

Estudos de níveis de dose aos quais amostras estariam expostas durante a operação do acelerador foram solicitados, inicialmente ao Grupo de Proteção Radiológica, e mais recentemente ao Grupo de Física Aplicada. Uma dessas análises foi desenvolvida para avaliação de um setup real de imageamento na linha de luz de tomografia de raízes. Esse estudo foi solicitado devido a uma grande preocupação dos usuários das linhas de luz que possuem amostras sensíveis à radiação.

O suporte aos experimentos de dosimetria de amostras biológicas desenvolvidos pelo LNBio e LNLS foi testado no ano de 2022. Nesses experimentos, foram utilizados dosímetros fornecidos pela empresa parceira SAPRA para o projeto de dosimetria da Linha de Luz MOGNO. Nesses primeiros experimentos foi possível monitorar níveis de radiação, comparar com simulações e

determinar setups de irradiação para os futuros experimentos planejados com amostras biológicas que serão desenvolvidos na Linha de Luz MOGNO quando esta estiver em operação.

A preocupação com danos por radiação no Sirius não é exclusiva para amostras de usuários, mas também para componentes do próprio acelerador. Como exemplo, estudos reportam que a radiação produzida durante a operação de aceleradores possui potencial de desmagnetizar os ímãs. Isso pode causar problemas na produção de luz síncrotron no Sirius, uma vez que é fundamental que os campos magnéticos de cada um dos ímãs presentes no acelerador sejam mantidos a valores precisos previamente calculados e mesmo mudanças ínfimas nessas propriedades podem impactar negativamente o feixe.

Visando o acompanhamento contínuo dos níveis de radiação dentro do acelerador, estudos em parceria com o “Laboratório de Dosimetria de Doses Altas” (LDA/CMR) do IPEN para uso de detectores tipo alanina foram instalados nos BCs para quantificar os níveis de exposição à radiação desses componentes. Os resultados obtidos foram comparados às simulações desenvolvidas com o código FLUKA de transporte de partículas. Como exemplo, a figura a seguir apresenta uma das análises desenvolvidas para um cenário arbitrário de perda de feixe.

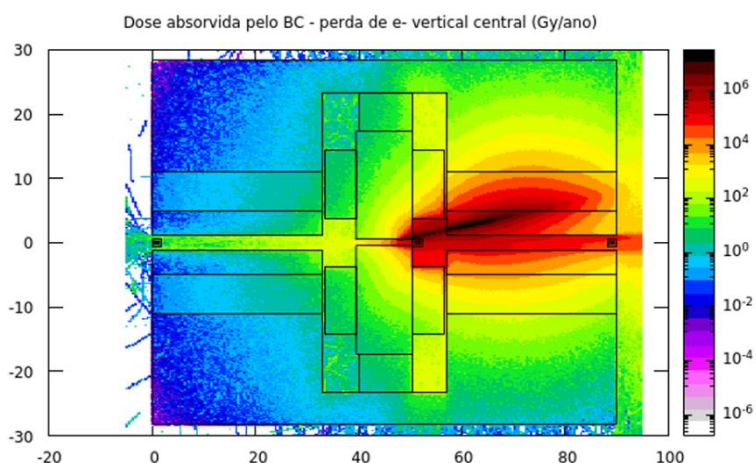


Figura 558 – Mapa de cor de dose absorvida (Gy/ano) pelo BC devido a perdas verticais de elétrons no centro do ímã.

Contudo, esses detectores não foram produzidos para detectar nêutrons, partículas produzidas durante a operação do Sirius que se tornam uma das principais responsáveis pela desmagnetização. Um projeto em cooperação entre o CNPEM e o “Grupo de Cronologia” do “Departamento de Raios Cósmicos e Cronologia” da UNICAMP iniciado em novembro de 2021 está em desenvolvimento para mapear a produção de nêutrons no Sirius com detectores nucleares de traços tipo CR-39. Com os resultados será possível determinar a localidade dos pontos de maior produção de nêutrons, quantificando as suas fluências para diferentes energias, que poderão ser utilizadas para validar as simulações que desenvolvidas com o código FLUKA pelo CNPEM. Esses resultados são importantes para garantir a integridade dos componentes do acelerador, além da determinação do tempo necessário para possível troca de componentes e melhor conhecimento da dinâmica do feixe, uma vez que uma maior presença de nêutrons pode indicar uma maior perda de feixe localmente.

Outro estudo relacionado a dano à componentes no acelerador foi realizado no ano de 2022 para o LNLS. Simulações foram desenvolvidas com o código de Monte Carlo FLUKA visando investigar o possível impacto da movimentação de um dos espelhos da linha de luz QUATI para dentro de blindagem de concreto do Anel de Armazenamento. Devido a sua localização, os componentes do espelho estarão sujeitos a mais fontes de radiação, como a perda de elétrons e nêutrons, e níveis mais altos de radiação. Portanto, os níveis de radiação foram estimados computacionalmente para prever o cenário esperado de operação e avaliação do impacto de eventuais materiais de blindagem. Foram simuladas diferentes fontes de radiação no interior e no entorno do espelho, como pode ser visto na figura abaixo.

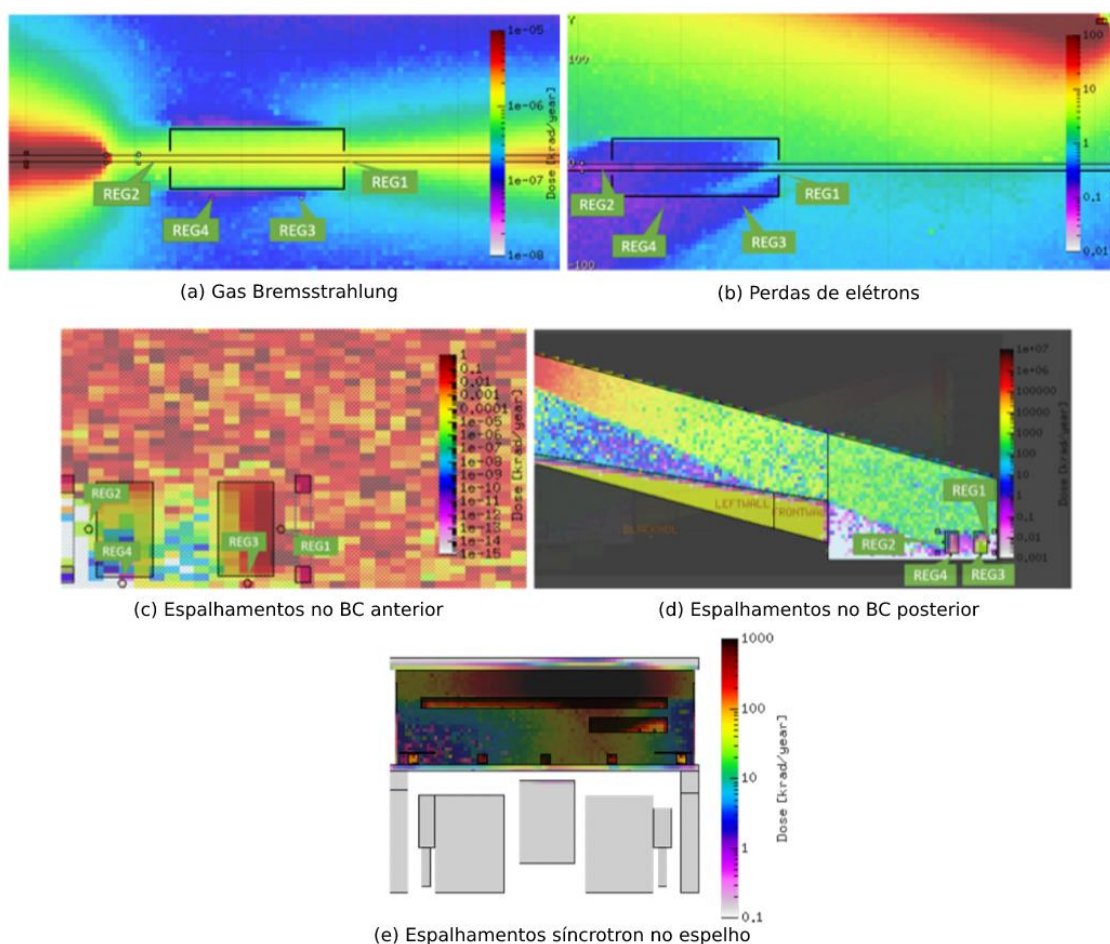


Figura 559 – Mapa de cor dos espalhamentos da radiação na região do espelho M1 da linha de Luz QUATI.

As distribuições de dose nos permitem determinar a melhor posição para que se reduza os níveis de radiação aos componentes mais sensíveis. Os resultados indicam um cuidado principalmente dentro do espelho. Além disso, uma redução nas ordens de magnitude foi estimada via simulação com placas adicionais de tungstênio e aço, possíveis blindagens para os equipamentos.

O projeto Evolver contempla o desenvolvimento de plataforma modular que permite a evolução adaptativa de microrganismos com *high-throughput*, de forma automatizada e independente.

O sistema inicialmente oferece a versatilidade de 16 módulos com atuadores e sensores individual e remotamente dirigidos, permitindo crescimento de culturas únicas em pequenos volumes experimentais por módulo (12-25 ml). Esta plataforma permitirá, ainda, um maior controle e monitoramento em tempo real de parâmetros relevantes para evolução adaptativa de microrganismos, como por exemplo, controle de temperatura, agitação, medição de turbidez/biomassa, alimentação e descarte automáticos de meio de cultivo. Essa evolução, frente às atuais técnicas de crescimento celular, permitirá adaptações e melhorias para necessidades do LNBR com auxílio dos engenheiros da Engenharia e Tecnologia.

O projeto em desenvolvimento na Área de Ciências Aplicadas da ENT, em parceria com o LNBR, permitirá que haja uma adaptação de microrganismos a estresses abióticos (ex.: temperatura, pH), adaptação de microrganismos a componentes tóxicos do substrato ou produtos de interesse (ex.: furfural, ácidos orgânicos), seleção de microrganismos com melhor capacidade de consumo de substratos de interesse (ex.: xilose, arabinose, aromáticos) e, ainda, que haja uma maior evolução de enzimas com novas funções ou melhor atividade.

Para o desenvolvimento do projeto, diferentes áreas de estudos foram trabalhadas, tais como eletrônica (controle de baixo e alto nível), escolha de métodos de medição de pH, configuração de protocolos de comunicação e estruturação mecânica.

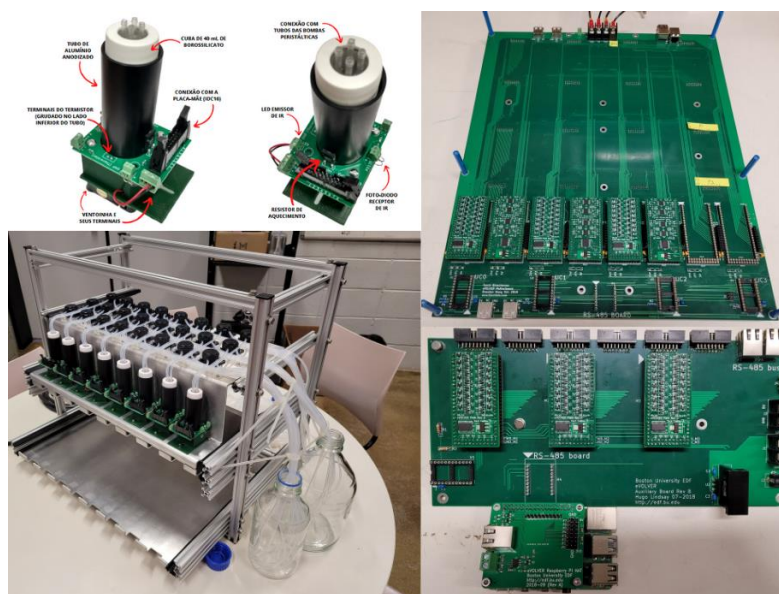


Figura 560 – Smart Sleeve de dois ângulos diferentes e com suas componentes em destaque (dir. acima); montagem da estrutura mecânica (dir. abaixo); placa-mãe desenvolvida para o eVOLVER (esq.)

Outros projetos e iniciativas da Engenharia e Tecnologia

Plano Diretor do CNPEM

Situado em Campinas, o Centro Nacional de Pesquisas em Energia e Materiais – CNPEM opera como um amplo campus, dotado de laboratórios nacionais de referência mundial e, portanto, significativa contribuição à ciência e ao desenvolvimento nacional. Neste sentido, a sua estrutura física adquire papel central na viabilização e na potencialização dos resultados alcançados pela instituição.

No ano de 2022 a Engenharia e Tecnologia trabalhou diretamente nas discussões da atualização do Plano Diretor do CNPEM. O Plano Diretor prevê um horizonte de 10 anos - 2022 a 2032 -, e parte de um extenso levantamento e de um diagnóstico, que orientam ações de regulação e planejamento integrado, infraestrutura de urbanização, novos equipamentos, desenho urbano, e ações de gestão.

Alinhadas ao planejamento e à disponibilidade de recursos, tais ações compreendem o CNPEM como um sistema ambiental e urbano aberto e flexível, capaz de funcionar como uma plataforma equipada para acolher as mais diversas iniciativas da pesquisa avançada com controle, segurança e eficiência, e ao mesmo tempo para qualificar a experiência cotidiana no uso e na fruição de seus espaços construídos e abertos por seus habitantes.



Figura 561 – Estudo Plano Diretor

O Plano Diretor tem sido orientado para a ideia de um Campus Inteligente, exemplo de qualidade urbana e responsabilidade ambiental, em direção à transição para a economia de baixo carbono.

Inicialmente foram apresentadas as diretrizes gerais, posteriormente síntese das etapas de levantamento e por fim o diagnóstico sugerido, de modo que os cenários apresentados são os seguintes:

- Cenário 1: Considera -se a manutenção do terreno atual (Glebas 1 e 2)
- Cenário 2: Considera -se a ampliação do terreno por meio da anexação da Gleba 3

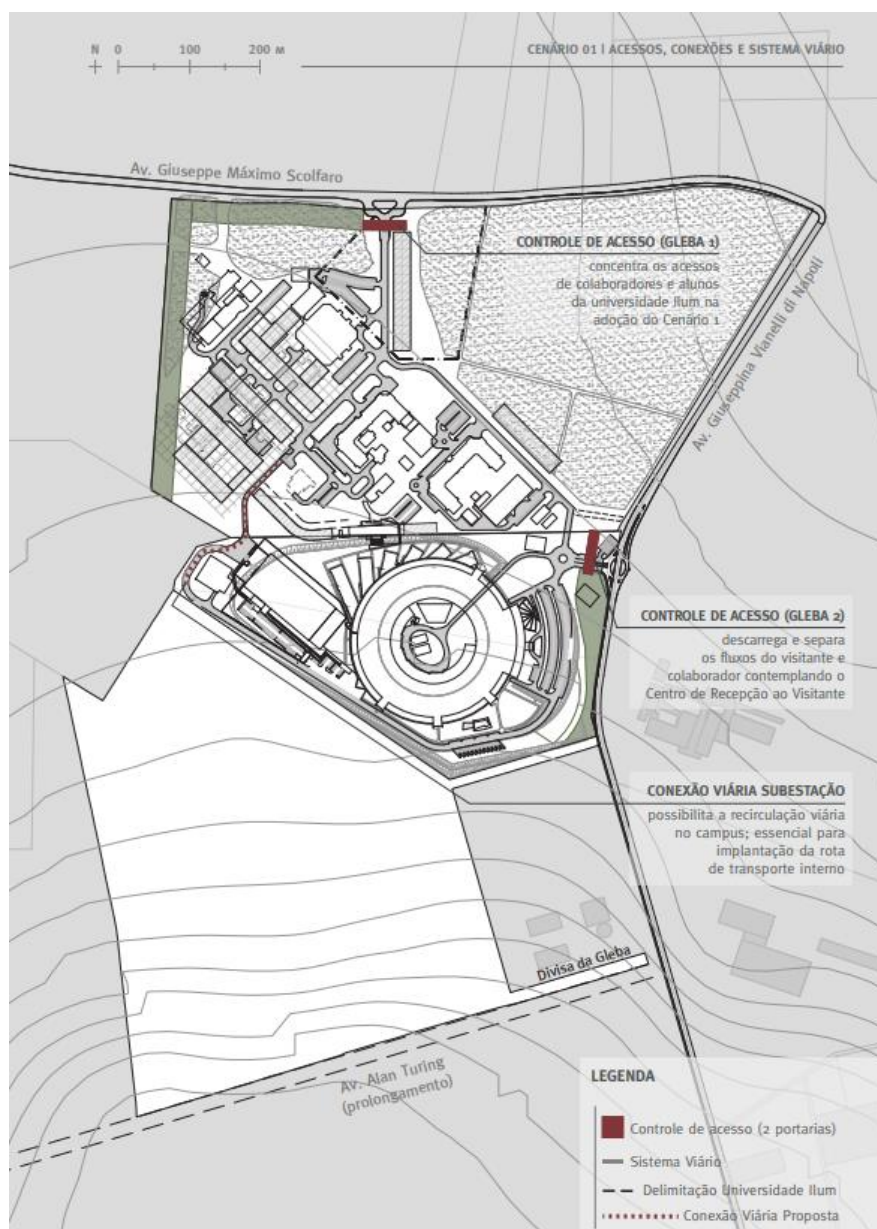


Figura 562 – Exemplo de cenário para Plano Diretor

Ilum Escola de Ciência

Centro de Vivência da Ilum

Com o objetivo de proporcionar uma expansão da faculdade Ilum situada no bairro Santa Cândida e ampliar o convívio e imersão dos alunos aos quatro laboratórios nacionais do CNPEM e com as demais instituições de ensino situadas no envoltório do campus, foi desenvolvido em 2022 pela unidade de Engenharia e Tecnologia, um estudo do projeto arquitetônico conceitual (CDR) para aprovação da nova edificação junto à diretoria da Faculdade Ilum e do CNPEM.

Com a construção da nova sede ILUM, a faculdade poderá oferecer mais de 200 vagas para o bacharelado em Ciência e Tecnologia, além de uma turma para o curso de Engenharia Biomolecular.

O estudo inicial estima uma área total construída de 6.753,00 m², que a longo prazo comportará cerca de 600 alunos, 35 colaboradores/professores e 25 Pós-Doc visitantes. Com um conceito modular, permitindo sua construção em fases, a edificação conterà:

- Salas de aula;
- Salas de *coworking*;
- Laboratórios, com salas para estoque e apoio técnico;
- Sala de visitantes e pós-docs, com baias individuais;
- Salas de professores individuais;
- Áreas técnicas e de apoio operacional;
- Biblioteca;
- Hall de integração, com escadaria que pode funcionar como arquibancada/auditório;
- Sala de aconselhamento e acolhimento;
- Refeitório;

O conceito adotado permite desenvolver uma estratégia de implantação que promova uma vivência individual e coletiva, aos usuários, com a criação de modulações pensadas para se adaptar a tamanhos diversos de salas. O pragmatismo extremo é rompido pelas circulações, onde são posicionados vazios pensados, criando espaços de convívio, melhor conforto ambiental entre os edifícios criando relações visuais entre os prédios. O átrio é a grande área de encontro do edifício, e onde as relações visuais dos estudantes, professores e visitantes se intensificam, assim como as relações entre o dentro e o fora se fortalecem.

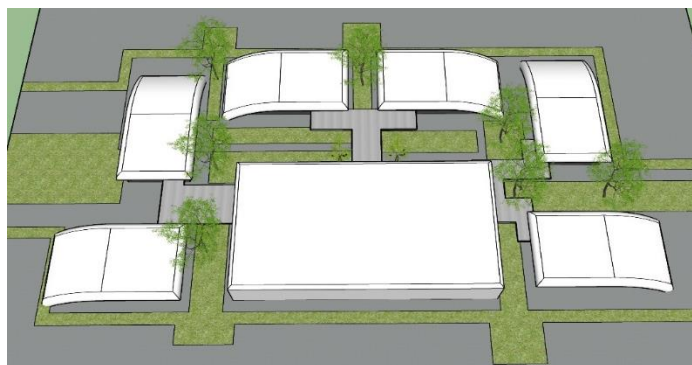


Figura 563 – Implantação conceitual da Nova Sede ILUM



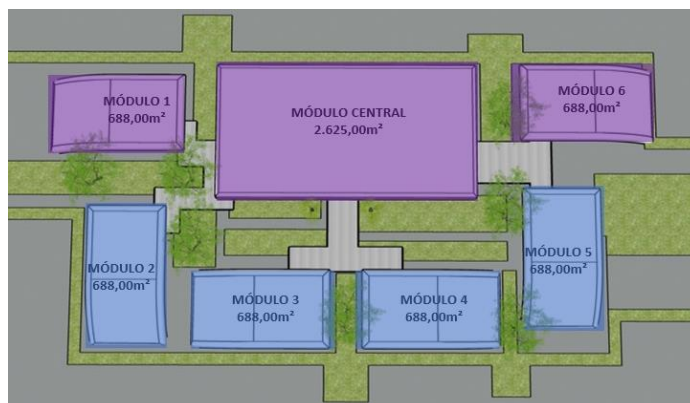
Figura 564 – Implantação conceitual da Nova Sede ILUM



Figura 565 – Implantação conceitual da Nova Sede ILUM



Figura 566 – Implantação conceitual da Nova Sede ILUM





		ÁREA CONSTRUÍDA(m ²)	POPULAÇÃO (ALUNOS + COLABORADORES)
	FASE 1	4.001,00	280
	FASE 2	2.752,00	420
	TOTAL	6.753,00	660

Figura 567 – Faseamento das entregas da Nova Sede ILUM

Apoio à geração de inovação

Em 2022, a área de Engenharia e Tecnologia do CNPEM registrou um novo pedido de patente de invenção no Brasil, depositado no Instituto Nacional de Propriedade Industrial (INPI), intitulada “Câmara de Vácuo para Onduladores, Processo de Fabricação de Câmara de Vácuo e Forno Tubular à Vácuo”, com número de depósito no INPI BR102022012961-4.

Um importante marco desse ano, foi o fechamento de um acordo com a CBMM para constituição do Centro de Excelência em Supercondutividade e Engenharia, que culminou com a realização do *I Brazilian Workshop on Applied Superconductivity*, onde especialistas internacionais e representantes da indústria puderam discutir ideias e sugestões de aplicações em supercondutividade a serem desenvolvidas em conjunto no CNPEM, conforme destacado na Parte I do Relatório Anual de Atividades de 2022. Adicionalmente, houve avanços na colaboração realizada com a PITEC para o desenvolvimento do sistema de radiofrequência do Sirius, conforme relatado a seguir.

Sistema de Radiofrequência do Sirius

A colaboração entre CNPEM e PITEC para a produção de quatro torres de amplificadores de RF de alta potência para o sistema de RF do Sirius teve início em abril de 2022, e tem avançado bem, mas houve a necessidade de ajustar e reavaliar tanto aspectos técnicos dos amplificadores quanto as previsões relacionadas ao tempo necessário para a conclusão do projeto. Os projetos dos vários componentes dos amplificadores demandaram mais esforços de engenharia do que tinha sido originalmente previsto, além do tempo de entrega mais longo de vários itens comerciais que compõem os amplificadores que trouxeram impacto no tempo de fabricação. A estimativa atual é de que os amplificadores possam estar montados até dezembro de 2023. A instalação das cavidades demanda um longo período de parada de máquina, sem possibilidades de operação da fonte de luz. Tendo em vista a necessidade de adequar esse período ao calendário de operação para os usuários do Sirius, a previsão atual é de que a instalação das cavidades possa ser programada para a partir de dezembro de 2023, e acredita-se que os amplificadores estejam prontos para instalação nesta data.

